

Šis dokuments ir izveidots vienīgi dokumentācijas nolūkos, un iestādes neuzņemas nekādu atbildību par tā saturu

► **B**

► **M1** KOMISIJAS REGULA (EK) Nr. 333/2007

(2007. gada 28. marts),

ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes svina, kadmija, dzīvsudraba, neorganiskās alvas, 3-MHPD un policiklisko aromātisko oglekļa ogļūdeņražu koncentrācijas oficiālajai kontrolei pārtikas produktos ◀

(Dokuments attiecas uz EEZ)

(OV L 88, 29.3.2007., 29. lpp.)

Grozīta ar:

Oficiālais Vēstnesis

► **M1**

Komisijas Regula (ES) Nr. 836/2011 (2011. gada 19. augusts)

Nr.	Lappuse	Datums
L 215	9	20.8.2011.

▼B▼M1

## KOMISIJAS REGULA (EK) Nr. 333/2007

(2007. gada 28. marts),

ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes svina, kadmija, dzīvsudraba, neorganiskās alvas, 3-MHPD un policiklisko aromātisko ogleņūdeņražu koncentrācijas oficiālajai kontrolei pārtikas produktos

▼B

(Dokuments attiecas uz EEZ)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Eiropas Parlamenta un Padomes 2004. gada 29. aprīļa Regulu (EK) Nr. 882/2004 par oficiālo kontroli, ko veic, lai nodrošinātu atbilstības pārbaudi saistībā ar dzīvnieku barības un pārtikas aprites tiesību aktiem un dzīvnieku veselības un dzīvnieku labturības noteikumiem<sup>(1)</sup>, un jo īpaši tās 11. panta 4. punktu,

tā kā:

- (1) Saskaņā ar Padomes 1993. gada 8. februāra Regulu (EEK) Nr. 315/93, ar ko nosaka Kopienas procedūras attiecībā uz piesārņotājiem pārtikā<sup>(2)</sup>, sabiedrības veselības aizsardzības nolūkā ir jānosaka atsevišķu piesārņotāju maksimāli pieļaujamā koncentrācija pārtikas produktos.
- (2) Komisijas 2006. gada 19. decembra Regulā (EK) Nr. 1881/2006, ar ko nosaka konkrētu piesārņotāju maksimāli pieļaujamo koncentrāciju pārtikas produktos<sup>(3)</sup>, ir noteikta svina, kadmija, dzīvsudraba, neorganiskās alvas, 3-MHPD un benzopirēna maksimāli pieļaujamā koncentrācija atsevišķos pārtikas produktos.
- (3) Regulā (EK) Nr. 882/2004 ir izklāstīti pārtikas produktu oficiālās kontroles vispārīgie principi. Tomēr dažos gadījumos ir vajadzīgi konkrētāki noteikumi, lai saskaņotā veidā nodrošinātu oficiālo kontroles pasākumu veikšanu Kopienā.
- (4) Paraugu ņemšanas un analīzes metodes, kas izmantojamas svina, kadmija, dzīvsudraba, 3-MHPD, neorganiskās alvas un benzopirēna koncentrācijas oficiālajai kontrolei atsevišķos pārtikas produktos, ir attiecīgi noteiktas Komisijas 2001. gada 8. marta Direktīvā 2001/22/EK, ar ko nosaka paraugu ņemšanas metodes un analīzes metodes svina, kadmija, dzīvsudraba un 3-MHPD satūra oficiālajai kontrolei pārtikas produktos<sup>(4)</sup>, Komisijas 2004. gada 12. februāra Direktīvā 2004/16/EK, ar ko nosaka

<sup>(1)</sup> OV L 165, 30.4.2004., 1. lpp. Regulā grozījumi izdarīti ar Komisijas Regulu (EK) Nr. 1791/2006 (OV L 363, 20.12.2006., 1. lpp.).

