

## 591

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ZDROWIA<sup>1)</sup>

z dnia 27 kwietnia 2006 r.

**w sprawie metod pobierania próbek określonych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów zanieczyszczeń oraz przygotowywania próbek i wytycznych dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości tych zanieczyszczeń<sup>2)</sup>**

Na podstawie art. 9 ust. 4c ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia (Dz. U. z 2005 r. Nr 31, poz. 265 i Nr 178, poz. 1480) zarządza się, co następuje:

**§ 1. Rozporządzenie określa:**

- 1) metody pobierania oraz przygotowywania próbek określonych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów zanieczyszczeń<sup>3)</sup>;
- 2) wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości zanieczyszczeń.

§ 2. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-monochloropropano-1,2-diolu (3-MCPD) oraz przygotowywanie próbek

i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości tych zanieczyszczeń określa załącznik nr 1 do rozporządzenia.

§ 3. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości ochratoksyny A określa załącznik nr 2 do rozporządzenia.

§ 4. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyn oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości aflatoksyn określa załącznik nr 3 do rozporządzenia.

<sup>1)</sup> Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej — zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 31 października 2005 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. Nr 220, poz. 1901).

<sup>2)</sup> Rozporządzenie wdraża postanowienia:

1) w załączniku nr 1 do rozporządzenia:

- a) dyrektywy Komisji 2001/22/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, str. 14; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 26, str. 201),
- b) dyrektywy Komisji nr 2005/4/WE z dnia 19 stycznia 2005 r. zmieniającej dyrektywę 2001/22/WE ustanawiającą metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 19 z 21.01.2005, str. 50);

2) w załączniku nr 2 do rozporządzenia:

- a) dyrektywy Komisji 2002/26/WE z dnia 13 marca 2002 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002, str. 38, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 29, str. 280),
- b) dyrektywy Komisji 2004/43/WE z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE i dyrektywę 2002/26/WE w odniesieniu do metod pobierania próbek i metod analiz do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyny i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci (Dz. Urz. UE L 113 z 20.04.2004, str. 14; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 8, str. 311),
- c) dyrektywy Komisji 2005/5/WE z dnia 26 stycznia 2005 r. zmieniającej dyrektywę 2002/26/WE w odniesieniu do metod pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 27 z 29.01.2005, str. 38);

3) w załączniku nr 3 do rozporządzenia:

- a) dyrektywy Komisji 98/53/WE z dnia 16 lipca 1998 r. ustanawiającej metody pobierania próbek oraz metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów niektórych substancji zanieczyszczających w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 201 z 17.07.1998, str. 93, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 4, str. 50),
- b) dyrektywy Komisji 2002/27/WE z dnia 13 marca 2002 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/EC ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów niektórych substancji zanieczyszczających w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002, str. 44; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 35, str. 304),
- c) dyrektywy Komisji 2003/121/WE z dnia 15 grudnia 2003 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/EC ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów niektórych substancji zanieczyszczających w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 332 z 19.12.2003, str. 38; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 7, str. 682),
- d) dyrektywy Komisji 2004/43/WE z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE i dyrektywę 2002/26/WE w odniesieniu do metod pobierania próbek i metod analiz do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyny i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci (Dz. Urz. UE L 113 z 20.04.2004, str. 14; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 8, str. 311);

4) w załączniku nr 4 do rozporządzenia — dyrektywy Komisji 2003/78/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 203 z 12.08.2003, str. 40; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 31, str. 402);

§ 5. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości patuliny określa załącznik nr 4 do rozporządzenia.

§ 6. Metody pobierania próbek oraz kryteria wyboru metod analitycznych stosowanych w urzędowej kontroli zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych określa załącznik nr 5 do rozporządzenia.

§ 7. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do

oznaczania zawartości benzo[a]pirenu określa załącznik nr 6 do rozporządzenia.

§ 8. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów toksyn *Fusarium* (deoksyniwalenol, zearalenon, fumonizyny B<sub>1</sub> i B<sub>2</sub> i toksyny T-2 i HT-2) oraz przygotowywanie próbek i kryteria dla metod analizy stosowanych do oznaczania zawartości toksyn *Fusarium* określa załącznik nr 7 do rozporządzenia.

§ 9. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia, z wyjątkiem § 8, który wchodzi w życie z dniem 1 lipca 2006 r.<sup>4)</sup>

Minister Zdrowia: Z. Religa

- 5) w załączniku nr 5 do rozporządzenia — dyrektywy Komisji 2004/16/WE z dnia 12 lutego 2004 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów cyny w żywności konserwowanej (Dz. Urz. UE L 42 z 13.02.2004, str. 16; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 33, str. 82);
  - 6) w załączniku nr 6 do rozporządzenia — dyrektywy Komisji 2005/10/WE z dnia 4 lutego 2005 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 34 z 08.02.2005, str. 15);
  - 7) w załączniku nr 7 do rozporządzenia — dyrektywy Komisji 2005/38/WE z dnia 6 czerwca 2005 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów toksyn *Fusarium* w środkach spożywczych (Dz. Urz. UE L 143 z 07.06.2005, str. 18).
- 3) Najwyższe dopuszczalne poziomy zanieczyszczeń ołowiem, kadmem, rtęcią, cyną, 3-monochloropropano-1,2-diolem (3-MCPD), azotanami i azotynami, benzo[a]pirenem, histaminą, mikotoksynami: ochratoksyną A, aflatoksynami i patuliną oraz toksynami *Fusarium* (deoksyniwalenol, zearalenon, fumonizyny B<sub>1</sub> i B<sub>2</sub> i toksyna T-2 i HT-2) w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu żywności i w napojach alkoholowych, przeznaczonych do obrotu lub do produkcji innych środków spożywczych określają rozporządzenia Komisji (WE):
- 1) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 6, str. 64), zwane dalej „rozporządzeniem nr 466/2001”;
  - 2) nr 221/2002 z dnia 6 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 37 z 07.02.2002, str. 4; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 6, str. 487);
  - 3) nr 257/2002 z dnia 12 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 194/97 ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych oraz rozporządzenie (WE) nr 466/2001 ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 41 z 13.02.2002, str. 12; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 6, str. 490) — w odniesieniu do aflatoksyn;
  - 4) nr 472/2002 z dnia 12 marca 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002, str. 18; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 13, str. 9) — w odniesieniu do ochratoksyny A;
  - 5) nr 563/2002 z dnia 2 kwietnia 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 86 z 03.04.2002, str. 5; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 7, str. 25);
  - 6) nr 1425/2003 z dnia 11 sierpnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do patuliny (Dz. Urz. UE L 203 z 12.08.2003, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 7, str. 511);
  - 7) nr 2174/2003 z dnia 12 grudnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do aflatoksyn (Dz. Urz. UE L 326 z 13.12.2003, str. 12; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 7, str. 678);
  - 8) nr 242/2004 z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do cyny nieorganicznej w żywności (Dz. Urz. WE L 42 z 13.02.2004, str. 3);
  - 9) nr 455/2004 z dnia 11 marca 2004 r. zmieniające rozporządzenie 466/2001/WE w odniesieniu do patuliny (Dz. Urz. WE L 74 z 12.03.2004, str. 11; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 8, str. 213);
  - 10) nr 683/2004 z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w zakresie dotyczącym aflatoksyn i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci (Dz. Urz. WE L 106 z 15.04.2004, str. 3; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 15, t. 8, str. 306);
  - 11) nr 78/2005 z dnia 19 stycznia 2005 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w zakresie metali ciężkich (Dz. Urz. UE L 16 z 20.01.2005, str. 43);
  - 12) nr 208/2005 z dnia 4 lutego 2005 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych (Dz. Urz. UE L 34 z 08.02.2005, str. 3);
  - 13) nr 856/2005 z dnia 6 czerwca 2005 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do toksyn *Fusarium* (Dz. Urz. UE L 143 z 07.06.2005, str. 3);
  - 14) nr 1822/2005 z dnia 8 listopada 2005 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do azotanów w niektórych warzywach (Dz. Urz. UE L 293 z 09.11.2005, str. 11).
- 4) Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 30 kwietnia 2004 r. w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności (Dz. U Nr 120, poz. 1257 oraz z 2005 r. Nr 2, poz. 9), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia na podstawie art. 6 ustawy z dnia 28 lipca 2005 r. o zmianie ustawy o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia oraz niektórych innych ustaw (Dz. U. Nr 178, poz. 1480).

Załączniki do rozporządzenia Ministra Zdrowia  
z dnia 27 kwietnia 2006 r. (poz. 591)

**Załącznik nr 1****METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MONOCHLOROPROPANO-1,2-DIOLU (3-MCPD) ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI TYCH ZANIECZYSZCZEŃ****I. METODY POBIERANIA PRÓBEK ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MCPD****1. Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli zawartości ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych powinny być pobierane zgodnie z opisanymi poniżej zasadami. Otrzymane w ten sposób próbki zbiorcze uważa się za reprezentatywne dla partii lub części partii, z których zostały pobrane. Ocena zgodności partii z przyjętymi w rozporządzeniu nr 466/2001 maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami powinna być dokonana przez porównanie z wynikami uzyskanymi dla zbadanej próbki.

**2. Definicje**

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego, dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy, jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie. Dla ryb porównywalna musi być także ich wielkość.

**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.

**Jednostka losowania:** ilość wyrobu lub materiału, stanowiąca spójną całość i pobierana jednorazowo z jednego miejsca w celu utworzenia części próbki.

**Uwagi:**

1. Jednostka losowania może składać się z więcej niż jednej jednostki poddawanej badaniu, np. paczka ciastek, ale rezultatem jej badania jest jeden wynik.
2. Jednostką losowania może być pojedyncza jednostka wyrobu, para lub zbiór jednostek lub może to być określona ilość materiału, jak określona długość, objętość, masa. Jednostka losowania nie musi pokrywać się z jednostką handlową, dostawczą, produkcyjną lub wysyłkową.

**Próbka pierwotna:** ilość materiału pobrana z jednego miejsca partii lub części partii.

**Próbka zbiorcza:** próbka otrzymana przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub części partii.

**Próbka laboratoryjna:** próbka przeznaczona do badania laboratoryjnego.

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

Próbki powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

**3.2. Materiał**

Z każdej partii podlegającej badaniu należy pobrać odrębne próbki.

**3.3. Wymagane środki ostrożności**

W trakcie pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogą mieć wpływ na zawartość ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD, niekorzystnie oddziaływać na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki zbiorcze nie będą reprezentatywne.

**3.4. Próbki pierwotne**

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub części partii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt 3.8.

**3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej**

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie wszystkich próbek pierwotnych. Masa takiej próbki powinna wynosić co najmniej 1 kg, chyba że nie jest to uzasadnione ze względów praktycznych, np. gdy próbki pobierano z jednego opakowania.

**3.6. Dzielenie próbki zbiorczej na próbki laboratoryjne w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, na potrzeby obrotu handlowego i arbitrażu**

Próbki laboratoryjne pobrane w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, na potrzeby obrotu handlowego i arbitrażu wyodrębnia się z ujednolnionej próbki zbiorczej, jeżeli nie koliduje to z przepisami państw członkowskich Unii Europejskiej w zakresie pobierania próbek. Wielkość próbek laboratoryjnych pobranych w celu sprawdzenia zgodności z przepisami musi

umożliwiać przynajmniej dwukrotne wykonanie analizy.

