

ДИРЕКТИВА 2005/10/ЕО НА КОМИСИЯТА

от 4 февруари 2005 година

относно определяне на методи за вземане на проби и методи за анализ за официалния контрол върху съдържанието на бензо(а)пирен 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. относно въвеждането на методи на Общността за вземане проби и анализ за контрола на храните, предназначени за консумация от човека¹, и по-специално член 1 от нея,

като има предвид, че:

- (1) Регламент (ЕО) 466/2001 на Комисията от 8 март 2001 г. относно определяне на максимално съдържание на някои замърсители в храните², установява максимално допустими норми за бензо(а)пирен и прави позоваване на мерките, определящи методите за вземане проби и анализ, които следва да се използват.
- (2) Директива 93/99/ЕИО на Съвета от 29 октомври 1993 г. относно допълнителни мерки, свързани с официалния контрол върху храните³, въвежда система от стандарти за качество за лаборатории, натоварени от държавите-членки с официалния контрол на храни.
- (3) Изглежда необходимо да се определят общи критерии, с които да се съобразяват методите за анализ с цел да се гарантира, че лабораториите, отговорни за контрола, използват методи за анализ със сравними нива на действие. От основно значение е също резултатите от анализа да се отчитат и тълкуват по еднообразен начин, с оглед осигуряване на хармонизиран подход за целите на официалния контрол. Правилата за тълкуване се прилагат за резултати от анализ, получени от пробата за официален контрол. В случай на анализ за защитни или арбитражни цели, се прилагат националните правила.
- (4) Мерките, предвидени в настоящата директива, са в съответствие със становището на Постоянния комитет по хранителната верига и здравето на животните,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

¹ ОВ L 372, 31.12.1985, стр. 50. Директива, изменена с Регламент (ЕО) 1882/2003 на Европейския парламент и Съвета (ОВ L 284, 31.10.2003, стр. 1).

² ОВ L 77, 16.3.2001, стр. 1. Регламент, последно изменен с Регламент (ЕО) №78/2005 (ОВ L 16, 20.1.2005, стр. 43).

³ ОВ L 290, 24.11.1993, стр. 14. Директива, изменена от Регламент (ЕО) 1882/2003.

Член 1

Държавите-членки предприемат всички мерки, необходими за да гарантират, че вземането на проби за официален контрол върху нормите за бензо(а)пирен в храни, се извършва в съответствие с методите, описани в приложение I към настоящата директива.

Член 2

Държавите-членки предприемат всички мерки, необходими за да гарантират, че подготовката на пробите и методите за анализ за целите на официалния контрол върху нормите за бензо(а)пирен в храни, съответстват на критериите, описани в приложение II към настоящата директива.

Член 3

Държавите-членки приемат необходимите закони, подзаконови и административни разпоредби, за да се съобразят с настоящата директива в срок от 12 месеца след нейното публикуване. Те незабавно съобщават на Комисията текста на тези разпоредби, както и таблица на съответствието между тези разпоредби и настоящата директива.

Когато държавите-членки приемат тези разпоредби, те съдържат позоваване на настоящата директива или то се извършва при официалното им публикуване. Условиата и редът на позоваване се определят от държавите-членки.

Член 4

Настоящата директива влиза в сила на двадесетия ден от нейното публикуване в *Официален вестник на Европейския Съюз*.

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 4 февруари 2005 година.

За Комисията:
Markos KYPRIANOU
Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ОФИЦИАЛЕН КОНТРОЛ ВЪРХУ НОРМИТЕ ЗА БЕНЗО(А)ПИРЕН В ХРАНИ

1. Цел и обхват

Пробите, предназначени за официални проверки на нормите за бензо(а)пирен в храните, се вземат съгласно методите, описани по-долу. Сборните проби, получени по такъв начин, се считат като представителни за партидите. Съответствието с максимално допустимите норми, определени в Регламент (ЕО) № 466/2001, се установява въз основа на нормите, определени в лабораторните проби.