<sup>(2)</sup> OV L 37, 13.2.1993., 1. lpp. Regulā grozījumi izdarīti ar Eiropas Parlamenta un Padomes Regulu (EK) Nr. 1882/2003 (OV L 284, 31.10.2003., 1. lpp.).

<sup>(3)</sup> OV L 364, 20.12.2006., 5. lpp.

<sup>(4)</sup> OV L 77, 16.3.2001., 14. lpp. Direktīvā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 2005/4/EK (OV L 19, 21.1.2005., 50. lpp.).

**▼B**

paraugu ņemšanas metodes un analīzes metodes alvas satura oficiālai kontrolei konservētos pārtikas produktos <sup>(1)</sup>, un Komisijas 2005. gada 4. februāra Direktīvā 2005/10/EK, ar ko nosaka paraugu ņemšanas metodes un analīzes metodes, lai oficiāli kontrolētu benzopirēna saturu pārtikas produktos <sup>(2)</sup>.

- (5) Daudzie noteikumi par paraugu ņemšanu un analīzi svina, kadmija, dzīvsudraba, neorganiskās alvas, 3-MHPD un benzopirēna koncentrācijas oficiālajai kontrolei pārtikas produktos ir līdzīgi. Tāpēc tiesību aktu skaidrības labad minētos noteikumus ir lietderīgi apvienot vienā tiesību aktā.
- (6) Tāpēc Direktīva 2001/22/EK, 2004/16/EK un 2005/10/EK ir jāatceļ un jāaizstāj ar jaunu regulu.
- (7) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pārtikas aprites un dzīvnieku veselības pastāvīgās komitejas atzinumu,

IR PIENĒMUSI ŠO REGULU.

*1. pants***▼M1**

1. Paraugu ņemšanu un analīzi Regulas (EK) Nr. 1881/2006 3., 4. un 6. sadaļā minētā svina, kadmija, dzīvsudraba, neorganiskās alvas, 3-MHPD un policiklisko aromātisko ogļūdeņražu (PAO) koncentrācijas oficiālajai kontrolei veic saskaņā ar šīs regulas pielikumu.

**▼B**

2. Šā panta 1. punktu piemēro, neskarot Regulas (EK) Nr. 882/2004 noteikumus.

*2. pants*

Ar šo atceļ Direktīvu 2001/22/EK, 2004/16/EK un 2005/10/EK.

Atsauces uz atceltajām direktīvām uzskata par atsaucēm uz šo regulu.

*3. pants*

Šī regula stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

To piemēro no 2007. gada 1. jūnija.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

<sup>(1)</sup> OV L 42, 13.2.2004., 16. lpp.

<sup>(2)</sup> OV L 34, 8.2.2005., 15. lpp.

**▼B***PIELIKUMS*

## A. DAĻA

**DEFINĪCIJAS**

Šajā pielikumā izmanto šādas definīcijas:

“partija”:	identificējams tādu pārtikas preču daudzums, kas piegādātas vienā reizē un kam ir oficiāli noteikti kopīgi raksturlielumi, piemēram, izcelsme, šķirne, iepakojuma veids, fasētājs, nosūtītājs vai marķējums. Attiecībā uz zivīm arī zivju lielumam jābūt salīdzināmam;
“apakšpartija”:	lielas partijas daļa, kas izraudzīta paraugu ņemšanai, izmantojot noteiktu paraugu ņemšanas metodi. Katrai apakšpartijai jābūt fiziski nodalītai un identificējamai;
“elementārparaugs”:	materiāla daudzums, kas ņemts vienā partijas vai apakšpartijas vietā;
“kopparaugs”:	visu no partijas vai apakšpartijas ņemto elementārparaugu kopums; kopparaugi uzskatāmi par raksturīgiem partijām vai apakšpartijām, no kurām tie paņemti;
“laboratorijas paraugs”:	paraugs, kas paredzēts laboratorijai.

