

**DYREKTYWA KOMISJI 2005/10/WE****z dnia 4 lutego 2005 r.****ustanawiająca metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu w środkach spożywczych****(Tekst mający znaczenie dla EOG)**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając dyrektywę Rady 85/591/EWG z dnia 20 grudnia 1985 r. dotyczącą wprowadzenia wspólnotowych metod pobierania próbek i analiz w celu monitorowania środków spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi<sup>(1)</sup>, w szczególności jej art. 1,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Rozporządzenie Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych<sup>(2)</sup> ustala najwyższe dopuszczalne poziomy benzo[a]pirenu i czyni odniesienia do działań ustanawiających metody pobierania próbek i analiz, jakie należy zastosować.
- (2) Dyrektywa Rady 93/99/EWG z dnia 29 października 1993 r. w sprawie dodatkowych środków urzędowej kontroli środków spożywczych<sup>(3)</sup> wprowadza system norm jakości dla laboratoriów, którym Państwa Członkowskie powierzają urzędową kontrolę środków spożywczych.
- (3) Istnieje potrzeba ustanowienia ogólnych kryteriów, jakie muszą spełniać metody analiz w celu zagwarantowania, że laboratoria odpowiedzialne za kontrolę będą stosować metody analiz o porównywalnych poziomach sprawności. Ponadto jest niezwykle istotne, aby wyniki analiz były sprawozdawane i interpretowane w sposób jednolity, celem zapewnienia zharmonizowanego podejścia do ich wdrożenia. Te zasady interpretacji dotyczą zastosowania wyniku analizy otrzymanego dla próbki pobranej w celu urzędowej kontroli. W przypadku analizy prowadzonej do celów obrony lub arbitrażu zastosowanie mają przepisy krajowe.
- (4) Środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Pokarmowego i Zdrowia Zwierząt,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

**Artykuł 1**

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki w celu zapewnienia, aby pobieranie próbek w celu urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu w środkach spożywczych było prowadzone zgodnie z metodami opisanymi w załączniku I do niniejszej dyrektywy.

**Artykuł 2**

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki w celu zapewnienia, aby przygotowanie próbek i metody analiz stosowane w celu urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu w środkach spożywczych spełniały kryteria opisane w załączniku II do niniejszej dyrektywy.

**Artykuł 3**

Państwa Członkowskie wprowadzają w życie, w ciągu 12 miesięcy od publikacji niniejszej dyrektywy, przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy. Państwa Członkowskie niezwłocznie przekazują Komisji teksty tych przepisów oraz tabelę korelacji między tymi przepisami a niniejszą dyrektywą.

Przepisy przyjęte przez Państwa Członkowskie zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie takie towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określone są przez Państwa Członkowskie.

**Artykuł 4**

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 4 lutego 2005 r.

W imieniu Komisji  
Markos KYPRIANOU  
Członek Komisji

<sup>(1)</sup> Dz.U. L 372 z 31.12.1985, str. 50. Dyrektywa ostatnio zmieniona rozporządzeniem (WE) nr 1882/2003 Parlamentu Europejskiego i Rady (Dz.U. L 284 z 31.10.2003, str. 1).

<sup>(2)</sup> Dz.U. L 77 z 16.3.2001, str. 1. Rozporządzenie ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 208/2005 (Patrz: str. 3 niniejszego Dziennika Urzędowego).

<sup>(3)</sup> Dz.U. L 290 z 24.11.1993, str. 14. Dyrektywa ostatnio zmieniona rozporządzeniem (WE) nr 1882/2003.

## ZAŁĄCZNIK I

**METODY POBIERANIA PRÓBEK W CELU URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW BENZO[A]PIRENU W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH****1. Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomów zawartości benzo[a]pirenu w środkach spożywczych są pobierane zgodnie z metodami opisanymi poniżej. Otrzymane w ten sposób próbki połączone uważa się za reprezentatywne dla partii. Ocena zgodności partii z najwyższymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001 dokonywana jest na podstawie poziomów określonych w próbkach laboratoryjnych.

**2. Definicje**

„Partia”: możliwa do zidentyfikowania ilość produktu spożywczego dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy, takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakowacz, nadawca lub oznakowanie.

