

A BIZOTTSÁG 2005/10/EK IRÁNYELVE**(2005. február 4.)****az élelmiszerek benzo(a)pirén-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról****(EGT vonatkozású szöveg)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

tekintettel az Európai közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelvre⁽¹⁾ és különösen annak 1. cikkére,

mivel:

- (1) Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló, 2001. március 8-i 466/2001/EK bizottsági rendelet⁽²⁾ megállapítja a benzo(a)pirén legmagasabb értékeit, valamint az alkalmazandó mintavételi és vizsgálati módszereket rögzítő intézkedésekre hivatkozik.
- (2) Az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével kapcsolatos további intézkedésekről szóló, 1993. október 29-i 93/99/EGK tanácsi irányelv⁽³⁾ bevezeti a minőségi szabványok rendszerét azon laboratóriumokban, amelyeket a tagállamok az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével bíztak meg.
- (3) Szükségesnek látszik rögzíteni azon általános követelményeket, amelyeket a vizsgálati módszereknek ki kell elégíteniük annak biztosítására, hogy az ellenőrzésért felelős laboratóriumok összehasonlítható teljesítményszintet nyújtó vizsgálati módszereket alkalmazzanak. Kiemelkedően fontos továbbá a vizsgálati eredmények egységes módon való megadása és értelmezése annak érdekében, hogy összehangolt végrehajtási módot lehessen biztosítani. Ezen értelmezési szabályokat kell a hatósági ellenőrzés céljából vett mintákból nyert vizsgálati eredményekre alkalmazni. A védekezési vagy szakértői célra végzett vizsgálatok esetében a nemzeti szabályok alkalmazandók.
- (4) Az ebben az irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állat-egészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

1. cikk

A tagállamok meghoznak minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek benzo(a)pirén-tartalmának hatósági ellenőrzése során a mintavételt az ezen irányelv I. mellékletében ismertetett módszerekkel összhangban végezzék.

2. cikk

A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek benzo(a)pirén-tartalmának hatósági ellenőrzése során alkalmazott mintaelőkészítés és a vizsgálati módszerek megfeleljenek az ezen irányelv II. mellékletében ismertetett követelményeknek.

3. cikk

A tagállamok legkésőbb az ezen irányelv közzétételét követő tizenkét hónapon belül hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek megfeleljenek. Haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot e rendelkezések szövegéről, valamint megküldenek számára egy megfelelési táblázatot ennek az irányelvnek a rendelkezései és az általuk kibocsátott rendelkezések közötti megfelelésről.

Amikor a tagállamok elfogadják ezeket a rendelkezéseket, azokban hivatkozni kell erre az irányelvre, vagy azokhoz hivatalos kihirdetésük alkalmával ilyen hivatkozást kell fűzni. A hivatkozás módját a tagállamok határozzák meg.

4. cikk

Ez az irányelv az Európai Unió Hivatalos Lapjában való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba.

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 2005. február 4-én.

a Bizottság részéről

Markos KYPRIANOU

a Bizottság tagja

⁽¹⁾ HL L 372., 1985.12.31., 50. o. Az 1882/2003/EK európai parlamenti és tanácsi rendelettel (HL L 284., 2003.10.31., 1. o.) módosított irányelv.

⁽²⁾ HL L 77., 2001.3.16., 1. o. A legutóbb a 208/2005/EK rendelettel (Lásd e Hivatalos Lap 3 oldalát) módosított rendelet.

⁽³⁾ HL L 290., 1993.11.24., 14. o. A legutóbb az 1882/2003/EK rendelettel módosított irányelv.

I. MELLÉKLET

MINTAVÉTELI MÓDSZEREK ÉLELMISZEREK BENZO(A)PIRÉN-TARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSÉHEZ**1. Cél és alkalmazási terület**

Az élelmiszerek benzo(a)pirén-tartalmának hatósági ellenőrzésére szánt mintákat az alábbiakban ismertetett módszerekkel összhangban kell venni. Az így kapott egyesített mintákat az adott tételre reprezentatívnak kell tekinteni. A 466/2001/EK rendeletben meghatározott legmagasabb értékeknek történő megfelelésről a laboratóriumi mintákban megállapított értékek alapján kell dönteni.

2. Fogalommeghatározások

Tétel: egy élelmiszercikk azonosítható, egyszerre szállított mennyisége, amelyről a hatósági ellenőrzést végző személy megállapította, hogy származás, fajta, csomagolási típus, csomagoló, feladó vagy jelölések szempontjából közös jellemzőkkel bír.

Altétel: egy tétel kijelölt része, amelyen a mintavételi módszer elvégezhető; minden altételnek fizikailag elkülöníthetőnek és azonosíthatónak kell lennie.