## B. DAĻA

**PARAUGU ŅEMŠANAS METODES**B.1. **VISPĀRĪGI NOTEIKUMI**B.1.1. **Personāls**

Paraugu ņemšanu veic pilnvarota persona, kuru izraudzījusies dalībvalsts.

B.1.2. **Materiāls, no kura ņem paraugus**

No katras pārbaudāmās partijas vai apakšpartijas paraugus ņem atsevišķi.

B.1.3. **Veicamie piesardzības pasākumi**

Ņemot paraugus, jāveic piesardzības pasākumi, lai novērstu jebkādas pārmaiņas, kas varētu ietekmēt piesārņotāju koncentrāciju, nelabvēlīgi ietekmēt analītisko noteikšanu vai kuru dēļ kopparaugus vairs nevarētu uzskatīt par reprezentatīviem.

B.1.4. **Elementārparaugi**

Cik vien iespējams, elementārparaugus ņem dažādās partijas vai apakšpartijas vietās. Atkāpes no šīs procedūras jāreģistrē šā pielikuma B.1.8. punktā paredzētajā paraugu ņemšanas protokolā.

B.1.5. **Kopparauga sagatavošana**

Kopparaugu veido, apvienojot elementārparaugus.

**▼B****B.1.6. Paraugu prasību izpildes, aizstāvības un arbitrāžas nolūkos**

Paraugus prasību izpildes, aizstāvības un arbitrāžas nolūkos ņem no homogenizētā kopparauga, ja tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem saistībā ar pārtikas nozares uzņēmēju tiesībām.

**B.1.7. Paraugu iepakošana un nosūtīšana**

Katru paraugu ievieto tīrā inerta materiāla traukā, kas pietiekami pasargā no piesārņojuma, analizējamo vielu zuduma, kas rodas, tiem adsorbējoties uz trauka iekšējās sienas, kā arī pret bojājumiem, kas rodas transportēšanas laikā. Ir jāievēro visi piesardzības pasākumi, kas vajadzīgi, lai novērstu jebkādas pārmaiņas parauga sastāvā, kas varētu rasties transportēšanas vai uzglabāšanas laikā.

**▼M1**

Ja paraugi tiek ņemti PAO analīzēm, ir jāizvairās izmantot plastmasas konteinerus, jo tie var izmantīt parauga PAO saturu. Ja iespējams, jāizmanto konteineri, kas izgatavoti no stikla, kura sastāvā nav PAO, un kas nodrošina parauga atbilstošu aizsardzību no gaismas. Ja praktisku apsvērumu dēļ tas nav iespējams, jānovērš vismaz parauga tieša saskare ar plastmasu, piem., ja paraugs ir ciets, tas pirms ievietošanas konteinerā jāietin alumīnija folijā.

**▼B****B.1.8. Paraugu aizzīmogošana un marķēšana**

Katru oficiālam lietojumam ņemtu paraugu aizplombē parauga ņemšanas vietā un marķē saskaņā ar dalībvalstīs spēkā esošajiem noteikumiem.

Par katru paraugu ņemšanu raksta protokolu, nodrošinot to, ka katru partiju vai apakšpartiju var nepārprotami identificēt, norādot partijas numuru un paraugu ņemšanas dienu un vietu, kā arī visu analīžu veicējiem noderīgo papildu informāciju.

**▼M1****B.2. PARAugu ŅEMŠANAS PLĀNI****B.2.1. Partiju sadalīšana apakšpartijās**

Liela partijas sadala apakšpartijās ar nosacījumu, ka apakšpartiju var fiziski nošķirt. Ražojumiem, ko pārdod beztaras sūtlījumos (piemēram, graudus), piemēro 1. tabulu. Citiem ražojumiem piemēro 2. tabulu. Ņemot vērā, ka partijas svars ne vienmēr precīzi atbilst apakšpartiju svaru summai, apakšpartijas svars var pārsniegt minēto svaru ne vairāk kā par 20 %.