„Podpartia”: część dużej partii wskazana w celu zastosowania metody pobierania próbek na tej wydzielonej części. Każda część partii musi być fizycznie wyodrębniona i możliwa do zidentyfikowania.

„Próbka pierwotna”: ilość materiału pobrana z jednego miejsca partii lub podpartii.

„Próbka połączona”: próbka otrzymana przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub podpartii.

„Próbka laboratoryjna”: próbka przeznaczona do badania laboratoryjnego.

**3. Postanowienia ogólne****3.1. Personel**

Próbki pobierane są przez upoważnione osoby, zgodnie z przepisami Państw Członkowskich.

**3.2. Materiał**

Z każdej partii podlegającej badaniu należy pobrać odrębne próbki.

**3.3. Wymagane środki ostrożności**

W trakcie pobierania i przygotowywania próbek należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogą mieć wpływ na zawartość benzo[a]pirenu, niekorzystnie oddziaływać na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki połączone nie będą reprezentatywne.

**3.4. Próbki pierwotne**

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub podpartii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole.

**3.5. Przygotowanie próbki połączonej**

Próbka połączona powstaje przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych. Próbka połączona zostaje ujednorodniona w laboratorium, o ile nie jest to sprzeczne z pkt 3.6.

**3.6. Kontrpróbki do badań laboratoryjnych**

Kontrpróbki do badań laboratoryjnych w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu, wyodrębnia się z ujednorodnionej próbki połączonej, jeżeli nie koliduje to z przepisami Państw Członkowskich w zakresie pobierania próbek.

**3.7. Pakowanie i transport próbek**

Każdą próbkę należy umieścić w czystym pojemniku wykonanym z chemicznie obojętnego materiału, zapewniającym odpowiednią ochronę przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem w czasie transportu. Należy podjąć wszelkie niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia zmian w składzie próbek, jakie mogłyby wystąpić podczas transportu lub przechowywania

**3.8. Pieczętowanie i etykietowanie próbek**

Każdą próbkę przeznaczoną do urzędowej kontroli zamyka się i pieczętuje w miejscu pobrania próbek oraz etykietuje w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi przepisami Państwa Członkowskiego.

Dla każdej pobranej próbki sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczną identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz z dodatkowymi informacjami, pomocnymi dla analityka.

#### 4. Plany pobierania próbek

Należy stosować taką metodę pobierania próbek, która gwarantuje, że próbka połączona jest reprezentatywna dla kontrolowanej partii.

##### 4.1. Liczba próbek pierwotnych

W przypadku olejów, dla których można założyć równomierny rozkład benzo[a]pirenu w partii, wystarczy pobrać z danej partii trzy próbki pierwotne, które stanowią próbkę połączoną. Należy wskazać numer partii. W przypadku oliwy z oliwek lub oliwy z wytlóków oliwnych dalsze informacje dotyczące pobierania próbek zawiera rozporządzenie Komisji (WE) nr 1989/2003 <sup>(1)</sup>.

W przypadku innych produktów minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z danej partii, powinna być zgodna z tabelą 1. Próbki pierwotne powinny mieć zbliżoną masę, nie mniejszą niż 100 g każda, co daje masę próbki połączonej nie mniejszą niż 300 g (patrz pkt 3.5).

TABELA 1

#### Minimalna liczba próbek pierwotnych, jakie należy pobrać z partii

Masa partii (w kg)	Minimalna liczba pobieranych próbek pierwotnych
< 50	3
50 do 500	5
> 500	10

W przypadku partii składających się z pojedynczych opakowań liczbę opakowań, które mają być pobrane w celu utworzenia próbki połączonej, podano w tabeli 2.