### 3.7. Pakowanie i transport próbek zbiorczych i laboratoryjnych

Każdą próbkę zbiorczą lub laboratoryjną należy umieścić w czystym pojemniku wykonanym z chemicznie obojętnego materiału, zapewniającym odpowiednią ochronę przed zanieczyszczeniem, zabezpieczającym przed utratą analizowanych składników poprzez adsorpcję na wewnętrznej ścianie pojemnika oraz przed uszkodzeniem w czasie transportu. Należy podjąć wszelkie niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia zmian w składzie próbek zbiorczych i laboratoryjnych, jakie mogłyby wystąpić podczas transportu lub przechowywania.

### 3.8. Pieczętowanie i etykietowanie próbek zbiorczych i laboratoryjnych

Każdą próbkę przeznaczoną do urzędowej kontroli zamyka się i pieczętuje w miejscu pobrania próbek oraz etykietuje w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi regulacjami. Dla każdej pobranej próbki sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczny identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz ze wszystkimi informacjami istotnymi dla wykonania analizy.

**Uwaga:** Informacje na etykiecie powinny być zapisane w sposób trwały.

## 4. Plany pobierania próbek

Optymalnie pobieranie próbek powinno odbywać się w punkcie, w którym produkt jest wprowadzany do łańcucha żywieniowego i możliwa jest już identyfikacja poszczególnych partii. Należy stosować taką metodę pobierania próbek, która gwarantuje, że próbka zbiorcza jest reprezentatywna dla kontrolowanej partii.

### 4.1. Liczba próbek pierwotnych

W przypadku środków ciekłych, dla których można założyć równomierny rozkład zanieczyszczenia w partii, wystarczy pobrać z danej partii jedną próbkę pierwotną, która stanowi próbkę zbiorczą. Należy podać odnośnik do numeru partii. Produkty ciekłe zawierające hydrolizowane białko roślinne (HVP) lub płynny sos sojowy należy przed pobraniem próbki pierwotnej mocno wstrząsnąć lub ujednorodnić w inny odpowiedni sposób.

**Uwaga:** O ile nie ustalono inaczej, wszystkie środki spożywcze ciekłe z osadem, niejednorodne, należy przed pobraniem próbek starannie wymieszać.

W przypadku innych środków spożywczych minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z danej partii, powinna być zgodna z tabelą 1. Próbki pierwotne powinny mieć zbliżoną masę. Odstępstwo od tej procedury należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt 3.8.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych, jakie należy pobrać z partii

Masa partii (kg)	Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać
< 50	3
od 50 do 500	5
> 500	10

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

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki zbiorczej w przypadku, gdy partia składa się z pojedynczych opakowań

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba opakowań lub jednostek losowania, które należy pobrać
od 1 do 25	1 opakowanie lub jednostka losowania
od 26 do 100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki losowania
> 100	około 5 %, nie więcej niż 10 opakowań lub jednostek losowania

**Uwaga:** W przypadku opakowań o małej masie należy pobrać odpowiednio większą ich liczbę, tak aby masa próbki zbiorczej była wystarczająca do wykonania badań.

#### 4.2. Pobieranie próbek z obrotu

Pobieranie próbek środków spożywczych znajdujących się w obrocie powinno być zgodne, o ile to możliwe, z powyższymi zasadami. Jeżeli nie jest to możliwe, mogą zostać zastosowane inne obowiązujące procedury pobierania próbek z obrotu handlowego, pod warunkiem że zapewniają one reprezentatywność próbek dla badanej partii.

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

Laboratorium kontrolne bada próbkę laboratoryjną pobraną w celu sprawdzenia zgodności z przepisami rozporządzenia nr 466/2001, przeprowadzając co najmniej dwie niezależne analizy i obliczając średnią z uzyskanych wyników.

Partia zostaje przyjęta, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu określonego w rozporządzeniu nr 466/2001, przy uwzględnieniu rozszerzonej niepewności pomiaru oraz korekty o wartość odzysku, o którym mowa w „Raporcie Komisji Europejskiej na temat zależności pomiędzy wynikami analitycznymi, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku oraz ustaleniami w ustawodawstwie Unii Europejskiej w dziedzinie żywności”<sup>1)</sup>, zwanym dalej „raportem”.

Partia zostaje odrzucona, jeżeli nie ma wątpliwości, że średnia wartość uzyskanych wyników przekracza odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zanieczyszczenia, z uwzględnieniem rozszerzonej niepewności pomiaru oraz korekty o wartość odzysku. Niniejsze zasady interpretacji mają zastosowanie do wyników analitycznych uzyskanych dla próbek pobranych w ramach urzędowej kontroli.

## II. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTICZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MCPD

### 1. Wprowadzenie

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

### 2. Przygotowanie próbek

Istnieje wiele zadowalających specjalnych procedur przygotowania próbek, które można stosować w odniesieniu do środków spożywczych.

Za zadowalające uznano procedury opisane w normie PN-EN 13804:2003 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Kryteria spraw-

ności, zasady ogólne i przygotowywanie próbek, ale inne mogą być równie odpowiednie. Podczas przygotowania próbek należy zwrócić uwagę na następujące kwestie:

- 1) w przypadku warzyw bada się wyłącznie część jadalną;
- 2) dla mały, skorupiaków i małych ryb, jeżeli są spożywane w całości, w analizowanym materiale należy uwzględnić trzewia.

### 3. Metody analiz stosowane przez laboratorium i wymagania dotyczące ich kontroli w laboratorium

#### 3.1. Definicje

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

- $r$  — powtarzalność; wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ta sama metoda, to samo laboratorium, ten sam wykonawca, przy użyciu tego samego wyposażenia, w krótkich odstępach czasu)  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- $s_r$  — 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  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;
- $R$  — odtwarzalność; wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach odtwarzalności (tj. dla identycznego materiału, tą samą metodą, otrzymane w różnych laboratoriach, przez różnych wykonawców, przy użyciu różnego wyposażenia, w dłuższym przedziale czasu),  $R = 2,8 \times s_R$ ;
- $s_R$  — odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania uzyskanych

<sup>1)</sup> Raport Komisji Europejskiej na temat zależności pomiędzy wynikami analitycznymi, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku oraz ustaleniami w ustawodawstwie Unii Europejskiej w dziedzinie żywności (2004); Wydawnictwa Metodyczne Państwowego Zakładu Higieny, Warszawa, 2005.

	w spełnionych warunkach odtwarzalności;
RSD <sub>R</sub>	— względne odchylenie standardowe odtwarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności [ $(s_R/\bar{x}) \times 100$ ];
HORRAT <sub>r</sub>	— współczynnik HORRAT dla powtarzalności; uzyskane RSD <sub>r</sub> podzielone przez wartość RSD <sub>r</sub> oszacowaną na podstawie równania Horwita przy założeniu, że $r = 0,66 R$ ;
HORRAT <sub>R</sub>	— współczynnik HORRAT dla odtwarzalności; uzyskane RSD <sub>R</sub> podzielone przez wartość RSD <sub>R</sub> oszacowaną na podstawie równania Horwita [ $RSD_R = 2^{(1-\log C)}$ , gdzie C — stężenie wyrażone jako bezwymiarowy stosunek wagowy, np. 1 ppm = $1 \times 10^{-6}$ ];
Granica wykrywalności	— najmniejsza zmierzona zawartość oznaczanego składnika próbki, na podstawie której można wnioskować o obecności takiego składnika z wystarczającą pewnością statystyczną. Granica wykrywalności liczbowo odpowiada wartości trzech odchyłeń standardowych średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ( $n > 20$ );
Granica oznaczalności	— najmniejsza zawartość oznaczanego składnika próbki, która może być oznaczona ilościowo z wystarczającą pewnością statystyczną. Jeśli dokładność i precyzja są stałe w zakresie stężeń zbliżonych do granicy wykrywalności, granica oznaczalności liczbowo odpowiada wartości sześciu odchyłeń standardowych średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ( $n > 20$ );
Precyzja	— stopień zgodności pomiędzy niezależnymi wynikami badania otrzymanymi w określonych warunkach;
Specyficzność	— zdolność metody do dokładnego i specyficznego oznaczania danego składnika w obecności innych składników próbki w ustalonych warunkach badania;

Poprawność metody — stopień zgodności pomiędzy wartością średnią otrzymaną na podstawie dużej serii wyników badania i przyjętą wartością odniesienia.

### 3.2. Wymagania ogólne

1. Metody analizy powinny być sprawdzone w zakresie następujących kryteriów: specyficzność, dokładność (poprawność), precyzja (powtarzalność i odtwarzalność), granica wykrywalności, czułość, praktyczność, zakres stosowania oraz inne kryteria, które mogą być wybrane, o ile zajdzie taka potrzeba.

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

2. Dokładne wartości precyzji powinny być uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych prowadzonych zgodnie z międzynarodowym ujednoczonym protokołem dla badań biegłości laboratoriów analitycznych opracowanym przez Międzynarodową Organizację Normalizacyjną ISO/IUPAC/AOAC. Wartości powtarzalności i odtwarzalności należy wyrażać w formie ogólnie przyjętej (np. jako przedział ufności wyznaczony z prawdopodobieństwem 95 %).

Do oznaczania zawartości ołowiu w winie należy stosować metodę podaną w rozdziale 35 załącznika do rozporządzenia Komisji (EWG) nr 2676/90 z dnia 17 września 1990 r. określającego wspólnotowe metody analizy wina (Dz. Urz. WE L 272 z 03.10.1990, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 10, str. 192).

### 3.3. Wymagania szczegółowe

#### 3.3.1. Analiza ołowiu, kadmu i rtęci

Nie podano określonych metod oznaczania zawartości ołowiu, kadmu i rtęci. Laboratoria powinny stosować metody zwalidowane, jeśli to możliwe, z procesem walidacji opartym na analizie certyfikowanego materiału odniesienia w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych.

Laboratoria powinny stosować metody spełniające kryteria wyboru podane w tabeli 3.

<sup>2)</sup> W. Horwitz „Ocena metod analitycznych dla celów uregulowań dotyczących żywności i leków”, Anal. Chem., 1982, 54, 67A—76A.

Tabela 3

Kryteria wyboru dotyczące metod analiz ołowiu, kadmu i rtęci

Parametr charakterystyki	Wartość/uwagi
Zakres stosowania	Środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu nr 466/2001
Granica wykrywalności	Nie więcej niż jedna dziesiąta dopuszczalnej wartości określonej w rozporządzeniu nr 466/2001, chyba że wartość dopuszczalna dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym przypadku — nie więcej niż jedna piąta wartości dopuszczalnej
Granica oznaczalności	Nie więcej niż jedna piąta dopuszczalnej wartości określonej w rozporządzeniu nr 466/2001, chyba że wartość dopuszczalna dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym przypadku — nie więcej niż dwie piąte wartości dopuszczalnej
Precyzja	Wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_{Rr}$ uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych w celu walidacji, powinny być poniżej 1,5
Odzysk w %	80—120 (jak określono w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych)
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych

**3.3.2. Analiza 3-MCPD**

Nie podano określonych metod oznaczania zawartości 3-MCPD. Laboratoria powinny stosować metody zwalidowane, jeśli to możliwe, z procesem walidacji opartym na analizie certyfikowanego

materiału odniesienia w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych.

Laboratoria powinny stosować metody spełniające kryteria wyboru podane w tabeli 4.