**B.2.2. Elementārparaugu skaits**

Kopparauga svars ir vismaz 1 kilograms vai 1 litrs, izņemot gadījumus, kad tas nav iespējams, piemēram, tad, ja paraugu veido viens iepakojums vai viena vienība.

Elementārparaugu minimālo skaitu, ko ņem no partijas vai apakšpartijas, norāda atbilstoši 3. tabulā minētajam.

Šķidro beztaras ražojumu partija vai apakšpartija tieši pirms paraugu ņemšanas ir kārtīgi jāsamaisa manuāli vai mehāniski, bet tikai tik daudz, lai nepasliktinātu ražojuma kvalitāti. Tādējādi var pieņemt, ka attiecīgajā partijā vai apakšpartijā ir vienmērīga piesārņotāju koncentrācija. Tādēļ kopparauga veidošanai pietiek ar trijiem no partijas vai apakšpartijas ņemtiem elementārparaugiem.

▼ **M1**

Visu elementārparaugu svars/tilpums ir vienāds. Viena elementārparauga svars/tilpums ir vismaz 100 gramu vai 100 mililitru, bet iegūtā kopparauga svars/tilpums ir vismaz 1 kilograms vai 1 litrs. Atkāpes no šīs metodes reģistrē šā pielikuma B.1.8. punktā paredzētajā paraugu ņemšanas protokolā.

1. tabula

**Partiju sadalīšana apakšpartijās (beztaras sūtījumos tirgoti ražojumi)**

Partijas svars (tonnās)	Apakšpartiju svars vai skaits
≥ 1 500	500 tonnas
> 300 un < 1 500	3 apakšpartijas
≥ 100 un ≤ 300	100 tonnas
< 100	—

2. tabula

**Partiju sadalīšana apakšpartijās (citi ražojumi)**

Partijas svars (tonnās)	Apakšpartiju svars vai skaits
≥ 15	15–30 tonnas
< 15	—

3. tabula

**No partijas vai apakšpartijas ņemamo elementārparaugu minimālais skaits**

Partijas/apakšpartijas svars vai tilpums (kilogramos vai litros)	Ņemamo elementārparaugu minimālais skaits
< 50	3
≥ 50 un ≤ 500	5
> 500	10

Ja partija vai apakšpartija sastāv no atsevišķiem iepakojumiem vai vienībām, tad kopparauga izveidošanai ņem tādu iepakojumu vai vienību skaitu, kāds norādīts 4. tabulā.

4. tabula

**Iepakojumu vai vienību (elementārparaugu) skaits, ko ņem, lai izveidotu kopparaugu, ja partija vai apakšpartija sastāv no atsevišķiem iepakojumiem vai vienībām**

Iepakojumu vai vienību skaits partijā/apakšpartijā	Ņemamo iepakojumu vai vienību skaits
≤ 25	vismaz 1 iepakojums vai 1 vienība
26–100	apmēram 5 %, vismaz 2 iepakojumi vai 2 vienības
> 100	apmēram 5 %, ne vairāk kā 10 iepakojumi vai 10 vienības

**▼ M1**

Maksimāli pieļaujamā neorganiskās alvas koncentrācija attiecas uz katras kārbas saturu, bet praktisku iemeslu dēļ ir jāizmanto kopparauga pieeja. Ja kopparauga testēšanas rezultātā iegūtā koncentrācija ir nedaudz mazāka nekā maksimāli pieļaujamā neorganiskās alvas koncentrācija un ja ir aizdomas, ka atsevišķās kārbās maksimāli pieļaujamā koncentrācija varētu būt pārsniegta, tad var būt nepieciešami turpmāki pētījumi.