TABELA 2

#### Liczba opakowań (próbek pierwotnych) pobieranych w celu utworzenia próbki połączonej w przypadku, gdy partia składa się z pojedynczych opakowań

Liczba opakowań lub jednostek w partii lub podpartii	Liczba pobieranych opakowań lub jednostek losowania
1 do 25	1 opakowanie lub jednostka
26 do 100	Okolo 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki losowania
> 100	Okolo 5 %, co najmniej 10 opakowań lub jednostek losowania

##### 4.2. Pobieranie próbek z obrotu detalicznego

Jeżeli to możliwe, pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego powinno być wykonywane zgodnie z powyższymi zasadami pobierania próbek. Jeżeli nie jest to możliwe, można zastosować inne skuteczne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, pod warunkiem że zapewniają one odpowiednią reprezentatywność ocenianej partii.

#### 5. Zgodność partii lub podpartii ze specyfikacją

Laboratorium kontrolne bada próbkę laboratoryjną pobraną w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, powtarzając analizę w przypadku gdy wynik pierwszej analizy jest o mniej niż 20 % niższy lub wyższy od dopuszczalnego maksymalnego poziomu i w tym przypadku oblicza średnią z uzyskanych wyników.

Partia zostaje przyjęta, jeżeli wynik pierwszej analizy lub, w przypadku konieczności przeprowadzenia powtórnej analizy, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu (określonego w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001), z uwzględnieniem niepewności pomiaru oraz korekty o odzysk.

Jeżeli wynik pierwszej analizy lub, w przypadku konieczności przeprowadzenia powtórnej analizy, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników przekracza maksymalny dopuszczalny poziom w sposób niekwestionowany, przy uwzględnieniu niepewności pomiaru i korekty o odzysk, dana partia jest niezgodna z maksymalnym dopuszczalnym poziomem (określonym w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001).

<sup>(1)</sup> Dz.U. L 295 z 13.11.2003, str. 57.

## ZAŁĄCZNIK II

**PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I KRYTERIA DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW BENZO[A]PIRENU W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH****1. Środki ostrożności i ogólne wytyczne dotyczące benzo[a]pirenu w próbkach żywności**

Podstawowym wymaganiem jest uzyskanie reprezentatywnej i jednorodnej próbki laboratoryjnej bez wprowadzenia wtórnych zanieczyszczeń.

Analitik powinien zapewnić, aby próbki nie uległy zanieczyszczeniu w trakcie ich przygotowywania. Pojemniki przed użyciem należy przemyć acetonem lub heksanem o wysokiej czystości (stopnia cz.d.a. (p.A.), HPLC lub równorzędnej), aby zminimalizować ryzyko zanieczyszczenia. W miarę możliwości aparatura wchodząca w kontakt z próbką winna być wykonana z chemicznie obojętnego materiału, np. aluminium, szkła lub stali nierdzewnej polerowanej. Należy unikać tworzyw sztucznych, takich jak polipropylen, politetrafluoroetylen (PTFE) itp., gdyż może zachodzić adsorpcja analitu na tych materiałach.

Cały materiał próbki dostarczonej do laboratorium musi być wykorzystany do przygotowania materiału do badań. Jedynie dokładnie zhomogenizowane próbki dają powtarzalne wyniki.

Istnieje wiele dających dobre wyniki szczegółowych procedur przygotowywania próbek.

**2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium**

Całą próbkę połączoną należy drobno zmielić, w miarę potrzeby, i starannie wymieszać, stosując proces, który pozwoli osiągnąć całkowitą homogenizację.

**3. Podział próbek w celu sprawdzenia zgodności z przepisami i dla potrzeb arbitrażu**

Kontrpróbki do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego (obrony) i arbitrażu, wyodrębnia się z ujednorodnionego materiału, jeżeli nie koliduje to z przepisami Państw Członkowskich w zakresie pobierania próbek.

**4. Metody analiz stosowane przez laboratorium i wymagania dotyczące ich kontroli w laboratorium****4.1. Definicje**

Poniżej podano szereg najczęściej używanych definicji, które powinno stosować laboratorium:

$r$  = powtarzalność, wartość, poniżej której powinna się znajdować z określonym prawdopodobieństwem (typowo 95 %) bezwzględna różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu), a zatem  $r = 2.8 \times s_r$ .

$s_r$  = odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania otrzymanych w spełnionych warunkach powtarzalności.