Tabela 4

Kryteria wyboru dotyczące metod analizy 3-MCPD

Parametr charakterystyki	Zalecana wartość	Stężenie
Próby ślepe	poniżej granicy wykrywalności	—
Odzysk	75—110 %	w całym zakresie stężeń
Granica oznaczalności	10 (lub mniej) $\mu\text{g}/\text{kg}$ suchej masy	—
Odchylenie standardowe sygnału dla próby ślepej	poniżej 4 $\mu\text{g}/\text{kg}$	—
Wewnątrzlaboratoryjne oszacowanie precyzji — odchylenie standardowe pomiarów powtarzanych przy różnych stężeniach	< 4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ < 6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ < 7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ < 8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ < 15 $\mu\text{g}/\text{kg}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 40 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$

**3.3.3. Kryteria sprawności — niepewność metody jako kryterium jej wyboru**

Do oceny przydatności danej metody analitycznej do zastosowania w laboratorium może być również wykorzystana

niepewność pomiaru. Metoda stosowana w laboratorium powinna umożliwić otrzymywanie wyników mieszczących się w zakresie maksymalnej niepewności standardowej.

Maksymalną niepewność standardową oblicza się według następującego wzoru:

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

gdzie:

- U<sub>f</sub>** — maksymalna niepewność standardowa,  
**LOD** — granica wykrywalności metody,  
**C** — stężenie badane,  
**α** — współczynnik liczbowy zależny od wartości C; wartości α podane są w poniższej tabeli:

C (µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51—500	0,18
501—1 000	0,15
1 001—10 000	0,12
≥ 10 000	0,1

Jeżeli metoda analityczna zapewnia utrzymanie wyników z niepewnością pomiarów niższą od maksymalnej niepewności standardowej, będzie ona tak samo odpowiednia jak metoda, która spełnia kryteria podane w tabelach 3 i 4.

#### 3.4. Ocena poprawności analitycznej, obliczanie odzysku oraz przedstawianie wyników

Jeśli jest to możliwe, poprawność analizy ocenia się poprzez włączenie do serii pomiarów

odpowiednich certyfikowanych materiałów odniesienia.

Wynik analizy podaje się w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej o wartość odzysku. Należy przedstawić sposób podawania wyników oraz wartość odzysku. Analityk powinien brać pod uwagę raport.

Wynik analizy powinien być podany w postaci  $x \pm U$ , gdzie:

- x** — wynik analizy,  
**U** — niepewność pomiaru (niepewność rozszerzona, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia 2, co daje przedział ufności około 95 %).

#### 3.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 3.6. Sposób wyrażania wyników

Wyniki podaje się w takich samych jednostkach, w jakich wyrażono maksymalne dopuszczalne poziomy określone w rozporządzeniu nr 466/2001.

### Załącznik nr 2

## METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRÓDKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OCHRATOKSYNY A ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OCHRATOKSYNY A

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRÓDKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OCHRATOKSYNY A

#### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu ochratoksyny A w środkach spożywczych powinny być pobierane według niżej podanych zasad. Próbką zbiorczą otrzymana w niżej podany sposób powinna być w pełni reprezentatywna dla partii. Ocena zgodności z przyjętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami w rozporządzeniu nr 466/2001 powinna być dokonana przez porównanie z wynikami uzyskanymi dla zbadanej próbki.

#### 2. Definicje

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczonego w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie,

odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie.

**Podpartia:**

określona część partii umożliwiającej zastosowanie metody oddzielnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.

**Próbka pierwotna:**

ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

**Próbka zbiorcza:**

połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

#### 3. Zasady ogólne

##### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez upoważniony personel.



**3.2. Pobieranie próbek**

Próbki z każdej partii muszą być pobierane oddzielnie. Zgodnie z podanymi zasadami duże partie powinny być podzielone na podpartie, z których próbki należy pobierać oddzielnie.

**3.3. Środki ostrożności**

W czasie pobierania i przygotowania próbek należy przedsięwziąć wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia działań, które mogą mieć wpływ na zawartość ochratoksyny A lub niekorzystnie oddziaływać na przebieg analizy bądź spowodować, że próbka zbiorcza nie będzie reprezentatywna.

**3.4. Próbki pierwotne**

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub podpartii, obejmujących całość. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

**3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej**

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie próbek pierwotnych.

**3.6. Kontrpróbki**

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki.

**3.7. Opakowanie i transport próbek**

Każda próbka powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas transportu. Należy zachować wszelkie środki ostrożności, aby uniknąć jakiegokolwiek zmiany składu próbki podczas transportu lub przechowywania.

**3.8. Plombowanie i oznaczenie próbek**

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznakowana w sposób umożliwiający jej identyfikację, zgodnie z obowiązującymi zasadami.

Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane w celu umożliwienia jednoznacznego zidentyfikowania każdej partii towaru; powinny one zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

**4. Zasady szczegółowe****4.1. Różne rodzaje partii**

Środki spożywcze mogą znajdować się w obrocie luzem, w kontenerach lub opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.). Zasady pobierania próbek mogą być zastosowane w przypadku wszystkich form, w jakich środki spożywcze są wprowadzane do obrotu.

Nie naruszając zasad podanych w pkt 4.3, 4.4 i 4.5, można użyć następującego wzoru jako wytycznej dla pobierania próbek z partii w opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.).

Częstotliwość pobierania próbki (SF)

$$SF = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

gdzie:

— masa: wyrażona w kg,

— częstotliwość pobierania próbek (SF): każdy n-ty worek lub torba, z której musi być pobrana próbka pierwotna (cyfry dziesiętne powinny być zaokrąglone do najbliższej liczby całkowitej).

**4.2. Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 100 g, chyba że podano inaczej. W przypadku partii w opakowaniach detalicznych masa próbki jest zależna od masy opakowania detalicznego.

**4.3. Ogólne zasady pobierania próbek dla zbóż, suszonych owoców winogron i kawy palonej**

Tabela 1

Podział partii na podpartie w zależności od środka spożywczego i masy partii

Produkt	Masa partii (tony)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (kg)
Zboża i produkty zbożowe	≥ 1 500	500 ton	100	10
	> 300 i < 1 500	3 podpartie	100	10
	≥ 50 i ≤ 300	100 ton	100	10
	< 50		3—100 <sup>(*)</sup>	1—10
Suszone owoce winogron (koryntki, rodzyunki i sułtanki)	≥ 15	15—30 ton	100	10
	< 15	—	10—100 <sup>(**)</sup>	1—10
Palone ziarna kawy, mielona kawa palona i kawa rozpuszczalna	≥ 15	15—30 ton	100	10
	< 15	—	10—100 <sup>(**)</sup>	1—10

(\*) Zależnie od masy partii — patrz: tabela 2  
(\*\*) Zależnie od masy partii — patrz: tabela 3

4.4. Procedury pobierania próbek dla zbóż i produktów zbożowych (partie  $\geq 50$  ton) oraz dla palonych ziaren kawy, mielonej kawy palonej, kawy rozpuszczalnej i suszonych owoców winogron (partie  $\geq 15$  ton)

4.4.1. Jeżeli podpartie mogą być fizycznie rozdzielone, to każda partia musi zostać podzielona na podpartie zgodnie z tabelą 1 w pkt 4.3. Biorąc pod uwagę, że masa partii nie zawsze jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może różnić się od podanej w tabeli masy o maksimum 20 %.

4.4.2. Próbkę muszą być pobierane z każdej podpartii oddzielnie.

4.4.3. Liczba próbek pierwotnych wynosi 100.

4.4.4. Masa próbki zbiorczej = 10 kg.

4.4.5. Jeśli nie jest możliwe zastosowanie opisanej wyżej metody pobierania próbek z uwagi na konsekwencje handlowe wynikające z uszkodzenia partii (spowodowanego rodzajem opakowania, środkami transportu itp.), może zostać zastosowa-

na alternatywna metoda pobierania próbek, pod warunkiem że jest możliwie jak najbardziej reprezentatywna i została w pełni opisana i udokumentowana.

4.5. Procedury pobierania próbek dla zbóż i produktów zbożowych (partie  $< 50$  ton) oraz dla palonych ziaren kawy, mielonej kawy palonej, kawy rozpuszczalnej i suszonych owoców winogron (partie  $< 15$  ton)

Dla partii zbóż poniżej 50 ton oraz dla partii palonych ziaren kawy, mielonej kawy palonej, kawy rozpuszczalnej oraz suszonych owoców winogron poniżej 15 ton stosuje się plan pobierania próbek w ilości 10—100 próbek pierwotnych w zależności od masy próbki i otrzymuje się próbkę zbiorczą 1—10 kg. Dla bardzo małych partii ( $\leq 0,5$  ton) zbóż i produktów zbożowych możliwe jest pobranie mniejszej liczby próbek pierwotnych, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej także i w tym przypadku powinna wynosić przynajmniej 1 kg.

Wartości podane w tabelach 2 i 3 mogą zostać wykorzystane do określenia liczby próbek pierwotnych.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych w zależności od masy partii zbóż i produktów zbożowych

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 0,05$	3
$> 0,05$ i $\leq 0,5$	5
$> 0,5$ i $\leq 1$	10
$> 1$ i $\leq 3$	20
$> 3$ i $\leq 10$	40
$> 10$ i $\leq 20$	60
$> 20$ i $\leq 50$	100

Tabela 3

Liczba próbek pierwotnych w zależności od masy partii palonych ziaren kawy, kawy mielonej palonej, kawy rozpuszczalnej i suszonych owoców winogron

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 0,1$	10
$> 0,1$ i $\leq 0,2$	15
$> 0,2$ i $\leq 0,5$	20
$> 0,5$ i $\leq 1,0$	30
$> 1,0$ i $\leq 2,0$	40
$> 2,0$ i $\leq 5,0$	60
$> 5,0$ i $\leq 10,0$	80
$> 10,0$ i $\leq 15,0$	100

4.6. Pobieranie próbek żywności przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci  
Należy stosować zasady pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych podane w pkt 4.5.

Oznacza to, że liczba próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, wynosi od co najmniej 10 do nie więcej niż 100, tak jak podano w tabeli 2:

- masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 100 gramów. W przypadku partii w opakowaniach detalicznych masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania detalicznego,
- masa próbki zbiorczej — 1 do 10 kg, wystarczająco wymieszanej.

4.7. Zasady pobierania próbek wina i soku winogronowego

Masa próbki zbiorczej wynosi przynajmniej 1 kg, chyba że nie jest to możliwe ze względu na rodzaj opakowań towaru w partii (np. gdy próbka składa się z jednej butelki).

Minimalną liczbę próbek do pobrania z partii określa tabela 4. Liczba próbek jest zależna od postaci, w której dane produkty są zazwyczaj wprowadzane do obrotu. W przypadku produktów płynnych przewożonych luzem, dana partia jest wymieszana tak dokładnie, jak jest to możliwe bez uszczerbku dla jakości danego produktu, ręcznie lub mechanicznie bezpośrednio przed pobraniem próbek. W tym przypadku przyjmuje się, że rozmieszczenie ochratoksyny A wewnątrz danej partii jest jednorodne.

Z tego względu wystarczy pobrać trzy próbki pierwotne z partii, by otrzymać próbkę zbiorczą. Masa próbek pierwotnych, składających się na ogół z butelki lub opakowania zbiorczego, jest podobna.

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić przynajmniej 100 gramów, tak aby masa próbki zbiorczej wynosiła przynajmniej 1 kg. Odstępstwo od tej procedury musi być rejestrowane zgodnie z zapisem pkt 3.8.