Egyedi minta: a tétel vagy az altétel egyetlen helyéről vett anyagmennyiség.

Egyesített minta: a tételből vagy altételből vett összes egyedi minta együttese.

Laboratóriumi minta: a laboratóriumi vizsgálatra szánt minta.

3. Általános rendelkezések**3.1. Személyzet**

A mintavételt egy, a tagállamok által felhatalmazott személy végzi.

3.2. Mintavételezésre szánt anyag

Minden vizsgálandó tételből külön-külön kell mintát venni.

3.3. Óvintézkedések

A mintavétel és a minták előkészítése során óvintézkedéseket kell tenni minden olyan változás elkerülésére, amely befolyásolná a benzo(a)pirén-tartalmat, károsan befolyásolná az analitikai meghatározást, vagy megszüntetné az egyesített minták reprezentativitását.

3.4. Egyedi minták

Az egyedi mintákat lehetőség szerint a tétel vagy az altétel különböző, egymástól távoli helyeiről kell venni. Az ezen eljárástól való eltéréseket fel kell jegyezni a jegyzőkönyvben.

3.5. Az egyesített minta elkészítése

Az egyesített mintát az egyedi minták összesítésével kell előállítani. Az egyesített mintát a laboratóriumban homogenizálják, kivéve ha ez az eljárás a 3.6. pont végrehajtásával összeegyeztethetetlen.

3.6. Párhuzamos laboratóriumi minták

A homogenizált egyesített mintából megerősítés céljából, illetve szakmai (védekezési) és szakértői célokra párhuzamos laboratóriumi mintákat kell venni, kivéve, ha ez ellentétes a tagállamok mintavételi szabályaival.

3.7. A minták csomagolása és szállítása

Minden egyes mintát olyan tiszta, semleges kémhatású tárolóedénybe kell helyezni, amely megfelelő védelmet nyújt a szennyeződések és a szállítás okozta károsodások ellen. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni a szállítás vagy a tárolás során a minta összetételében esetlegesen bekövetkező változások elkerülése érdekében.

3.8. A minták lezárása és címkézése

A hatósági felhasználásra vett összes mintát a mintavétel helyszínén le kell zárni, és a tagállam szabályainak megfelelően azonosítóval kell ellátni.

Minden egyes mintavételről jegyzőkönyvet kell vezetni, amely alapján a tétel egyértelműen azonosítható, feljegyezve benne a mintavétel időpontját és helyét, valamint minden olyan további információt, amely segítheti a vizsgálatot végző személy munkáját.

4. Mintavételi tervek

Az alkalmazott mintavételi módszer biztosítja, hogy az egyesített minta reprezentatív legyen a vizsgálandó tétel tekintetében.

4.1. Egyedi minták száma

Olajok esetében, amelyekre nézve a benzo(a)pirén homogén eloszlása egy adott tételben feltételezhető, az egyesített minta kialakításához elegendő tételenként három egyedi minta vétele. A tételszáma való hivatkozást meg kell adni. Az olívaolaj és olívmagmaradék-olaj vonatkozásában a mintavételhez kapcsolódó egyéb információkat az 1989/2003/EK bizottsági rendelet⁽¹⁾ tartalmazza.

A többi termék esetében az egy tételből veendő egyedi minták legkisebb számát az 1. táblázat mutatja. Az egyedi minták hasonló, egyenként legalább 100 g tömegűek, és legalább 300 g tömegű egyesített mintát kell kapni (lásd a 3.5. pontot).

1. TÁBLÁZAT

Egy tételből veendő egyedi minták legkisebb száma

A tétel tömege (kg)	A veendő egyedi minták legkisebb száma
< 50	3
50– 500	5
> 500	10

Amennyiben a tétel különálló csomagokból áll, az egyesített minta készítése céljából veendő csomagok számát a 2. táblázat tartalmazza.

2. TÁBLÁZAT

Az egyesített minta készítése céljából veendő csomagok (egyedi minták) száma, amennyiben a tétel különálló csomagokból áll

A tételben vagy altételben levő csomagok vagy egységek száma	A veendő csomagok vagy egységek száma
1– 25	1 csomag vagy egység
26– 100	Hozzávetőlegesen 5 %, legalább 2 csomag vagy egység
> 100	Hozzávetőlegesen 5 %, legalább 10 csomag vagy egység

4.2. Mintavétel a kiskereskedelmi fázisban

A kiskereskedelmi fázisban lehetőség szerint a fenti mintavételi rendelkezésekkel összhangban kell az élelmiszerekből mintát venni. Amennyiben ez nem lehetséges, a kiskereskedelmi fázisban hatékony más mintavételi eljárás is alkalmazható, feltéve, hogy a minták kellőképpen reprezentatívak a mintavételezésre szánt tétel vonatkozásában.