$RSD_r$  = względne odchylenie standardowe powtarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R$  = odtwarzalność, wartość, poniżej której powinna się znajdować z określonym prawdopodobieństwem (typowo 95 %) bezwzględna różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (tj. ten sam materiał otrzymywany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących standardową metodę badawczą);  $R = 2.8 \times s_R$ .

$s_R$  = odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania uzyskanych w spełnionych warunkach odtwarzalności.

$RSD_R$  = względne odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek.

$HORRAT_r$  = uzyskane  $RSD_r$  podzielone przez wartość  $RSD_r$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza (1), przy założeniu, że  $r = 0.66R$ .

$HORRAT_R$  = uzyskane  $RSD_R$ , podzielone przez wartość  $RSD_R$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza.

$U$  = niepewność rozszerzona, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia 2, który daje poziom ufności około 95 %.

## 4.2. Wymagania ogólne

Metody analiz używane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami pkt 1 i 2 załącznika do dyrektywy Rady 85/591/EWG.

## 4.3. Wymagania szczegółowe

Jeżeli na poziomie wspólnotowym nie zaleca się stosowania określonych metod oznaczania zawartości benzo[a]pirenu w żywności, laboratoria mogą wybrać każdą zwalidowaną metodę spełniającą kryteria sprawności wskazane w tabeli. Walidacja powinna, jeśli to możliwe, obejmować certyfikowany materiał odniesienia.

TABELA

**Kryteria sprawności metod analitycznych w przypadku benzo[a]pirenu**

Parametr	Wartość/uwagi
Zakres stosowania	Środki spożywcze określone w rozporządzeniu (WE) nr .../2003
Granica wykrywalności	Nie więcej niż 0,3 µg/kg
Granica oznaczalności	Nie więcej niż 0,9 µg/kg
Precyzja	Wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_R$ niższe niż 1,5 uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych dla potrzeb walidacji
Odzysk	50 %–120 %
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych, weryfikacja wskazań dodatnich

## 4.3.1. Kryteria sprawności – sposób wyrażania niepewności z zastosowaniem funkcji

Niemniej jednak do oceny przydatności metody analitycznej do zastosowania w laboratorium można zastosować także podejście oparte na niepewności. Laboratorium może stosować metodę, która zapewni uzyskanie wyników z maksymalną niepewnością standardową. Maksymalną niepewność standardową można obliczyć za pomocą następującego wzoru:

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

gdzie:

$U_f$  oznacza maksymalną niepewność standardową

LOD oznacza granicę wykrywalności metody

C oznacza badane stężenie

Jeśli metoda analityczna zapewnia uzyskanie wyników z niepewnością pomiarów niższą od maksymalnej niepewności standardowej, będzie ona równie odpowiednia jak ta, która spełnia kryteria sprawności podane w tabeli.

## 4.4. Obliczanie odzysku i przedstawianie wyników

Wynik analizy podaje się w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej o wartość odzysku. Należy przedstawić sposób podawania wyników oraz wartość odzysku. Do oceny zgodności ze specyfikacją należy stosować wynik analizy skorygowany o odzysk (patrz: załącznik I pkt 5).

Analitycy powinni zapoznać się z „Raportem Komisji Europejskiej na temat związku między wynikami analiz, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku i przepisami ustawodawstwa UE w dziedzinie żywności” (*European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation*) (2).

Wynik analizy musi być podawany jako  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analizy, a  $U$  jest niepewnością pomiaru.

## 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów dyrektywy 93/99/EWG.

## 4.6. Inne kwestie do rozważenia przez analityków

## Badania biegłości

Uczestnictwo w odpowiednich programach badań biegłości, zgodnych z dokumentem „*International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories*” („Międzynarodowy zharmonizowany protokół dotyczący badań biegłości w chemicznych laboratoriach analitycznych”) (3), opracowanym pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

## Wewnętrzna kontrola jakości

Laboratoria powinny być w stanie wykazać, że posiadają wewnętrzne procedury kontroli jakości. Przykładem takich procedur jest dokument „*ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*” („Wytyczne w sprawie wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych”) (4).

## BIBLIOGRAFIA

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](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, wydany przez: M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 – 2144 (Opublikowany także w J. AOAC International, 1993, 76, 926).
  4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, wydany przez: M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.
-