2. Определения

‘Партида’: опознаваемо количество хранителни стоки, доставени по едно и също време, и определени от официално лице като стоки с общи характеристики, като например, произход, разновидност, тип на опаковка, производител, изпращач или маркировки.

‘Подпартида’: е точно определено количество от партида, с цел прилагане на метода за вземане на проби от това точно определено количество; всяка подпартида трябва да бъде физически разделима и опознаваема.

‘Точкова (единична) проба’: количество материал, взет от едно място в партидата или подпартидата.

‘Сборна (обща) проба’: комбинираното обща количество от всички точкови проби, взети от партидата или подпартидата.

‘Лабораторна проба’: проба, предназначена за лабораторията.

3. Общи разпоредби

3.1. Персонал

Вземането на проби се извършва от оторизирано лице, както е посочено от държавите-членки.

3.2. Материал, който ще служи за проба

От всяка партида, която ще се изследва, се взема проба отделно.

3.3. Предпазни мерки, които следва да се вземат

По време на вземането на проби и подготовката на пробите, се предприемат необходимите предпазни мерки, за избягване на всякакви промени, които биха повлияли върху съдържанието на бензо(а)пирен, биха въздействали неблагоприятно върху аналитичното определяне или биха направили сборните проби непредставителни.

3.4. Точкови проби

По възможност точковите проби трябва да се вземат от различни места, разпределени равномерно по цялата партида или подпартида. Отклонението от тази процедура трябва да се запише в протокола.

3.5. Подготовка на сборната проба

Сборната проба се прави, като се обединят всички точкови проби. Тази сборна проба се хомогенизира в лабораторията, освен ако това е несъвместимо с изпълнението на точка 3.6.

3.6. Двойни лабораторни проби

Двойни лабораторни проби за целите на официалния контрол, за търговски (защитни) и арбитражни цели се вземат от хомогенизираната сборна проба, освен ако това не противоречи на правилата за вземане на проби в държавите-членки.

3.7. Пакетиране и предаване на проби

Всяка проба се поставя в чист контейнер от инертен материал, който предлага достатъчна защита срещу замърсяване и повреда при транзит. Предприемат се всички необходими предпазни мерки, за да се избегне промяна в състава на пробата, каквато би могла да възникне при транспорт или съхранение.

3.8. Запечатване и етиктиране на проби

Всяка проба, взета за официална употреба, се запечатва в мястото на вземането ѝ и се обозначава съгласно правилата на държавата-членка.

Съхранява се протокол за всяко вземане на проби, което позволява всяка партида да бъде определена еднозначно и показва датата и мястото на вземане на проби, заедно с всякаква допълнителна информация, която има вероятност да бъде от помощ за аналитика.

4. Планове за вземане на проби

Прилаганият метод за вземане на проби гарантира, че сборната проба е представителна за партидата, която се контролира.

4.1. Брой точкови проби

В случая на масла, за които се приема, че е извършена хомогенна дистрибуция на бензо(а)пирена при дадена партида, е достатъчно да се вземат три точкови проби от всяка партида, за да се получи сборната проба. Дава се указание за номера на партидата. За зехтин и масло от кюспе на маслини, е дадена по-нататъшна информация в Регламент (ЕО) № 1989/2003 на Комисията¹.

¹ ОВ L 295, 13.11.2003, стр. 57.

За другите продукти, минималния брой точкови проби, които се вземат от партида, е даден в Таблица 1. Точковите проби са с аналогично тегло, не по-малко от 100 г. всяка, което води до сборна проба, не по-малка от 300 г. (вижте точка 3.5).

ТАБЛИЦА 1

Минимален брой точкови проби, които следва да се вземат от партида

Тегло на партидата (в кг)	Минимален брой точкови проби, които следва да се вземат
< 50	3
50 до 500	5
>500	10

Ако партидата се състои от индивидуални опаковки, тогава броя на опаковките, който трябва да се вземат, за да се направи сборната проба, е даден в Таблица 2.