Tabela 4

Minimalna liczba próbek do pobrania z partii

Forma wprowadzenia do obrotu	Masa partii (w litrach)	Minimalna liczba próbek do pobrania
Luzem (sok winogronowy, wino)	...	3
Butelki/opakowania sok winogronowy	≤ 50	3
Butelki/opakowania sok winogronowy	50 do 500	5
Butelki/opakowania sok winogronowy	> 500	10
Butelki/opakowania wino	≤ 50	1
Butelki/opakowania wino	50 do 500	2
Butelki/opakowania wino	> 500	3

4.8. Pobieranie próbek z obrotu

Pobieranie próbek z obrotu należy wykonać, o ile to możliwe, zgodnie z zasadami podanymi powyżej. Jeżeli nie jest to możliwe, można zastosować inne, wydajne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, zapewniając odpowiednią reprezentatywność dla ocenianej partii.

2) nie może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

## II. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OCHRATOKSYNY A

### 5. Dopuszczenie partii lub podpartii

1) może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

### 1. Uwaga

Rozkład ochratoksyny A jest niejednorodny, próbki powinny być przygotowywane, a zwłaszcza homogenizowane, ze szczególną ostrożnością.

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

## 2. Przygotowanie próbki do dostarczenia do laboratorium

Próbki należy drobno zemleć i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

W przypadku gdy maksymalne poziomy dotyczą suchej masy, oznacza się ją w części zhomogenizowanej próbki, stosując procedurę, która zapewni dokładne oznaczenie suchej masy.

## 3. Podział próbek w celu potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki, zgodnie z zasadami dotyczącymi pobierania próbek.

## 4. Metody analiz używane w laboratorium i wymagania dla laboratorium

### 4.1. Definicje

Poniżej podano niektóre z częściej stosowanych w laboratorium definicji.

Najczęściej używane dotyczą parametrów dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność.

- r** — powtarzalność; wartość, poniżej której powinna znajdować się różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- s<sub>r</sub>** — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności;

**RSD<sub>r</sub>** — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności  $[(s/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

**R** — odtwarzalność; wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

**s<sub>R</sub>** — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

**RSD<sub>R</sub>** — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

### 4.3. Wymagania szczegółowe

Jeżeli nie podano określonych metod oznaczania poziomów ochratoksyny A w środkach spożywczych, laboratoria mogą wybrać każdą metodę spełniającą następujące kryteria:

### Charakterystyka metody dla ochratoksyny A

Poziom (µg/kg)	Ochratoksyna A		
	RSD <sub>r</sub> (%)	RSD <sub>R</sub> (%)	odzysk (%)
< 1	≥ 40	≥ 60	50 do 120
1—10	≥ 20	≥ 30	70 do 110

- Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia,
- Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

- RSD<sub>R</sub> jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ,
- C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1 000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy wyłącznie od stężenia.

- 4.4. Obliczenie odzysku i podawanie wyniku  
Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności (patrz pkt 5). Wynik analizy powinien być podawany jako  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analizy, a  $U$  jest niepewnością pomiaru, przy zastosowaniu

współczynnika 2 dla poziomu ufności około 95 %.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulacjami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

### Załącznik nr 3

## METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW AFLATOKSYN ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI AFLATOKSYN

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW AFLATOKSYN

#### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu aflatoksyn w środkach spożywczych powinny być pobierane zgodnie z podanymi niżej zasadami. Tak uzyskane próbki zbiorcze powinny być traktowane jako reprezentatywne dla partii.

Badania w kierunku zgodności z przyjętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami podanymi w rozporządzeniu nr 466/2001 powinny być wykonywane w próbkach laboratoryjnych uzyskanych w sposób podany poniżej.

#### 2. Definicje

Partia:	możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczonego w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie.
Podpartia:	określona część partii umożliwiająca zastosowanie metody osobnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.
Próbka pierwotna:	ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

Próbka zbiorcza: połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

Próbka laboratoryjna: próbka przeznaczona do badania w laboratorium.

#### 3. Zasady ogólne

##### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez wykwalifikowany personel, zgodnie z przyjętymi ustaleniami.

##### 3.2. Pobieranie materiału

Próbki z każdej partii muszą być pobierane osobno. Zgodnie z zasadami podanymi w pkt 5 duże partie powinny być podzielone na podpartie, z których próbki powinny być również pobierane osobno.

##### 3.3. Środki ostrożności

W czasie pobierania i przygotowania próbek laboratoryjnych muszą być przestrzegane wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia czynności, które mogą mieć wpływ na zawartość aflatoksyn lub niekorzystnie oddziaływać na oznaczenie analityczne bądź spowodować niereprezentatywność próbki zbiorczej.

##### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc obejmujących całą partię lub podpartię. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej i próbki laboratoryjnej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie próbek pierwotnych. Po wymieszaniu próbka zbiorcza musi być podzielona na próbki laboratoryjne zgodnie z zasadami podanymi w pkt 5.

Dla zapewnienia reprezentatywności próbki dla partii lub podpartii niezbędne jest jej wymieszanie.

### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrazu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane z homogenizowanej próbki laboratoryjnej zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami.

### 3.7. Opakowywanie i transport próbek laboratoryjnych

Każda próbka laboratoryjna powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas transportu. Dla uniknięcia jakiegokolwiek zmiany składu próbki laboratoryjnej podczas transportu lub przechowywania należy zachować wszelką ostrożność.

### 3.8. Plombowanie i etykietowanie próbek laboratoryjnych

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznaczona w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi zasadami. Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane tak, aby można było jednoznacznie zidentyfikować każdą partię towaru; powinny zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami istotnymi dla wykonania analizy.

## 4. Zasady dodatkowe

4.1. Partie w zależności od rodzaju opakowań Środki spożywcze mogą być w obrocie handlowym luzem, w kontenerach lub opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.). Zasady pobierania próbek mogą być zastosowane do wszystkich różnorodnych form, w jakich artykuły są wprowadzane do obrotu.

Bez naruszenia zasad podanych w pkt 5, następujący wzór może być użyty jako wytyczne dla pobierania próbek z partii towaru w opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.):

$$SF = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

gdzie:

- masa wyrażona w kg,
- SF — częstotliwość pobierania próbek: każdy n-ty worek lub torba, z której musi być pobrana próbka pierwotna (cyfry dziesiętne powinny być zaokrąglone do najbliższej liczby całkowitej).

### 4.2. Masa próbki pierwotnej

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 300 g, chyba że pkt 5 podaje inaczej oraz z wyjątkiem przypraw, dla których masa próbki pierwotnej wynosi około 100 g. W przypadku partii towaru w opakowaniach detalicznych masa próbki jest zależna od masy opakowania detalicznego.

### 4.3. Liczba próbek pierwotnych dla partii mniejszych niż 15 ton

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, zależy od masy partii i wynosi nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100, chyba że podano inaczej w pkt 5. Liczbę próbek pierwotnych podaje tabela 1.

Tabela 1

Liczba pobieranych próbek pierwotnych w zależności od masy partii

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
≤ 0,1	10
> 0,1 i ≤ 0,2	15
> 0,2 i ≤ 0,5	20
> 0,5 i ≤ 1,0	30
> 1,0 i ≤ 2,0	40
> 2,0 i ≤ 5,0	60
> 5,0 i ≤ 10,0	80
> 10,0 i ≤ 15,0	100

## 5. Zasady szczegółowe

5.1. Ogólny opis zasad pobierania próbek orzechów ziemnych, orzechów, owoców suszonych, przypraw i zboża  
Ogólne zasady podaje tabela 2.

Tabela 2

Zasady podziału partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (tony)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (kg)
Figi suszone i inne owoce suszone	$\geq 15$	15—30 ton	100	30
	$< 15$	—	10—100*	$\leq 30$
Orzechy arachidowe, pistacje, orzechy brazylijskie i inne orzechy	$\geq 500$	100 ton	100	30
	$> 125$ i $< 500$	5 podpartii	100	30
	$\geq 15$ i $\leq 125$	25 ton	100	30
	$< 15$	—	10—100*	$\leq 30$
Zboża	$\geq 1\,500$	500 ton	100	30
	$> 300$ i $< 1\,500$	3 podpartie	100	<b>30</b>
	$\geq 50$ i $\leq 300$	100 ton	100	<b>30</b>
	$< 50$	—	10—100*	1—10
Przyprawy	$\geq 15$	25 ton	100	10
	$< 15$	—	10—100*	1—10

\* W zależności od masy partii towaru — patrz pkt 4.3 lub 5.3.

## 5.2. Orzechy ziemne, pistacje, orzechy brazylijskie

### Suszone figi

### Zboże (partie $\geq 50$ ton), przyprawy

#### 5.2.1. Zasady pobierania próbek

- Jeżeli podpartia może być wyodrębniona fizycznie, to każda partia musi być podzielona na podpartie, zgodnie z tabelą 2. Nie zawsze można podzielić partię ściśle według podanych wskazań (masy podpartii mogą nie być wielokrotnościami masy partii), wtedy masa podpartii może przekraczać wymienioną wartość o 20 %.
- Z każdej podpartii próbki muszą być pobrane osobno.
- Liczba próbek pierwotnych powinna wynosić 100. W przypadku partii towaru o masie mniejszej niż 15 ton liczba próbek pierwotnych jest zależna od masy partii i wynosi nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100 (patrz pkt 4.3).
- Próbka zbiorcza o masie 30 kg musi być wymieszana i podzielona przed rozdrobnieniem na trzy równe próbki laboratoryjne o masie 10 kg (podział na 3 próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku orzechów ziemnych, orzechów i owoców suszonych oraz kukurydzy przeznaczonych do dalszego sortowania lub innych zabiegów fizycznych mających na celu ob-

niżenie zawartości aflatoksyn, wymaga to jednak wyposażenia umożliwiającego homogenizację 30 kg próbki). Jeżeli próbka zbiorcza waży mniej niż 10 kg, nie ma potrzeby dzielenia jej na 3 próbki laboratoryjne.

5. Próbka laboratoryjna: próbka powstała z podzielenia próbki zbiorczej o masie 10 kg (każda z próbek laboratoryjnych musi być drobno rozdrobniona i dokładnie wymieszana dla uzyskania homogenności).

6. Jeżeli pobranie próbek według powyższych wskazań jest niemożliwe z powodu handlowych konsekwencji zniszczenia partii (np. użyte opakowanie lub środek transportu), może być zastosowana inna metoda pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona tak reprezentatywna jak to możliwe oraz w pełni opisana i udokumentowana.

#### 5.2.2. Ocena partii lub podpartii

1. Orzechy ziemne, orzechy, owoce suszone i kukurydza przeznaczone do sortowania lub innych zabiegów fizycznych mających na celu obniżenie zawartości aflatoksyn oraz przyprawy:

- partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej lub średniej z próbek laboratoryjnych są zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

2) nie może być wprowadzona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej lub średniej z próbek laboratoryjnych przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

2. Orzechy ziemne, orzechy, suszone owoce i zboża przeznaczone bezpośrednio do konsumpcji oraz zboża, z wyłączeniem kukurydzy, przeznaczone do sortowania lub innych zabiegów fizycznych:

1) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania każdej z próbek laboratoryjnych są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

2) nie może być wprowadzona do obrotu, jeżeli wyniki badania co najmniej jednej z próbek laboratoryjnych przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

3) próbki zbiorcze o masie mniejszej niż 10 kg:

a) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami, po

uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku,

b) nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

5.3. Orzechy inne niż orzechy ziemne, pistacje i orzechy brazylijskie  
Owoce suszone inne niż figi  
Zboże (partie o masie  $\leq 50$  ton)

5.3.1. Zasady pobierania próbek

Dla tych produktów mogą być stosowane zasady podane w pkt 5.2.1. Biorąc pod uwagę niewielką liczbę przypadków zanieczyszczenia wymienionych produktów i/lub nowe formy opakowań, w których produkty mogą być w obrocie handlowym, dopuszcza się prostsze metody pobierania próbek.

