Dette dokument er et dokumentationsredskab, og institutionerne påtager sig intet ansvar herfor

►**B**

KOMMISSIONENS DIREKTIV (EF) Nr. 2001/22

af 8. marts 2001

om prøveudtagnings- og analysemetoder til officiel kontrol af indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD i levnedsmidler

(EØS-relevant tekst)

(EFT L 77 af 16.3.2001, s. 14)

Ændret ved:

		Tidende		
		nr.	side	dato
►**M1**	Kommissionens beslutning 2001/873/EF af 4. december 2001	L 325	34	8.12.2001

▼B

KOMMISSIONENS DIREKTIV (EF) Nr. 2001/22

af 8. marts 2001

om prøveudtagnings- og analysemetoder til officiel kontrol af indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD i levnedsmidler

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 85/591/EØF af 20. december 1985 om indførelse af fælles prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af levnedsmidler ([1]), særlig artikel 1, og

ud fra følgende betragtninger:

(1) I henhold til Rådets forordning (EØF) nr. 315/93 af 8. februar 1993 om fællesskabsprocedurer for forurenende stoffer i levnedsmidler ([2]) skal der fastsættes grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i levnedsmidler for at beskytte folkesundheden.

(2) I Kommissionens forordning (EF) nr. 466/2001 af 8. marts 2001 om fastsættelse af grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i levnedsmidler ([3]) er der bl.a. fastsat grænseværdier for bly, cadmium, kviksølv og 3-monochlorpropan-1,2-diol (3-MCPD) i levnedsmidler, og der henvises deri til bestemmelserne om, hvilke prøveudtagnings- og analysemetoder der skal anvendes.

(3) Rådets direktiv 89/397/EØF af 14. juni 1989 om offentlig kontrol med levnedsmidler ([4]) indeholder de generelle principper for gennemførelse af kontrol med levnedsmidler. Ved Rådets direktiv 93/99/EØF af 29. oktober 1993 om supplerende bestemmelser vedrørende offentlig kontrol med levnedsmidler ([5]) er der indført en ordning med kvalitetsnormer for de laboratorier, som medlemsstaterne betror den officielle kontrol af levnedsmidler.

(4) Prøveudtagningen er afgørende for, at der kan opnås repræsentative resultater af bestemmelsen af indholdet af forurenende stoffer, som kan være uensartet fordelt i et parti.

(5) I direktiv 85/591/EØF er der fastsat generelle kriterier for prøveudtagnings- og analysemetoder, men det er i visse tilfælde nødvendigt med mere specifikke kriterier, for at det kan sikres, at de laboratorier, der står for kontrollen, anvender analysemetoder med samme grad af pålidelighed.

(6) Bestemmelserne om prøveudtagnings- og analysemetoder er blevet opstillet på grundlag af den nuværende viden, og de kan tilpasses på baggrund af udviklingen i den videnskabelige og teknologiske viden.

(7) De i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Levnedsmiddelkomité —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger for at sikre, at prøveudtagningen til officiel kontrol af indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD i levnedsmidler udføres efter de metoder, der er beskrevet i bilag I til dette direktiv.

([1]) EFT L 372 af 31.12.1985, s. 50.
([2]) EFT L 37 af 13.2.1993, s. 1.
([3]) Se side 1 i denne EFT.
([4]) EFT L 186 af 30.6.1989, s. 23.
([5]) EFT L 290 af 24.11.1993, s. 14.

▼B

Artikel 2

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger for at sikre, at prøveforberedelsen og de analysemetoder, der anvendes til officiel kontrol af indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD i levnedsmidler, opfylder kriterierne i bilag II til dette direktiv.

Artikel 3

Medlemsstaterne sætter de nødvendige love og administrative bestemmelser i kraft for at efterkomme dette direktiv senest den ►**M1** 5. april 2002 ◄. De underretter straks Kommissionen herom.

Disse love og bestemmelser skal ved vedtagelsen indeholde en henvisning til dette direktiv eller skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning. De nærmere regler for henvisningen fastsættes af medlemsstaterne.