Ja šajā punktā paredzēto paraugu ņemšanas metodi nav iespējams piemērot nepieņemamu saimniecisko segu (piem., iepakojuma veida, partijas bojājuma u. c.) dēļ vai arī iepriekš minēto paraugu ņemšanas metodi nav iespējams piemērot praktisku apsvērumu dēļ, var izmantot alternatīvu paraugu ņemšanas metodi ar nosacījumu, ka tiek nodrošināta pietiekama pārbaudāmās partijas vai apakšpartijas paraugu reprezentativitāte un ka procedūra tiek sīki dokumentēta.

**B.2.3. Īpaši paraugu ņemšanas noteikumi attiecībā uz lielām zivīm, kas tiek saņemtas lielās partijās**

Ja partijā vai apakšpartijā, no kuras ņemami paraugi, ir lielas zivis (atsevišķas zivis, kas sver vairāk nekā 1 kg) un ja attiecīgā partija vai apakšpartija sver vairāk nekā 500 kg, elementārparaugu veido zivs vidējā daļa. Katrs elementārparaugs sver vismaz 100 g.

**B.3. PARAUGU ŅEMŠANA MAZUMTIRDZNIECĪBAS POSMĀ**

Pārtikas paraugu ņemšana mazumtirdzniecības posmā pēc iespējas jāveic saskaņā ar paraugu ņemšanas nosacījumiem, kas noteikti šā pielikuma B.2.2. punktā.

Ja B.2.2. punktā paredzēto paraugu ņemšanas metodi nav iespējams piemērot nepieņemamu saimniecisko segu (piem., iepakojuma veida, partijas bojājuma u. c.) dēļ vai arī iepriekš minēto paraugu ņemšanas metodi nav iespējams piemērot praktisku apsvērumu dēļ, var izmantot alternatīvu paraugu ņemšanas metodi ar nosacījumu, ka tiek nodrošināta pietiekama pārbaudāmās partijas vai apakšpartijas paraugu reprezentativitāte un ka procedūra tiek sīki dokumentēta.

**▼ B****C. DAĻA****PARAUGU SAGATAVOŠANA UN ANALĪZE****C.1. LABORATORIJAS KVALITĀTES STANDARTI**

Laboratorijas atbilst Regulas (EK) Nr. 882/2004 ► **M1** ————— ◀  
12. panta noteikumiem.

Laboratorijas piedalās attiecīgās piemērotības pārbaudes shēmās, kas atbilst "Starptautiskajam saskaņotajam protokolam (ķīmisko) analītisko laboratoriju piemērotības pārbaudei" <sup>(1)</sup>, kurš izstrādāts *IUPAC/ISO/AOAC* vadībā.

Laboratorijām jāspēj apliecināt, ka tajās ir ieviestas iekšējās kvalitātes kontroles procedūras. To piemēri ir "*ISO/AOAC/IUPAC* Pamatnostādnes par iekšējo kvalitātes kontroli analītiskās ķīmijas laboratorijās" <sup>(2)</sup>.

Tomēr, kad vien iespējams, analīžu ticamību novērtē, analizē izmantojot atbilstošus sertificētus standartmateriālus.

<sup>(1)</sup> "The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories", M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 2006, 78, 145–96.

<sup>(2)</sup> Tās rediģēja M. Thompson un R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649–666.

**▼B**

## C.2. PARAUGU SAGATAVOŠANA

C.2.1. **Piesardzības pasākumi un vispārīgi apsvērumi**

Pamatprasība ir iegūt reprezentatīvu un homogēnu laboratorijas paraugu bez sekundāra piesārņojuma.

Laboratorijas parauga sagatavošanā jāizmanto viss laboratorijā saņemtais paraugmateriāls.

Atbilstību Regulā (EK) Nr. 1881/2006 paredzētajai maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai nosaka, pamatojoties uz laboratorijas paraugos noteikto koncentrāciju.