Dla partii zbóż mniejszych niż 50 ton może być stosowany plan pobierania próbek polegający na pobraniu od 10 do 100 próbek pierwotnych, każda o masie 100 g, składających się na próbkę zbiorczą o masie od 1 do 10 kg. Liczbę próbek pierwotnych w zależności od masy partii podaje tabela 3.

Tabela 3

Liczba pobieranych próbek pierwotnych zboża w zależności od masy partii

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 1$	10
$\triangleright 1 \leq 3$	20
$\triangleright 3 \leq 10$	40
$> 10 \leq 20$	60
$> 20 \leq 50$	100

5.3.2. Ocena partii lub podpartii  
Patrz pkt 5.2.2.

#### 5.4. Mleko

5.4.1. Zasady pobierania próbek

Zgodnie z obowiązującymi zasadami, przy czym:

- 1) liczba próbek pierwotnych nie mniej niż 5;
- 2) masa próbki zbiorczej nie mniej niż 0,5 kg lub 0,5 l.

5.4.2. Ocena partii lub podpartii

1. Partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są

zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

2. Partia nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

5.5. Przetwory, produkty złożone

5.5.1. Produkty mleczne

5.5.1.1. Zasady pobierania próbek

Zgodnie z obowiązującymi zasadami, przy czym liczba próbek pierwotnych nie mniej niż 5.



#### 5.5.1.2. Ocena partii lub podpartii

1. Partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.
2. Partia nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

5.5.2. Inne przetwory, zawierające bardzo małe cząstki, np. mąka, pasta z fig, masło orzechowe z orzechów ziemnych (zanieczyszczenie aflatoksynami ma rozkład jednorodny)

#### 5.5.2.1. Zasady pobierania próbek

1. Liczba próbek pierwotnych powinna wynosić 100. Dla partii o masie poniżej 50 ton liczba próbek pierwotnych powinna być pomiędzy 10 a 100, w zależności od masy partii (patrz tabela 3).
2. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić ok. 100 g. W przypadku gdy partia składa się z opakowań detalicznych, masa próbki pierwotnej jest zależna od masy opakowania detalicznego.

#### 5.5.2.2. Liczba próbek

1. Liczba próbek zbiorczych, jaką należy pobrać, zależy od masy partii. Podział dużych partii na podpartie powinien być dokonany zgodnie z zasadami podanymi dla zboża w pkt 5.1 w tabeli 2.
2. Dla każdej podpartii próbki muszą być pobrane osobno.

#### 5.5.2.3. Ocena partii lub podpartii

1. Może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.
2. Nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

5.6. Inne przetwory, zawierające duże cząstki (zanieczyszczenie aflatoksynami ma rozkład niejednorodny)

Zasady pobierania próbek i dopuszczenia do spożycia lub przetwórstwa są takie same, jak podano w pkt 5.2 i 5.3 dla surowców rolnych.

5.7. Żywność przeznaczona dla niemowląt i małych dzieci

5.7.1. Należy stosować zasady pobierania próbek takie jak dla mleka i produktów z niego otrzymanych oraz produktów złożonych, jak podano w pkt 5.4, 5.5 i 5.6.

#### 5.7.2. Dopuszczenie partii:

- 1) partia może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi maksymalnymi poziomami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;
- 2) partia nie może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

## 6. Pobieranie próbek z obrotu detalicznego

Jeżeli to możliwe, pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego powinno być wykonane zgodnie z podanymi zasadami pobierania próbek. Jeżeli to niemożliwe, można zastosować inne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, zapewniając odpowiednią reprezentatywność dla ocenianej partii.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI AFLATOKSYN

### 1. Wstęp

#### 1.1. Uwaga

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

#### 1.2. Ustalanie udziału masy łupiny do jądra w całych orzechach

Przyjęte tolerancje dotyczą części jadalnych.

Poziom aflatoksyn w części jadalnej można badać:

- 1) w wyluskanych jądrach i oznaczyć poziom aflatoksyn bezpośrednio w części jadalnej;
- 2) w homogenizowanych orzechach w łupinach. Należy ustalić udział jąder w próbce zbiorczej. Masa jąder powinna być szacowana po ustaleniu współczynnika masy łupin do jądra orzechów. Współczynnik ten jest używany do obliczenia masy jąder w próbkach w czasie ich pobierania i badania. Należy losowo pobrać ok. 100 orzechów z partii lub z każdej próbki zbiorczej. Współczynnik może być uzyskany, dla każdej próbki laboratoryjnej, poprzez zważenie całych orzechów, obtuskanie i powtórne zważenie łupin i jąder orzechów. Może być on ustalony przez laboratorium na podstawie oceny wielu próbek. Niemniej, jeżeli określona próbka laboratoryjna budzi jakiegokolwiek wątpliwości, współczynnik dla niej powinien być ustalony na podstawie zbadania 100 uprzednio zachowanych losowo wybranych orzechów.

## 2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium

Próbki należy drobno zemleć i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

W przypadku gdy maksymalne poziomy dotyczą suchej masy, oznacza się ją w części zhomogenizowanej próbki, stosując procedurę, która zapewni dokładne oznaczenie suchej masy.

## 3. Podział próbek dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki laboratoryjnej zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami.

## 4. Metody analiz stosowane w laboratorium

### 4.1. Definicje

Podawane parametry dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność

$r$  — powtarzalność; wartość, poniżej której powinna się znajdować różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników;

$RSD_r$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych

w warunkach powtarzalności  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

$R$  — odtwarzalność; wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

### 4.2. Ogólne wymagania

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

### 4.3. Wymagania szczegółowe

Wymagania szczegółowe określa tabela 4.

Tabela 4

Kryteria dla metod analitycznych stosowanych w urzędowej kontroli

Parametr	Zakres stężeń	Wartość zalecana	Maksymalna dopuszczalna wartość
Próba ślepa	cały	pomijalnie mała	
Odzysk — aflatoksyna $M_1$	0,01—0,05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ > 0,05 $\mu\text{g}/\text{kg}$	60—120 % 70—110 %	
Odzysk — aflatoksyny $B_1, B_2, G_1, G_2$	< 1,0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 1—10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ > 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	50—120 % 70—110 % 80—110 %	
Precyzja $RSD_R$	cały	wynika z równania Horwitza	2 x wartość wynikająca z równania Horwitza
Precyzja $RSD_r$ może być obliczona jako 0,66 wartości $RSD_R$ dla odpowiedniego stężenia			

Wartości podane w tabeli 4 dotyczą zarówno aflatoksyny B<sub>1</sub>, jak i sumy aflatoksyn B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>.

Jeżeli będzie podawana suma aflatoksyn B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>, to odpowiedź każdej z nich w systemie analitycznym musi być znana lub równoważna.

Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia.

Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwita:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

- RSD<sub>R</sub> jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności [(s<sub>R</sub>/x̄) x 100],
- C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1 000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.

#### 4.4. Obliczanie odzysku

4.4.1. Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane.

4.4.2. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności (patrz pkt 5.2.2, 5.3.2, 5.4.2, 5.5.1.2 i 5.5.2.3).

4.4.3. Wynik analizy powinien być podawany jako  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analizy, a  $U$  jest niepewnością pomiaru, przy zastosowaniu współczynnika 2 dla poziomu ufności około 95 %.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów o urzędowej kontroli żywności określonych w rozporządzeniu (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

### Załącznik nr 4

#### METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW PATULINY ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTTCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI PATULINY

##### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW PATULINY

###### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu patuliny w środkach spożywczych powinny być pobierane według niżej podanych zasad. Próbka zbiorcza, otrzymana w niżej podany sposób, powinna być w pełni reprezentatywna dla partii. Ocena powinna być dokonana przez porównanie zgodności wyników dla zbadanej próbki z maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu Komisji (WE) 1425/2003 z dnia 11 sierpnia 2003 r. zmieniającym rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do patuliny, zwanym dalej „rozporządzeniem nr 1425/2003”.

###### 2. Definicje

Partia:

możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczona w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie.

Podpartia:

określona część partii umożliwiająca zastosowanie metody oddzielnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.

Próbka pierwotna:

ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

Próbka zbiorcza: połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

### 3. Zasady ogólne

#### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez upoważniony personel.

#### 3.2. Pobieranie próbek

Próbki z każdej partii muszą być pobierane oddzielnie.

#### 3.3. Środki ostrożności

W czasie pobierania i przygotowania próbek należy przedsięwziąć wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia działań, które mogą mieć wpływ na zawartość patuliny lub niekorzystnie oddziaływać na przebieg analizy bądź spowodować, że próbka zbiorcza nie będzie reprezentatywna.

#### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub podpartii, obejmujących całość. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

#### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie próbek pierwotnych. Powinna być nie mniejsza niż 1 kg, chyba że nie jest to wykonalne, tj. pobierana z jednego opakowania.

#### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki.

#### 3.7. Opakowanie i transport próbek

Każda próbka powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas trans-

portu. Należy zachować wszelkie środki ostrożności, aby uniknąć jakiegokolwiek zmiany składu próbki podczas transportu lub przechowywania.

#### 3.8. Plombowanie i oznaczenie próbek

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznakowana w sposób umożliwiający jej identyfikację, zgodnie z obowiązującymi zasadami.

Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane w celu umożliwienia jednoznacznego zidentyfikowania każdej partii towaru; powinny one zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

### 4. Plan pobierania próbek

Przyjęta metoda pobierania zapewnia, że próbka zbiorcza jest reprezentatywna dla całej kontrolowanej partii.

#### Liczba próbek pierwotnych

Próbka zbiorcza powinna być nie mniejsza niż 1 kg (pkt 3.5), z wyjątkiem przypadków, gdy nie jest to możliwe, np. jeżeli pobiera się próbkę pojedynczego opakowania.

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii powinna być zgodna z liczbą podaną w tabeli 1. W przypadku produktów płynnych partia powinna być dokładnie wymieszana ręcznie lub mechanicznie bezpośrednio przed pobraniem próbki. W tym przypadku zakłada się jednorodny rozkład patuliny w danej partii. W związku z powyższym do utworzenia próbki zbiorczej wystarczy pobrać z partii trzy próbki pierwotne.

Próbki pierwotne powinny mieć zbliżoną masę. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 100 g, natomiast próbki zbiorczej co najmniej 1 kg. Odstępstwo od podanej procedury musi być odnotowane w protokole.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii

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

Jeżeli partia składa się z opakowań jednostkowych, to liczba opakowań pobieranych dla utworzenia próbki zbiorczej jest podana w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych) pobieranych dla utworzenia próbki zbiorczej z partii składającej się z opakowań jednostkowych

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba pobieranych opakowań lub jednostek
1—25	1 opakowanie lub jednostka
26—100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki
>100	około 5 %, maksymalnie 10 opakowań lub jednostek

### 5. Zgodność partii lub podpartii z wymaganiami

Laboratorium kontrolne powinno wykonać powtórny analizę próbki laboratoryjnej w przypadku, gdy uzyskany wynik z pierwszej analizy wynosi mniej niż 20 % poniżej lub powyżej najwyższego dopuszczalnego poziomu, i wyliczyć średnią z wyników.

Partia jest dopuszczona, jeżeli wynik pierwszej analizy wynosi więcej niż 20 % poniżej maksymalnego dopuszczalnego poziomu lub, gdy potrzebna była powtórna analiza, jeżeli średnia nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu ustanowionego w rozporządzeniu nr 1425/2003.