Artikel 4

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

▼B

BILAG I

PRØVEUDTAGNINGS- OG ANALYSEMETODER TIL OFFICIEL KONTROL AF INDHOLDET AF BLY, CADMIUM, KVIKSØLV OG 3-MCPD I BESTEMTE LEVNEDSMIDLER

1. FORMÅL OG ANVENDELSESOMRÅDE

Prøver til officiel kontrol af indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD i levnedsmidler udtages efter de metoder, der er beskrevet nedenfor. De derved fremkomne samlede prøver betragtes som repræsentative for de partier eller delpartier, de er udtaget fra. På grundlag af det indhold, der er konstateret i laboratorieprøverne, fastslås det, om grænseværdierne i Kommissionens forordning (EF) nr. 466/2001 er overholdt.

2. DEFINITIONER

Parti:	En identificerbar mængde af et levnedsmiddel, der leveres på én gang, og hvorom det ved den officielle kontrol konstateres, at den har fælles kendetegn, såsom oprindelse, art, emballagetype, emballeringsvirksomhed, afsender eller mærker. I forbindelse med fisk skal også størrelsen være sammenlignelig.
Delparti:	Del af et stort parti, der udvælges med henblik på anvendelse af prøveudtagningsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk adskilt og identificerbart.
Enkeltprøve:	En prøvemængde, der udtages fra et enkelt sted i partiet eller delpartiet.
Samlet prøve:	Det prøvemateriale, der fremkommer ved, at man samler alle enkeltprøverne fra partiet eller delpartiet.
Laboratorieprøve:	Prøve til laboratoriets brug.

3. ALMINDELIGE BESTEMMELSER

3.1. **Personale**

Prøveudtagningen foretages af en kvalificeret person, som medlemsstaterne har udpeget.

3.2. **Materiale til prøveudtagning**

Prøveudtagningen af hvert parti, som skal undersøges, foregår separat.

3.3. **Forholdsregler**

Under prøveudtagningen og forberedelsen af laboratorieprøverne skal der træffes forholdsregler for at undgå ændringer, som kan påvirke indholdet af bly, cadmium, kviksølv og 3-MCPD, have uheldig indflydelse på analyseresultatet eller gøre de samlede prøver urepræsentative.

3.4. **Enkeltprøver**

Enkeltprøver udtages så vidt muligt forskellige steder i hele partiet eller delpartiet. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal registreres i det skema, der er nævnt i punkt 3.8.

3.5. **Forberedelse af den samlede prøve**

Den samlede prøve sammensættes ved, at alle enkeltprøverne samles. Den skal udgøre mindst 1 kg, medmindre det ikke lader sig gøre, f.eks. hvis prøven består af en enkelt pakning.

3.6. **Underopdeling af en samlet prøve til laboratorieprøver med henblik på håndhævelse og beskyttelse og til referenceformål**

Laboratorieprøverne, der udtages med henblik på håndhævelse af reglerne, til beskyttelse af handelen og til referenceformål, skal tages fra den homogeniserede samlede prøve, medmindre dette er i modstrid med medlemsstatens forskrifter for prøveudtagning. Laboratorieprøver til håndhævelse af reglerne skal have en størrelse, der er tilstrækkelig til, at der kan udføres mindst to analyser.

▼B

3.7. **Emballering og forsendelse af samlede prøver og laboratorieprøver**

Hver samlet prøve og hver laboratorieprøve skal anbringes i en ren beholder af inert materiale, der giver tilstrækkelig beskyttelse mod forurening, mod, at indersiden af beholderen absorberer analysander, og mod beskadigelse under forsendelse. Alle de nødvendige forholdsregler skal træffes for at undgå ændringer af den samlede prøves og laboratorieprøvens sammensætning, som kan opstå under transport eller opbevaring.

3.8. **Forsegling og mærkning af samlede prøver og laboratorieprøver**

Hver prøve, der udtages til officiel brug, skal forsegles på prøveudtagningsstedet og identificeres i henhold til medlemsstaternes forskrifter. Der skal udarbejdes et skema over hver enkelt prøveudtagning, således at hvert parti entydigt kan identificeres med angivelse af dato og sted for prøveudtagningen og yderligere oplysninger, som kan være til hjælp for laboratoriet.

4. PRØVEUDTAGNINGSPLANER

Prøverne skal helst udtages på det punkt, hvor det pågældende produkt bringes ind i fødekæden og et særskilt parti bliver identificerbart. Den anvendte prøveudtagningsmetode skal sikre, at den samlede prøve er repræsentativ for det parti, der skal kontrolleres.