ТАБЛИЦА 2

Брой опаковки (точкови проби), който трябва да се вземат, за да се направи сборната проба, ако партидата се състои от индивидуални опаковки

Брой опаковки или единици в партидата или подпартидата	Брой опаковки или единици, които трябва да се вземат
1 до 25	1 опаковка или единица
26 до 100	Около 5%, поне 2 опаковки или единици
> 100	Около 5%, максимум 10 опаковки или единици

4.2. Вземане на проби в етапа на продажбата на дребно

Вземане на проби от храни в етапа на продажбата на дребно трябва да се прави, когато това е възможно в съответствие с горните разпоредби за вземане на проби. Когато това не е възможно, могат да се използват други ефективни процедури за вземане на проби в етапа на продажбата на дребно при условие, че те осигуряват достатъчна представителност за партидата, от която се вземат.

5. Съответствие на партидата или подпартидата със спецификацията

Контролната лаборатория анализира лабораторната мостра за целите на официалния контрол, като прави и втори анализ в случаите, когато полученият резултат от първия анализ е с 20% под или над максимално допустимите норми, и в тези случаи се изчислява средната стойност на резултатите.

Партидата се приема, ако резултатът от първия анализ, или при необходимост от втори анализ, средната стойност не превишава съответната норма (както е определена в Регламент (ЕО) 466/2001), като се отчитат неопределеността на измерването и корекцията за аналитичен добив.

Партидата е несъобразена с нормата (както е определена в Регламент (ЕО) 466/2001), ако резултатът от първия анализ, или при необходимост от втори анализ средната стойност превишава максималното ниво извън разумното съмнение, като се отчитат неопределеността на измерването и корекцията за аналитичен добив.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПОДГОТОВКА НА ПРОБАТА И КРИТЕРИИ ЗА МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАНИ ПРИ ОФИЦИАЛНАТА ПРОВЕРКА НА НОРМИТЕ ЗА БЕНЗО(А)ПИРЕН В ХРАНИ

1. Предпазни мерки и общи съображения за бензо(а)пирен в проби от храни

Основното изискване е да се получи представителна и хомогенна лабораторна мостра без въвеждане на второстепенно замърсяване.

Аналитикът трябва да осигури тези проби да не се замърсяват по време на подготовката им. Контейнерите за тях трябва да се изплакнат с ацетон или хексан (р.А., HPLC или еквивалент) с висока чистота преди употребата им, за да се намали до минимум риска от замърсяване. По възможност, апаратурата, която влиза в контакт с пробата, трябва да е направена от инертни материали, като алуминий, стъкло или полирана неръждаема стомана. Трябва да се избягват пластмаси като например, полипропилен, PTFE и т.н., тъй като пробата за анализ може да абсорбира тези материали.

Целият материал за проби, получен от лабораторията, трябва да се използва за подготовката на материала за изпитване. Само много добре хомогенизираните проби дават възпроизводими резултати.

Съществуват много добри процедури за подготовка на пробите, които може да се използват.

2. Обработка на пробата, приета в лабораторията

Смелете фино (когато е уместно) и много добре размесете сборната проба, с помощта на процес, при който е доказано, че се постига пълна хомогенизация.

3. Подразделяне на проби за целите на официалния контрол и за защитни цели

Точни копия проби за целите на официалния контрол, за търговски (защитни) и арбитражни цели се вземат от хомогенизирания материал, ако това не противоречи на правилата за вземане на проби на държавите-членки.

4. Метод на анализ, който трябва да се използва от лабораторията и изисквания за лабораторен контрол

4.1. Определения

Част от най-често използваните определения, необходими за лабораторията, са дадени по-долу:

$r =$ Повторяемост, стойността, под която с определена вероятност (типично 95%) може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата

от изпитвания при повторяеми условия (т.е., същата проба, същия оператор, същата апаратура, в рамките на кратки периоди от време), и следователно $r = 2.8 \times s_r$.

s_r = стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при повторяеми условия.

RSD_r = относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при повторяеми условия $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$,

R = Възпроизводимост, стойността, под която с определена вероятност (типично 95%) може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата от изпитването на проби при възпроизводими условия (т.е. идентичен материал, получен от оператори в различни лаборатории, използващи стандартизирания метод за изпитване); $R = 2.8 \times s_r$

s_R = стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при възпроизводими условия.