Partia jest odrzucona, jeżeli średnia po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku przekracza odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zgodnie z rozporządzeniem nr 1425/2003.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI PATULINY

### 1. Uwaga

Uwzględniając, że rozkład patuliny w niektórych środkach spożywczych jest niejednorodny, próbki powinny być przygotowywane, a zwłaszcza homogenizowane, ze szczególną ostrożnością.

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

### 2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium

Próbkę należy dokładnie rozdrobnić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

### 3. Podział próbek w celu potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki, zgodnie z zasadami dotyczącymi pobierania próbek.

### 4. Metody analizy używane w laboratorium i wymagania dla laboratorium

#### 4.1. Definicje

Poniżej podano niektóre z częściej stosowanych w laboratorium definicji.

Najczęściej używane dotyczą parametrów dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność.

$r$  — powtarzalność; wartość, poniżej której powinna znajdować się różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności;

$RSD_r$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

$R$  — odtwarzalność; wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

#### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadza-

nych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 4.3. Wymagania szczegółowe

Jeżeli nie podano określonych metod oznaczania poziomów patuliny w środkach spożywczych, laboratoria mogą wybrać każdą metodę spełniającą następujące kryteria:

Tabela 3

Charakterystyka metody dla patuliny

Poziom (µg/kg)	Patulina		
	RSD <sub>r</sub> (%)	RSD <sub>R</sub> (%)	odzysk (%)
< 20	≤ 30	≤ 40	50—120
20—50	≤ 20	≤ 30	70—105
> 50	≤ 15	≤ 25	75—105

1. Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia.
2. Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

gdzie:

- RSD<sub>R</sub> jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ,
- C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1 000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.

#### 4.4. Obliczenia odzysku

Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności.

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

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### Załącznik nr 5

### METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI ZAWARTOŚCI CYNY W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I KRYTERIA WYBORU METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI CYNY

#### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI ZAWARTOŚCI CYNY W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH

##### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych powinny być pobierane zgodnie z opisa-

nymi poniżej zasadami. Otrzymane w ten sposób próbki zbiorcze uważa się za reprezentatywne dla partii. Ocena zgodności partii powinna być dokonana przez porównanie wyników uzyskanych dla zbadanych próbek laboratoryjnych z maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 242/2004 z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniającym rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do cyny nieorganicznej w żywności.

## 2. Definicje

- Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego, dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy, jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie.
- Podpartia:** część 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 zbiorcza:** próbka otrzymana przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub podpartii.
- Próbka laboratoryjna:** próbka przeznaczona dla laboratorium.

## 3. Postanowienia ogólne

### 3.1. Personel

Próbki powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

### 3.2. Materiał

Z każdej partii, podlegającej badaniu, należy pobrać odrębne próbki.

### 3.3. Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogą mieć wpływ na zawartość cyny, niekorzystnie oddziaływać na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki zbiorcze nie będą reprezentatywne.

### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub pod-

partii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole.

### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie wszystkich próbek pierwotnych. Jest homogenizowana w laboratorium.

### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki służące do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu, wyodrębnia się z ujednorodnionej próbki zbiorczej, 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 oraz przed 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. Dla każdej pobranej próbki zbiorczej sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczną identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz ze wszystkimi informacjami istotnymi dla wykonania analizy.

## 4. Plany pobierania próbek

Zastosowana metoda pobierania próbek powinna gwarantować, że próbka zbiorcza jest reprezentatywna dla kontrolowanej partii.

### 4.1. Liczba próbek pierwotnych

Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z danej partii, powinna być zgodna z tabelą 1. Próbki pierwotne pobrane z każdej puszkii powinny mieć zbliżoną masę i dawać w sumie próbkę zbiorczą (zgodnie z pkt 3.5).

Tabela 1

Liczba puszek (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki zbiorczej

Liczba puszek — w partii lub podpartii	Liczba puszek, które należy pobrać
1—25	co najmniej 1 puszkę
26—100	co najmniej 2 puszki
> 100	5 puszek

**Uwaga:** Maksymalne dopuszczalne poziomy odnoszą się do zawartości każdego opakowania, ale w celu ułatwienia badania niezbędne jest stosowanie próbek zbiorczych. Jeżeli wynik oznaczenia zawartości cyny w próbce zbiorczej jest niższy, ale bliski maksymalnej dopuszczalnej zawartości, i jeżeli istnieje obawa, że w poszczególnych opakowaniach poziom ten może być przekroczony, może być konieczne przeprowadzenie dalszych badań.

#### 4.2. Pobieranie próbek z obrotu

Pobieranie próbek środków spożywczych znajdujących się w obrocie powinno być zgodne, o ile to możliwe, z powyższymi zasadami. Jeżeli nie jest to możliwe, mogą zostać zastosowane inne obowiązujące procedury pobierania próbek z obrotu handlowego, pod warunkiem że zapewniają one reprezentatywność próbek dla badanej partii.

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

Laboratorium kontrolne bada próbkę laboratoryjną pobraną w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, wykonując co najmniej dwie niezależne analizy i obliczając średnią z uzyskanych wyników.

Partia lub podpartia zostaje przyjęta, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu określonego w rozporządzeniu nr 466/2001, biorąc pod uwagę niepewność wyniku i poprawkę na odzysk.

Partia lub podpartia jest niezgodna z wymaganiami (określonymi w rozporządzeniu nr 466/2001), jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników bez wątplenia przekracza odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zanieczyszczenia, przy uwzględnieniu niepewności wyniku i poprawki na odzysk.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I KRYTERIA WYBORU METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI CYNKU W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH

#### 1. Środki ostrożności i ogólne wymagania dotyczące cyny

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

Analitik powinien zapewnić, że próbki nie zostaną zanieczyszczone podczas ich przygotowywania do analizy. Gdziekolwiek to możliwe, urządzenia kontaktujące się z próbką powinny być wykonane z materiałów obojętnych, np. tworzyw sztucznych takich jak polipropylen, PTFE i in., i powinny zostać umyte w kwasie w celu zminimalizowania ryzyka zanieczyszczenia. Ostrza tnące mogą być wykonane ze stali nierdzewnej wysokiej jakości. Wszystkie próbki otrzymane przez laboratorium zostają użyte do przygotowania materiału badanego. Jedynie bardzo dokładnie ujednorodnione próbki dają reprezentatywne wyniki.

Istnieje wiele odpowiednich specjalnych procedur przygotowania próbek, które mogą zostać zastosowane. Za zadowalające uznano procedury opisane w normie PN-EN 13804:2003 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Kryteria sprawności, zasady ogólne i przygotowywanie próbek, ale inne mogą być równie odpowiednie.

#### 2. Postępowanie z otrzymaną próbką w laboratorium

Całkowitą próbkę zbiorczą należy dokładnie zmieścić (jeżeli jest to wskazane) oraz dokładnie wymieszać, stosując sprawdzoną procedurę, prowadzącą do pełnego ujednorodnienia.

#### 3. Wydzielenie kontrpróbek

Kontrpróbki służące do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu należy pobrać z ujednorodnionej próbki zbiorczej, 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, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ta sama metoda, to samo laboratorium, ten sam wykonawca, przy użyciu tego samego wyposażenia, w krótkich odstępach czasu),  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- $s_r$  — 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  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;
- $R$  — odtwarzalność; wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach odtwarzalności (tj. dla identycznego materiału, tą samą metodą, otrzymane w różnych laboratoriach, przez różnych wykonawców, przy użyciu różnego wyposażenia, w dłuższym przedziale czasu),  $R = 2,8 \times s_R$ ;



- $s_R$  — odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników badania uzyskanych w spełnionych warunkach odtwarzalności;
- $RSD_R$  — względne odchylenie standardowe odtwarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ;
- $HORRAT_r$  — współczynnik HORRAT dla powtarzalności; uzyskane  $RSD_r$  podzielone przez wartość  $RSD_r$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza przy założeniu, że  $r = 0,66R$ ;
- $HORRAT_R$  — współczynnik HORRAT dla odtwarzalności; uzyskane  $RSD_R$  podzielone przez wartość  $RSD_R$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza;
- $U$  — niepewność rozszerzona, wyznaczana przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia  $k = 2$ , dla poziomu ufności około 95 %.

#### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 4.3. Wymagania szczegółowe

Na poziomie Wspólnoty nie zalecono dotąd określonych metod oznaczania zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych. Laboratoria mogą stosować każdą metodę zwalidowaną, pod warunkiem że spełnia ona kryteria wyboru podane w tabeli 2. Walidacja powinna (o ile to możliwe) obejmować analizę certyfikowanego materiału odniesienia.

Tabela 2

Kryteria wyboru dla metod analizy cyny

Parametr charakterystyki	Wartość/uwagi
Zakres stosowania	środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 242/2004 z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniającym rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do cyny nieorganicznej w żywności
Granica wykrywalności	nie więcej niż 5 mg/kg
Granica oznaczalności	nie więcej niż 10 mg/kg
Precyzja	wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_R$ , uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych w celu walidacji, powinny być poniżej 1,5
Odzysk %	80—105 (jak określono w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych)
Specyficzność	metoda wolna od interferencji matrycy i interferencji spektralnych

##### 4.3.1. Kryteria wyboru — niepewność

Podejście uwzględniające niepewność wyniku może być również zastosowane do oszacowania, czy dana metoda analizy jest odpowiednia do stosowania w laboratorium. Metoda stosowana w laboratorium powinna umożliwić otrzymywanie wyników mieszczących się w zakresie maksymalnej niepewności standardowej.

Maksymalną niepewność standardową można obliczyć, stosując następujący wzór:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0,1C)^2]}$$

gdzie:

$U_f$  — maksymalna niepewność standardowa,

$LOD$  — granica wykrywalności metody,

$C$  — stężenie.

Jeżeli metoda analityczna umożliwia otrzymanie wyników z niepewnością mniejszą od maksymalnej niepewności standardowej, może być ona stosowana równoważnie z metodą spełniającą kryteria podane w tabeli 2.

#### 4.4. Obliczanie odzysku i podawanie wyników

Wynik oznaczenia analitycznego może zostać podany w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej o wartość odzysku. Sposób przedstawienia wyników i poziom odzysku musi zostać podany. Wynik analizy skorygowany o wartość odzysku jest stosowany w celu sprawdzenia zgodności z wymaganiami.

Należy uwzględnić „Ujednolicone wytyczne dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych”, opracowane pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC. Zalecenia te są pomocne przy określaniu odzysku.

Wynik analizy podaje się w postaci  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analitycznym, a  $U$  niepewnością wyniku.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 4.6. Inne wymagania dotyczące analizy

##### 4.6.1. Badania biegiwości

Udział w odpowiednich programach badań biegiwości, zgodnych z „Międzynarodowym zharmonizowanym protokołem dla badań biegiwości w analitycznych laboratoriach chemicznych” opracowanym pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

dowym zharmonizowanym protokołem dla badań biegiwości w analitycznych laboratoriach chemicznych” opracowanym pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

Niektóre z tych programów specjalnie włączają oznaczanie zawartości cyny w środkach spożywczych i zalecany jest udział właśnie w takich badaniach, a nie w ogólnym programie oznaczania zawartości metali w żywności.

##### 4.6.2. Wewnętrzna kontrola jakości

Laboratoria powinny być w stanie wykazać, że stosują procedury wewnętrznej kontroli jakości. Ich przykłady są podane w „Przewodniku ISO/AOAC/IUPAC dotyczącym wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych”.