4.1. **Antal enkeltprøver**

For så vidt angår flydende produkter, hvor det kan antages, at de forurenende stoffer er fordelt ensartet i et givet parti, er det tilstrækkeligt at udtage én enkeltprøve pr. parti, der udgør den samlede prøve. Der skal henvises til partiets nummer. Flydende produkter, der indeholder hydrolyseret vegetabilsk protein (HVP), eller flydende sojasovs rystes godt eller homogeniseres på anden relevant vis, inden enkeltprøven udtages.

Hvad angår andre produkter er mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet, angivet i tabel 1. Enkeltprøverne skal have samme vægt. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal registreres i det skema, der er nævnt i punkt 3.8.

Tabel 1: Mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet

Partiets vægt (kg)	Mindsteantal enkeltprøver, der skal udtages
< 50	3
50 til 500	5
> 500	10

Hvis partiet består af enkeltpakninger, skal der for at danne den samlede prøve udtages det antal pakninger, der er fastsat i tabel 2.

Tabel 2: Antal pakninger (enkeltprøver), der for at danne den samlede prøve skal udtages, hvis partiet består af enkeltpakninger

Antal pakninger eller enheder i partiet	Antal pakninger eller enheder, der skal udtages
1 til 25	1 pakning eller enhed
26 til 100	ca. 5 %, dog mindst 2 pakninger eller enheder
> 100	ca. 5 %, dog højst 10 pakninger eller enheder

5. PARTIETS ELLER DELPARTIETS OVERENSSTEMMELSE MED KRAVENE

Kontrollaboratoriet skal analysere laboratorieprøverne til håndhævelse af reglerne ved mindst to uafhængige analyser og beregne det gennemsnitlige resultat. Partiet godkendes, hvis middelværdien er i overensstemmelse med den pågældende grænseværdi, der er fastsat i forordning (EF) nr. 466/2001. Partiet afvises, hvis middelværdien overstiger den pågældende grænseværdi.

▼B

BILAG II

FORBEHANDLING AF PRØVER OG KRITERIER FOR ANALYSEMETODER, DER ANVENDES VED OFFICIEL KONTROL AF INDHOLDET AF BLY, CADMIUM, KVIKSØLV OG 3-MCPD I BESTEMTE LEVNEDSMIDLER

1. INDLEDNING

Det grundlæggende krav er, at der skal udtages en repræsentativ og ensartet laboratorieprøve uden at påføre sekundær forurening.

2. SÆRLIGE PROCEDURER FOR FORBEREDELSE AF PRØVER VEDRØRENDE BLY-, CADMIUM- OG KVIKSØLVANALYSER

Der findes mange tilfredsstillende særlige procedurer for prøveforberedelse, som kan anvendes i forbindelse med de pågældende produkter. De, der er beskrevet i udkastet til CEN-standarden »Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration«, er fundet tilstrækkelige([a]), men også andre kan have samme gyldighed.

Uanset hvilken procedure der anvendes, skal følgende tages i betragtning:

— Toskallede bløddyr, krebsdyr og små fisk: organerne skal indgå i det materiale, der skal analyseres, hvis dyrene normalt spises hele.

— Grøntsager: Kun den spiselige del testes, jf. kravene i forordning (EF) nr. 466/2001.

3. ANALYSEMETODE, DER SKAL ANVENDES AF LABORATORIET, OG KRAV TIL LABORATORIEKONTROL

3.1. **Definitioner**

Nogle af de mest almindeligt brugte definitioner, som laboratoriet skal anvende, er følgende:

r =	repeterbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem to individuelle prøveresultater, der er opnået under repeterbarhedsforhold (dvs. samme prøve, samme person, samme apparatur, samme laboratorium og kort tidsinterval), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %), og derfor er $r = 2{,}8 \times s_r$.
s_r =	standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold.
RSD_r =	Relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, hvor $\bar{x}$ er gennemsnittet af resultaterne for alle laboratorier og prøver.
R =	reproducerbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem de individuelle prøveresultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold (dvs. som er opnået af personer på forskellige laboratorier ved hjælp af den standardiserede testmetode med identisk materiale), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %); $R = 2{,}8 \times s_R$.
s_R =	standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold.
RSD_R =	relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.
$HORRAT_r$ =	den observerede RSD_r divideret med RSD_r-værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen, og hvor det antages, at $r = 0{,}66R$.
$HORRAT_R$ =	den observerede RSD_R divideret med RSD_R-værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen ([b]).