5. A tétel vagy altétel előírásoknak való megfelelése

Az ellenőrző laboratórium megerősítés céljából kettős elemzésekkel megvizsgálja a laboratóriumi mintát azokban az esetekben, amelyekben az első vizsgálat során kapott eredmény a legmagasabb értéknél kevesebb, mint 20 %-kal alacsonyabb vagy magasabb, és ilyenkor kiszámolja az eredmények középértékét.

A tétel elfogadásra kerül, ha az első vizsgálat eredménye, illetve ahol kettős elemzésre van szükség, ott a középérték – figyelembe véve a mérési bizonytalanságot és a visszanyerési korrekciót – nem haladja meg a 466/2001/EK rendeletben rögzített legmagasabb vonatkozó értéket.

A tétel nem felel meg a 466/2001/EK rendeletben rögzített legmagasabb értéknek, ha az első vizsgálat eredménye, illetve ahol kettős elemzésre van szükség, ott a középérték – figyelembe véve a mérési bizonytalanságot és a visszanyerési korrekciót – kétséget kizáróan meghaladja a legmagasabb értéket.

⁽¹⁾ HL L 295., 2003.11.13., 57. o.

II. MELLÉKLET

ÉLELMISZEREK BENZO(A)PIRÉN-TARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSEKOR ALKALMAZOTT MINTAELOKÉSZÍTÉS ÉS A VIZSGÁLATI MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK**1. Óvintézkedések és általános megjegyzések az élelmiszerekből vett mintákban előforduló benzo(a)pirén jelenlétére vonatkozóan**

Alapkövetelmény reprezentatív és homogén laboratóriumi minta nyérése anélkül, hogy másodlagos szennyeződés történne.

A vizsgálatot végzőnek biztosítania kell, hogy a minta-előkészítés során a minták ne szennyeződjenek. A szennyeződés kockázatának csökkentése érdekében a tárolóedényeket használat előtt rendkívül tiszta acetonnal vagy hexánnal (p.a., HPLC vagy annak megfelelő) kell kiöblíteni. Amennyiben lehetséges, a mintával kapcsolatba kerülő műszert semleges hatású anyagból kell készíteni, például alumíniumból, üvegből vagy csiszolt rozsdamentes acélból. A polipropilénből, PTFE-ből stb. készült műanyagok használata kerülendő, mivel ezek az anyagok adszorbeálhatják a vizsgált komponenszt.

A laboratóriumban átvett valamennyi mintaanyagot fel kell használni a tesztanyag elkészítésére. Csak a rendkívül finoman homogenizált minták adnak reprodukálható eredményeket.

Számos megfelelő, egyedi minta-előkészítési módszer használható.

2. A laboratórium által átvett minta kezelése

Őröljük finomra (adott esetben) és alaposan keverjük össze az egész egyesített mintát egy bizonyítottan teljes homogenizációt eredményező eljárás alkalmazásával.

3. A minták felosztása megerősítési vagy védekezési célra

A homogenizált mintából megerősítési céljából, illetve szakmai (védekezési) és szakértői célokra párhuzamos mintákat kell venni, kivéve ha ez ellentétes a tagállamok mintavételi szabályaival.

4. A laboratóriumban alkalmazandó vizsgálati módszerek és a laboratóriumi ellenőrzésre vonatkozó követelmények**4.1. Fogalommeghatározások**

Az alábbiakban azok a leggyakrabban használt meghatározások szerepelnek, amelyeket a laboratóriumnak alkalmaznia kell:

r = ismételhetőség: az érték, amely alatt két egyedi, megismételhetőségi körülmények között (azaz ugyanazon minta, ugyanazon kezelőszemély, ugyanazon berendezés, ugyanazon laboratórium és a két teszt elvégzése között eltelt rövid idő) kapott teszteredmény közötti abszolút különbség várhatóan egy specifikus valószínűségen belülre (jellemzően 95 %) esik és így $r = 2.8 \times s_r$.

s_r = szórás: az ismételhetőségi körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani.

RSD_r = relatív szórás: az ismételhetőségi körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

R = reprodukálhatóság: az az érték, amely alatt két egyedi, reprodukálhatósági körülmények között (azaz különböző laboratóriumokban dolgozó kezelőszemélyek által vett azonos anyagon, standardizált vizsgálati módszer alkalmazásával) kapott teszteredmény közötti abszolút különbség várhatóan egy bizonyos valószínűségen belülre (jellemzően 95 %) esik; $R = 2.8 \times s_R$.

s_R = szórás: a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani.