##### 4.6.3. Przygotowanie próbek

Należy zapewnić, aby cyna zawarta w próbce badanej znalazła się w całości w analizowanym roztworze. W szczególności podkreśla się, że zastosowana procedura roztwarzania próbek musi zapewnić, aby nie wytrącały się zhydrolizowane związki SnIV (np. związki takie jak  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Próbki przygotowane do analizy powinny być rozpuszczone w 5 mol/l HCl. Jednak  $\text{SnCl}_4$  jest lotny, więc roztworów nie należy gotować.

### Załącznik nr 6

## METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW BENZO[a]PIRENU ORAZ PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI BENZO[a]PIRENU

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW 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 pobierane wyłącznie zgodnie z zasadami określonymi w niniejszym załączniku mogą być uważane za reprezentatywne dla danej partii. Ocena zgodności partii powinna być dokonana przez porównanie uzyskanych wyników zbadanych próbek laboratoryjnych z najwyższymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 208/2005 z dnia 4 lutego 2005 r. zmieniającym rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych.

#### 2. Definicje

Partia:

możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego, dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy, takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i 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 zbiorcza:	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 powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

#### 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 zbiorcze 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 zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie wszystkich próbek pierwotnych. Probka zbiorcza zostaje ujednorodniona w laboratorium.

#### 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 zbiorczej.

#### 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. Dla każdej pobranej próbki sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczną identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami istotnymi dla wykonania analizy.

### 4. Plany pobierania próbek

Zastosowana metoda pobierania próbek powinna gwarantować, że próbka zbiorcza 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 dla przygotowania próbki zbiorczej. Należy wskazać numer partii. W przypadku oliwy z oliwek lub oliwy z wytlóków oliwnych szczegółowe metody pobierania próbek określa rozporządzenie Komisji (WE) nr 1989/2003 z dnia 6 listopada 2003 r. zmieniające rozporządzenie (EWG) nr 2568/91 w sprawie właściwości oliwy z oliwek i oliwy z wytlóków oliwek oraz w sprawie odpowiednich metod analizy (Dz. Urz. UE L 295 z 13.11.2003, str. 57; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 40, str. 483).

W przypadku innych środków spożywczych 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 próbka.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych, jakie należy pobrać z partii

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

W przypadku partii składających się z pojedynczych opakowań liczbę opakowań, które mają być pobrane w celu utworzenia próbki zbiorczej, określa tabela 2.

Tabela 2

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

Liczba opakowań lub jednostek w partii lub podpartii	Liczba pobieranych opakowań lub jednostek losowania <sup>*)</sup>
1—25	1 opakowanie lub jednostka
26—100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki losowania
> 100	około 5 %, maksymalnie 10 opakowań lub jednostek losowania

<sup>\*)</sup> Jednostka losowania oznacza jednostkę określoną w części I pkt 2 załącznika nr 1 do rozporządzenia.

Uwaga: W przypadku opakowań o małej masie należy pobrać odpowiednio większą ich ilość, tak aby masa próbki zbiorczej była wystarczająca do wykonania badań.

#### 4.2. Pobieranie próbek z obrotu

Jeżeli jest to możliwe, pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego powinno być wykonywane zgodnie z określonymi wyżej 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. Jeżeli wynik pierwszej analizy różni się o 20 % (jest niższy lub wyższy) od dopuszczalnego maksymalnego poziomu, analizę należy powtórzyć i obliczyć średnią z uzyskanych wyników.

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

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

## II. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTYPY DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI 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.

Analityk powinien zapewnić, że próbki nie zostaną zanieczyszczone podczas ich przygotowywania do analizy. Szkło laboratoryjne przed użyciem należy przemyć acetonem lub heksanem o wysokiej czystości analitycznej, aby zminimalizować ryzyko zanieczyszczenia. W miarę możliwości aparatura wchodząca w kontakt z próbką powinna 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.

Cała próbka dostarczona do laboratorium musi być wykorzystana do przygotowania materiału do badań. Jedynie dokładnie zhomogenizowane (jednorodne) próbki dają powtarzalne wyniki.

### 2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium

Całą próbkę zbiorczą należy dokładnie zmielić (jeżeli jest to wskazane) i starannie wymieszać, stosując procedurę, która pozwoli osiągnąć całkowitą homogenizację.

### 3. Podział próbek w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu

Kontrpróbki służące do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu, należy wyodrębnić ze zhomogenizowanego materiału.

#### 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),  $R = 2,8 \times s_r$ ;
- $s_r$  — odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania otrzymanych w 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 warunkach odtwarzalności;

- $RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , w którym  $\bar{x}$  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 Horwita, przy założeniu, że  $r = 0,66R$ ;
- $HORRAT_R$  — uzyskane  $RSD_R$  podzielone przez wartość  $RSD_R$  oszacowaną na podstawie równania Horwita;
- $U$  — niepewność rozszerzona, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia  $k = 2$  (poziom ufności około 95 %).

##### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

##### 4.3. Wymagania szczegółowe

Nie zaleca się stosowania określonych metod oznaczania zawartości benzo[a]pirenu w żywności; laboratorium może wybrać każdą zwalidowaną metodę spełniającą kryteria sprawności wskazane w tabeli. Walidacja powinna, jeśli to możliwe, obejmować certyfikowany materiał odniesienia.

Tabela 3

Kryteria sprawności metod analitycznych oznaczania benzo[a]pirenu

Parametr	Wartość/uwagi
Zakres stosowania	środki spożywcze określone w rozporządzeniu (WE) nr 208/2005
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 w postaci funkcji

Do oceny przydatności metody analitycznej do zastosowania w laboratorium może być również wykorzystana niepewność pomiaru. Laboratorium powinno stosować metodę, która zapewni uzyskanie wyników mieszczących się w zakresie maksymalnej niepewności standardowej. Maksymalną niepewność standardową oblicza się za pomocą następującego wzoru:

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

gdzie:

$U_f$  — maksymalna niepewność standardowa,

$LOD$  — granica wykrywalności metody,

$C$  — badane stężenie.

Jeśli metoda analityczna zapewnia uzyskanie wyników z niepewnością pomiarów niższą od maksymalnej niepewności standardowej, może być ona stosowana równoważnie z metodą spełniającą kryteria 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 zgodnie z zasadą określoną w części I pkt 5.

Analityk powinien brać pod uwagę „Raport Komisji Europejskiej na temat związku między wynikami analitycznymi, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku i przepisami ustawodawstwa Unii Europejskiej 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)”.

Wynik analizy powinien być podany w postaci  $x \pm U$ , gdzie:

$x$  — wynik analizy,

$U$  — niepewność pomiaru.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 4.6. Zalecenia

##### 4.6.1. Badania biegłości

Zaleca się udział laboratorium w odpowiednich programach badań biegłości, zgodnych z dokumentem „Międzynarodowy zharmonizowany protokół dotyczący badań biegłości w chemicznych laboratoriach analitycznych”<sup>7)</sup>.

##### 4.6.2. Wewnętrzna kontrola jakości

Laboratorium musi wykazać, że stosuje procedury wewnętrznej kontroli jakości, np. procedury określone w „Przewodniku ISO/AOAC/IUPAC dotyczącym wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych”<sup>8)</sup>.

<sup>7)</sup> 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).

<sup>8)</sup> 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.

#### Załącznik nr 7

### METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW TOKSYN *FUSARIUM* ORAZ KRYTERIA DLA METOD ANALIZY STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI TOKSYN *FUSARIUM*

#### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW TOKSYN *FUSARIUM*

##### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomów toksyn *Fusarium* (deoksyniwalenol, zearalenon, fu-

monizyny  $B_1$  i  $B_2$  i toksyny T-2 i HT-2) w środkach spożywczych pobierane wyłącznie zgodnie z zasadami określonymi w załączniku mogą być uważane za reprezentatywne dla poszczególnych partii. Ocena zgodności partii powinna być dokonana przez porównanie uzyskanych wyników zbadanych próbek laboratoryjnych z maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w załączniku nr I do rozporządzenia nr 466/2001.

## 2. Definicje

- Partia:** identyfikowalna ilość środka spożywczego dostarczona w tym samym czasie i uznana w sposób urzędowy jako posiadająca wspólne cechy takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, jednostka pakująca, dostawca i oznakowanie;
- Podpartia:** wyznaczona część partii w celu zastosowania metody pobierania próbek na wyznaczonej części; każda podpartia musi być fizycznie oddzielna i identyfikowalna;
- Próbka pierwotna:** ilość produktu pobrana z jednego miejsca partii lub podpartii;
- Próbka zbiorcza:** połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

## 3. Przepisy ogólne

### 3.1. Personel

Próbki powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

### 3.2. Pobieranie próbek

W przypadku każdej partii, która ma zostać zbadała, pobieranie próbek musi zostać przeprowadzone oddzielnie.

Zgodnie z pkt 4.3 duże partie powinny zostać podzielone na podpartie, a próbki pobierane oddzielnie.

### 3.3. Środki ostrożności

Podczas pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych muszą zostać podjęte niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia wystąpienia jakichkolwiek zmian, które mogłyby wpłynąć na zawartość toksyn *Fusarium*, wpłynąć niekorzystnie na oznaczanie lub spowodować, że próbki zbiorcze staną się niereprezentatywne.

### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny zostać pobrane z różnych miejsc rozmieszczonych w całej partii lub podpartii. Odstąpienie od tej procedury musi zostać odnotowane w protokole.

### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbkę zbiorczą tworzy się przez łączenie próbek pierwotnych.

### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki do celów oznaczania, obrotu handlowego i arbitrażu pobierane są z homogenicznej próbki zbiorczej.

### 3.7. Pakowanie i przekazywanie próbek

Każda próbka powinna być umieszczona w czystym, chemicznie obojętnym pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem w czasie transportu. Należy przedsięwziąć wszelkie konieczne środki ostrożności w celu uniknięcia jakichkolwiek zmian w składzie próbki, które mogłyby powstać w czasie transportu lub przechowywania.

### 3.8. Plombowanie i etykietowanie próbek

Każda próbka pobrana do celów urzędowej kontroli żywności powinna być plombowana w miejscu pobrania i oznakowana w sposób umożliwiający jej identyfikację.

Każde pobranie próbki musi być rejestrowane w celu umożliwienia jednoznacznej identyfikacji każdej partii; należy podać również datę i miejsce pobrania próbki wraz z dodatkowymi informacjami, które mogą być przydatne dla analityka.

## 4. Zasady szczegółowe

### 4.1. Różne rodzaje partii

Środki spożywcze mogą znajdować się w obrocie luzem, w pojemnikach lub opakowaniach jednostkowych, takich jak worki, torby, opakowania detaliczne. Procedura pobierania próbek może być stosowana dla wszystkich form artykułów, które są wprowadzane do obrotu.

Bez uszczerbku dla zasad określonych w pkt 4.3, 4.4 i 4.5 przedstawiony poniżej wzór może być wykorzystany jako wskazówka odnośnie do pobierania próbek z partii będących przedmiotem obrotu w opakowaniach jednostkowych, takich jak worki, torby, opakowania do sprzedaży detalicznej.

$$\text{częstotliwość pobierania próbek (SF)} = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

gdzie:

- masa wyrażona w kg,
- częstotliwość pobierania próbek (SF) — każdy n-ty worek lub torba, z których musi zostać pobrana próbka pierwotna (cyfry dziesiętne powinny zostać zaokrąglone do najbliższej liczby całkowitej).

### 4.2. Masa próbki pierwotnej

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 100 gramów, o ile nie ustalono inaczej w załączniku. W przypadku partii w opakowaniach detalicznych masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania detalicznego.