RSD_R = относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при възпроизводими условия, $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$, където $\bar{x}$ е средния резултат от всички лаборатории и проби.

$HORRAT_r$ = наблюдаваната RSD_r , разделена на стойността на RSD_r , получена от уравнението на Хорвиц (1), като се приема, че $r = 0.66R$.

$HORRAT_R$ = наблюдаваната RSD_R стойност, разделена на стойността на RSD_R , изчислена от уравнението на Хорвиц.

U = разширената неопределеност, като се използва коефициент на покритие 2, който дава степен на доверие приблизително 95%.

4.2. Общи изисквания

Методите за анализ, използвани за целите на контрол върху храните, трябва да изпълняват точки 1 и 2 на Приложението към Директива 85/591/ЕИО на Съвета.

4.3. Специфични изисквания

Когато няма специфични методи за определяне на бензо(а)пирена в храните, предписани на ниво Общността, лабораториите могат да изберат който и да е валидиран метод, при условие, че избраният метод отговаря на критериите за действие, посочени в таблицата. Валидирането в идеалния случай включва удостоверен референтен материал.

ТАБЛИЦА

Критерии за действие за методи за анализ на бензо(а)пирен

Параметър	Стойност / коментар
Приложимост	Храни, посочени в Регламент (ЕО) № .../2005
Граница на откриване	Не повече от 0,3 mg/kg
Граница на количествено определяне	Не повече от 0,9 mg/kg
Прецизност	Стойности на HORRAT _r или HORRAT _R , по-малки от 1.5 в изпитанието за съвместно узаконяване
Аналитичен добив	50% - 120%
Специфичност	Свободен от матрични или спектрални намеси, проверка на положително откриване

4.3.1. Критерии на действието — подход чрез функция на неопределеност

За да се определи пригодността на метода за анализ, лабораторията може също така да използва подход на неопределеност. Лабораторията може да използва метод, който да даде резултати в рамките на максимален стандарт неопределеност. Максималната стандартна неопределеност може да се изчисли чрез следната формула:

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

където:

Uf е максималната стандартна неопределеност

LOD е границата на откриване на метода

C е концентрацията

Ако един аналитичен метод осигурява резултати от измервания с неопределеност, по-малка от максималната стандартна неопределеност, методът ще бъде еднакво подходящ спрямо онзи, който отговаря на характеристиките за представяне, дадени в Таблицата.

4.4. Изчисляване на аналитичния добив и отчет на резултатите

Аналитичният резултат трябва да се отчита с или без корекция за аналитичен добив. Начинът на отчет и нивото на аналитичен добив трябва също да се отчитат. Резултатът от анализа, коригиран за аналитичен добив, се използва за проверка на съответствие (вижте Приложение I, точка 5).

Аналитикът трябва да вземе под внимание „Доклад на Европейската комисия за връзката между резултатите от анализа, неопределеността на измерването, коефициентите на аналитичен добив и разпоредбите на законодателството на ЕО за храните” (2).

Аналитичният резултат трябва да се отчете като $x \pm U$, където x е резултата от анализа, а U е неопределеността на измерването.

4.5. Лабораторни стандарти за качество

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

4.6. Други съображения за анализа

Изпитване за експертност

Участие в подходящи схеми за изпитване на експертност, които са съобразени с 'Международен хармонизиран протокол за изпитване на експертност в (химически) аналитични лаборатории' (3), разработен под егидата на IUPAC/ISO/AOAC.

Вътрешен контрол на качеството

Лабораториите трябва да са в състояние да докажат, че имат действащи процедури за вътрешен контрол на качеството. Примери за такива са 'ISO/AOAC/IUPAC Насоки за вътрешен контрол на качеството в лаборатории за аналитична химия' (4).

СПРАВОЧНА ЛИТЕРАТУРА

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/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Публикуван също в J. AOAC International, 1993, 76, 926).

4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.