RSD_R = relatív szórás a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, ahol $\bar{x}$ a képletben az összes laboratóriumban, illetve mintára kapott eredmények átlaga.

$HORRAT_r$ = a megfigyelt RSD_r elosztva a Horwitz-egyenlet alapján becsült RSD_r -értékkel (1), feltételezve, hogy $r = 0.66R$.

$HORRAT_R$ = a megfigyelt RSD_R -érték elosztva a Horwitz-egyenlet alapján becsült RSD_R -értékkel.

U = a kettes kiterjesztési tényezővel számított kiterjesztett bizonytalanság, ami kb. 95 %-os valószínűségi (konfidencia) szintnek felel meg.

4.2. Általános követelmények

Az élelmiszer-ellenőrzési célokra alkalmazott vizsgálati módszereknek meg kell felelniük a 85/591/EGK tanácsi irányelv mellékletének 1. és 2. pontjában ismertetett rendelkezéseknek.

4.3. Különleges követelmények

Ahol a benzo(a)pirén élelmiszerekben való előfordulásának meghatározására közösségi szinten nincs külön módszer előírva, a laboratóriumok bármilyen olyan jóváhagyott módszert választhatnak, amely a táblázatban előírt hatékonysági kritériumoknak megfelel. A validálásnak lehetőség szerint ki kell terjednie a hitelesített referenciaanyagra is.

TÁBLÁZAT

A benzo(a)pirén vizsgálati módszereire vonatkozó hatékonysági kritériumok

Paraméter	Érték/Megjegyzés
Alkalmazhatóság	A .../2005/EK rendeletben megadott élelmiszerek
Kimutatási határ	Legfeljebb 0,3 µg/kg
Meghatározási határ	Legfeljebb 0,9 µg/kg
Pontosság	HORRAT _r - vagy HORRAT _R -értékek 1,5-nél kisebbek a validálási körvizsgálat során
Visszanyerés	50 %–120 %
Specifikusság	Mátrix- vagy spektrális interferenciától mentes, pozitív kimutató beigazolódása

4.3.1. Hatékonysági kritériumok – A bizonytalansági funkció megközelítése

Azonban bizonytalansági megközelítést is lehet használni a laboratórium által alkalmazott vizsgálati módszer alkalmazásának felmérésére. A laboratórium olyan módszert alkalmazhat, amely a legmagasabb standardbizonytalanságon belüli eredményekkel szolgál. A legmagasabb standardbizonytalanságot a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

U_f a legmagasabb standardbizonytalanság

LOD a módszer kimutatási határa

C a mindenkori koncentráció

Amennyiben egy vizsgálati módszer a legmagasabb standardbizonytalanságnál kisebb mérési bizonytalanságot eredményez, a módszert ugyanúgy alkalmasnak lehet tekinteni, mint azon módszert, amely megfelel a táblázatban megadott hatékonysági követelményeknek.

4.4. A visszanyerés számítása és az eredmények közzététele

A vizsgálati eredményt a visszanyeréssel korrigálva vagy nem korrigálva kell megadni. A megadás módját és a visszanyerési mértéket fel kell tüntetni. A megfelelőség ellenőrzésére használják a visszanyeréssel korrigált vizsgálati eredményeket (lásd az I. melléklet 5. pontját).

A vizsgálatot végzőnek figyelembe kell vennie az IUPAC/ISO/AOAC támogatásával kidolgozott Harmonizált iránymutatások az analitikai mérések visszanyerési adatainak használatához című útmutatót (2).

A vizsgálati eredményt $x \pm U$ formában kell megadni, ahol x a vizsgálati eredmény, U pedig a mérési bizonytalanság.

4.5. A laboratóriumokra vonatkozó minőségi szabványok

A laboratóriumoknak meg kell felelniük a 93/99/EGK irányelvnek.

4.6. A vizsgálatra vonatkozó egyéb megfontolások

Jártassági vizsgálat

Részvétel az IUPAC/ISO/AOAC támogatásával kidolgozott, a (kémiai) analitikai laboratóriumok jártassági vizsgálatáról szóló nemzetközi harmonizált jegyzőkönyvnek (3) megfelelő jártassági vizsgálatokban.

Belső minőségellenőrzés

A laboratóriumoknak képesnek kell lenniük bizonyítani, hogy rendelkeznek belső minőségellenőrzési eljárásokkal. Ezekre tartalmaz példát a kémiai analitikai laboratóriumokban alkalmazott belső minőségellenőrzésről szóló ISO/AOAC/IUPAC iránymutatások (4) című kiadvány.

FORRÁSOK

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 (Also published in 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, 67A–76A.
-