### 4.3. Ogólne zasady pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych

Tabela 1

Podział partii na podpartie w zależności od produktu i masy partii

Produkt	Masa partii (tony)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (kg)
Zboża i produkty zbożowe	$\geq 1\ 500$	500 ton	100	10
	$> 300$ i $< 1\ 500$	3 podpartie	100	10
	$\geq 50$ i $\leq 300$	100 ton	100	10
	$< 50$	—	3—100 <sup>*)</sup>	1—10

<sup>\*)</sup> W zależności od masy partii zgodnie z tabelą 2 w pkt 4.5.

4.4. Procedura pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych dla partii  $\geq 50$  ton

4.4.1. Jeżeli podpartię można oddzielić fizycznie, to każda partia musi zostać podzielona na podpartie zgodnie z tabelą 1. Nie zawsze partia może być podzielona ściśle według podanych wskazań (masa partii nie zawsze stanowi dokładną wielokrotność masy podpartii), wówczas masa podpartii może przekroczyć wymienioną masę o maksimum 20 %.

4.4.2. Z każdej podpartii próbki muszą zostać pobrane oddzielnie.

4.4.3. Liczba próbek pierwotnych: 100. Masa próbki zbiorczej wynosi 10 kg.

4.4.4. Jeśli nie jest możliwe przeprowadzenie pobierania próbek za pomocą metody opisanej w tym punkcie z uwagi na konsekwencje handlowe wynikające z uszkodzenia partii z powodów takich, jak opa-

kowania zbiorcze, środki transportu, może zostać zastosowana alternatywna metoda pobierania próbek, pod warunkiem że jest możliwe jak najbardziej reprezentatywna, w pełni opisana i udokumentowana.

4.5. Procedura pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych dla partii  $< 50$  ton

W przypadku partii zbóż i produktów zbożowych poniżej 50 ton plan pobierania próbek powinien obejmować 10—100 próbek pierwotnych w zależności od masy partii, dając próbkę zbiorczą 1—10 kg. W przypadku bardzo małych partii ( $\leq 0,5$  tony) można pobrać mniejszą liczbę próbek pierwotnych, ale próbka zbiorcza, łącząca wszystkie próbki pierwotne, powinna wynosić również w tym przypadku co najmniej 1 kg.

Wartości podane w tabeli 2 mogą być użyte do określenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które powinny być pobrane w zależności od masy partii zbóż i produktów zbożowych

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 0,05$	3
$> 0,05$ i $\leq 0,5$	5
$> 0,5$ i $\leq 1$	10
$> 1$ i $\leq 3$	20
$> 3$ i $\leq 10$	40
$> 10$ i $\leq 20$	60
$> 20$ i $\leq 50$	100



#### 4.6. Procedura pobierania próbek żywności przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci

4.6.1. Procedura pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych podana w pkt 4.5 ma zastosowanie w odniesieniu do żywności przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci.

Liczba próbek pierwotnych, które powinny być pobrane, zależy od masy partii, przy czym minimalna ich liczba wynosi 10, a maksymalna 100, zgodnie z tabelą 2 w pkt 4.5. W przypadku bardzo małych partii ( $\leq 0,5$  tony) można pobrać mniejszą liczbę próbek pierwotnych, ale próbka zbiorcza, łącząca wszystkie próbki pierwotne, powinna wynosić również w tym przypadku co najmniej 1 kg.

4.6.2. Masa próbki pierwotnej musi wynosić około 100 g. W przypadku partii w opakowaniu do sprzedaży detalicznej masa próbki zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej, a w przypadku bardzo małych partii ( $\leq 0,5$  tony) próbki pierwotne muszą mieć taką masę, żeby połączenie próbek pierwotnych dawało próbkę zbiorczą o masie co najmniej 1 kg.

4.6.3. Masa próbki zbiorczej odpowiednio wymieszanej wynosi 1—10 kg.

#### 4.7. Pobieranie próbek na etapie obrotu detalicznego

Pobieranie próbek środków spożywczych na etapie obrotu detalicznego musi w miarę możliwości być zgodne z przepisami pobierania próbek określonych w pkt 4.4 i 4.5. W przypadku kiedy jest to niemożliwe, należy zastosować inne skuteczne procedury pobierania próbek, pod warunkiem że zapewniają odpowiednią reprezentatywność badanej partii.

### 5. Dopuszczenie partii lub podpartii

5.1. Partia może być dopuszczona, jeśli próbka zbiorcza jest zgodna z maksymalnym dopuszczalnym poziomem, z uwzględnieniem niepewności pomiaru i wartości odzysku.

5.2. Partia nie może być dopuszczona, jeśli próbka zbiorcza przekracza jednoznacznie maksymalny dopuszczalny poziom, z uwzględnieniem niepewności pomiaru i wartości odzysku.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALIZY STOSOWANYCH DO OZNACZANIA POZIOMÓW TOKSYN *FUSARIUM*

### 1. Środki ostrożności

W związku z tym, że rozmieszczenie toksyn *Fusarium* jest niejednorodne, próbki powinny być przygotowane, zwłaszcza homogenizowane, z największą ostrożnością.

Cały materiał otrzymany przez laboratorium powinien zostać wykorzystany do badań.

### 2. Przygotowanie próbki dostarczonej do laboratorium

Każda próbka laboratoryjna powinna być drobno zmielona i starannie zmieszana, przy wykorzystaniu metody, odnośnie do której wykazano, że umożliwia uzyskanie całkowitej homogenności.

W przypadku gdy maksymalny poziom ma zastosowanie do suchej masy, zawartość suchej masy w produkcie jest określana na części próbki homogennej, przy wykorzystaniu metody, odnośnie do której wykazano, że dokładnie określa zawartość suchej masy.

### 3. Podział próbek do celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Powtarzane próbki do celów oznaczania, handlu i arbitrażu oraz odniesienia są pobierane ze zhomogenizowanego materiału.

### 4. Metody analizy stosowane w laboratorium i wymagania dla kontroli laboratorium

#### 4.1. Definicje

Poniżej zamieszczono kilka najczęściej stosowanych definicji, których laboratorium jest zobowiązane używać.

Najczęściej podawanymi parametrami precyzji są powtarzalność i odtwarzalność.

$r$  — powtarzalność; wartość, poniżej której powinna znajdować się bezwzględna różnica między dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia, otrzymanymi w powtarzalnych warunkach, tj. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ta sama aparatura, to samo laboratorium i krótki odstępek czasu, będzie zawierała się w granicach określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %) i  $\sigma r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności;

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

$R$  — odtwarzalność; wartość, poniżej której powinna znajdować się różnica bezwzględna między dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia, otrzymanymi w powtarzalnych warunkach, tj. z identycznego materiału otrzymanego przez wykonawców w różnych laboratoriach, przy użyciu znormalizowanych metod analitycznych, będzie zawierała się w granicach określonego prawdopodobieństwa (zwykle 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

#### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w pkt 1 i 2 załącznika nr III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulami do-

tyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).

#### 4.3. Wymagania szczegółowe

##### 4.3.1. Kryteria analityczne metody

W przypadku gdy żadne specjalne metody oznaczania poziomów toksyn *Fusarium* w środkach spożywczych nie są wymagane przez wspólnotowe ustawodawstwo, laboratoria mogą wybrać dowolną metodę z zastrzeżeniem, że wybrana metoda spełnia następujące kryteria:

#### a) parametry analityczne metody dla deoksyniwalenolu

Poziom ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Deoksyniwalenol		
	$RSD_r$ (%)	$RSD_R$ (%)	odzysk (%)
$> 100$ i $\leq 500$	$\leq 20$	$\leq 40$	60—110
$> 500$	$\leq 20$	$\leq 40$	70—120

#### b) parametry analityczne metody dla zearalenonu

Poziom ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Zearalenon		
	$RSD_r$ (%)	$RSD_R$ (%)	odzysk (%)
$\leq 50$	$\leq 40$	$\leq 50$	60—120
$> 50$	$\leq 25$	$\leq 40$	70—120

#### c) parametry analityczne metody dla fumonizyny B<sub>1</sub> i B<sub>2</sub>

Poziom ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Fumonizyna B <sub>1</sub> lub B <sub>2</sub>		
	$RSD_r$ (%)	$RSD_R$ (%)	odzysk (%)
$\leq 500$	$\leq 30$	$\leq 60$	60—120
$> 500$	$\leq 20$	$\leq 30$	70—110

## d) parametry analityczne metody dla toksyn T-2 i HT-2

Poziom (µg/kg)	Toksyna T-2		
	RSD <sub>r</sub> (%)	RSD <sub>R</sub> (%)	odzysk (%)
50—250	≤ 40	≤ 60	60—130
> 250	≤ 30	≤ 50	60—130

Poziom (µg/kg)	Toksyna HT-2		
	RSD <sub>r</sub> (%)	RSD <sub>R</sub> (%)	odzysk (%)
100—200	≤ 40	≤ 60	60—130
> 200	≤ 30	≤ 50	60—130

Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia.

Wartość precyzji jest obliczana z równania Horowitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

gdzie:

RSD<sub>R</sub> — względne odchylenie standardowe obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności [(s<sub>p</sub>/x̄) x 100]

C — stężenie wyrażone jako stosunek (tj. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy wyłącznie od stężenia.

#### 4.3.2. Podejście „zgodność z przeznaczeniem”

W przypadku występowania ograniczonej liczby w pełni uznanych metod analitycznych można alternatywnie korzystać z podejścia „zgodności z przeznaczeniem”, definiując jeden parametr, funkcję zgodności, aby ocenić akceptowalność metod analitycznych. Funkcja zgodności jest funkcją niepewności, która określa maksymalne poziomy niepewności uznawane za odpowiednie do celu.

Zakładając ograniczoną liczbę metod analizy, w pełni zweryfikowanych w badaniach międzylaboratoryjnych, zwłaszcza

dla oznaczania toksyn T-2 i HT-2, można wykorzystać podejście oparte na funkcji niepewności, określające maksymalną dopuszczalną niepewność do oszacowania odpowiednio („zgodności z przeznaczeniem”) metody analizy, której ma użyć laboratorium. Laboratorium może użyć metody, która daje rezultaty w granicach maksymalnej niepewności standardowej. Maksymalną niepewność standardową można obliczyć za pomocą następującego wzoru:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha \times C)^2}$$

gdzie:

U<sub>f</sub> — niepewność maksymalna standardowa (µg/kg),

LOD — granica wykrywalności metody (µg/kg),

α — stały liczbowy czynnik, którego używa się w zależności od wartości C. Wartości, które mają być używane, są określone w tabeli 3,

C — określone stężenie (µg/kg).

Jeżeli metoda analityczna umożliwia uzyskanie wyników z niepewnością niższą niż maksymalna niepewność standardowa, to metoda jest uważana za równie odpowiednią co metoda spełniająca kryteria analityczne podane w pkt 4.3.1.

Tabela 3

Wartości liczbowe, które mają być używane dla stałej  $\alpha$  we wzorze określonym w tym punkcie, w zależności od określonego stężenia

C ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51—500	0,18
501—1 000	0,15
1 001—10 000	0,12
$> 10\ 000$	0,1

#### 4.4. Obliczenie odzysku i podawanie 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 zgodnie z zasadą określoną w części I pkt 5.

Analityk powinien brać pod uwagę raport.

Wynik analityczny powinien być podany w postaci  $x \pm U$ , gdzie:

$x$  — wynik analityczny,

$U$  — niepewność rozszerzona pomiaru.

#### 4.5. Laboratoryjne normy jakości

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt (Dz. Urz. UE L 191 z 30.04.2004, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 45, str. 200).