▼B

3.2. **Generelle krav**

Analysemetoder, der anvendes ved levnedsmiddelkontrol, skal så vidt muligt opfylde bestemmelserne i punkt 1 og 2 i bilaget til direktiv 85/591/EØF.

Hvad angår analyse af bly i vin er den metode, der skal anvendes, fastsat i kapitel 35 i bilaget til Kommissionens forordning (EØF) nr. 2676/90 om fastsættelse af fælles analysemetoder for vin [1].

3.3. **Specifikke krav**

3.3.1. *Bly-, cadmium- og kviksølvanalyser*

Der er ikke fastsat særlige metoder til bestemmelse af indholdet af bly, cadmium og kviksølv. Laboratorierne skal anvende en valideret metode, der opfylder kravene i tabel 3. Ved valideringen skal der om muligt inddrages certificeret referencemateriale i testmaterialerne til ringtesten.

Tabel 3: Krav til metoder til bly-, cadmium- og kviksølvanalyser

Parameter	Værdi/bemærkning
Anvendelsesområde	Levnedsmidler, der er omhandlet i forordning (EF) nr. 466/2001
Detektionsgrænse	Højst en tiendedel af værdien i specifikationen i forordning (EF) nr. 466/2001, medmindre værdien i specifikationen for bly er mindre end 0,1 mg/kg. I så fald er grænsen højst en femtedel af værdien i specifikationen.
Bestemmelsesgrænse	Højst en femtedel af værdien i specifikationen i forordning (EF) nr. 466/2001, medmindre værdien i specifikationen for bly er mindre end 0,1 mg/kg. I så fald er grænsen højst to femtedele af værdien i specifikationen.
Præcision	$HORRAT_r$ eller $HORRAT_R$-værdier på mindre end 1,5 i ringtesten
Genfindelse	80-120 % (som anført i ringtesten)
Specificitet	Uden matrix eller spektral interferens

3.3.2. *3-MCPD-analyse*

Der er ikke fastsat særlige metoder til bestemmelse af indholdet af 3-MCPD. Laboratorierne skal anvende en valideret metode, der opfylder kravene i tabel 4. Ved valideringen skal der om muligt inddrages certificeret referencemateriale i testmaterialerne til ringtesten. En særlig metode er blevet valideret ved ringtest og har vist sig at imødekomme kravene i tabel 4(c).

Tabel 4: Krav til metoder til 3-MCPD-analyser

Parameter	Anbefalet værdi	Koncentration
Feltblindprøver	Under detektionsgrænsen	—
Genfindelse	75-110 %	Alle
Bestemmelsesgrænse	10 µg/kg (eller derunder) i tørstof	—
Standardafvigelse fra feltblindprøvens signal	Under 4 µg/kg	—
Interne skøn over præcision — gentagne målingers standardafvigelse ved forskellige koncentrationer	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

[1] EFT L 272 af 3.10.1990, s. 1.

▼B

3.4. **Vurdering af den analytiske korrekthed og genfindelsesberegninger**

Når det er muligt foretages en vurdering af analysernes korrekthed ved at inddrage relevante certificerede referencematerialer i analyseserien.

Der skal tages hensyn til »Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement«([d]), der er udarbejdet i IUPAC/ISO/AOAC's regi.

Analyseresultatet skal rapporteres, korrigeret eller ikke korrigeret. Rapporteringsmetode og genfindelsesprocent skal angives.

3.5. **Laboratoriekvalitetsnormer**

Laboratorierne skal overholde direktiv 93/99/EØF.

3.6. **Angivelse af resultater**

Resultaterne skal angives i samme enheder som de grænseværdier, der er fastsat i forordning (EF) nr. 466/2000.

HENVISNINGER

([a]) Draft Standard prEN 13804, »Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations«, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.

([b]) W Horwitz, »Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs«, Anal. Chem., 1982, No. 54, 67A-76A.

([c]) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (foreligger også som »Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods«).

([d]) 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, No. 71, 337-348.