C.2.2. **Īpašas paraugu sagatavošanas procedūras**C.2.2.1. **Īpašas svinam, kadmijam, dzīvsudrabam un neorganiskajai alvai paredzētās procedūras**

Analīžu veicēji raugās, lai paraugu sagatavošanas posmā paraugi netiktu piesārņoti. Ja iespējams, ierīcēs un iekārtās, kas nonāk saskarsmē ar paraugu, nevar būt šo minēto metālu un tām jābūt izgatavotām no inertiem materiāliem, piemēram, no tādām plastmasām kā polipropilēns, politetrafluoretilēns (*PTFE*) u. c. Tām jābūt notīrītām ar skābi, lai maksimāli samazinātu piesārņojuma risku. Augstas kvalitātes nerūsējošu tēraudu var izmantot, lai grieztu šķautnes.

**▼M1**

Ir daudzas apmierinošas specifiskas paraugu sagatavošanas procedūras, ko var izmantot attiecīgajiem ražojumiem. Attiecībā uz aspektiem, kas nav īpaši izklāstīti šajā regulā, par apmierinošām uzskata procedūras, kas aprakstītas CEN standartā "Pārtikas produkti – mikroelementu noteikšana – izpildes kritēriji, vispārīgie apsvērumi un paraugu sagatavošana" <sup>(1)</sup>, taču vienlīdz līdzvērtīgas var būt arī citas paraugu sagatavošanas procedūras.

**▼B**

Izmantojot neorganisko alvu, jānodrošina, lai šķīdumā būtu ietverts viss materiāls, jo ir zināms, ka viegli rodas zudumi, jo īpaši hidrolīzes dēļ, kas notiek attiecībā uz nešķīstošo oksīdu hidrātu Sn(IV).

**▼M1**C.2.2.2. **Īpašas policikliskajiem aromātiskajiem ogļūdeņražiem paredzētās procedūras**

Analīžu veicējiem jānodrošina, lai paraugu sagatavošanas posmā paraugi netiktu piesārņoti. Lai maksimāli samazinātu piesārņojuma risku, trauki pirms lietošanas ir jāskalo ar augstas tīrības pakāpes acetonu vai heksānu. Ja iespējams, ierīcēm un iekārtām, kas nonāk saskarē ar paraugu, jābūt izgatavotām no inertiem materiāliem, piemēram, no alumīnija, stikla vai pulēta nerūsējošā tērauda. Jāizvairās no tādu plastmasu kā polipropilēns vai *PTFE* lietošanas, jo nosakāmās vielas var adsorbēties uz šiem materiāliem.

**▼B**C.2.3. **Laboratorijā saņemtā parauga apstrāde**

Visu kopparaugu (vajadzības gadījumā) sasmalcina un rūpīgi sajauc, izmantojot pārbaudītu procesu, kas nodrošina pilnīgu homogenizāciju.

<sup>(1)</sup> Standarts EN 13804:2002, "Pārtikas produkti – Mikroelementu noteikšana – Izpildes kritēriji, vispārīgie apsvērumi un paraugu sagatavošana", CEN, Rue de Stassart 36, B-1050, Brisele.



**▼ B****C.2.4. Paraugi prasību izpildes, aizstāvības un arbitrāžas nolūkos**

Paraugus prasību izpildes, aizstāvības un arbitrāžas nolūkos ņem no homogenizētā materiāla, ja vien tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem par paraugu ņemšanu saistībā ar pārtikas nozares uzņēmēju tiesībām.

**C.3. ANALĪZES METODES****C.3.1. Definīcijas**

Piemēro šādas definīcijas:

$r =$  atkārtojamība ir vērtība, par kuru zemāka ir noteiktas varbūtības robežās esošā (parasti 95 %), atkārtojamības apstākļos (t. i., tas pats uzņēmējs to ieguvis ar to pašu paraugu, to pašu iekārtu, tajā pašā laboratorijā un pēc īsa pārtraukuma) iegūto pārbaudes rezultātu sagaidāmā absolūtā starpība, un tāpēc  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  standartnovirze, ko aprēķina pēc atkārtojamības apstākļos iegūtiem rezultātiem.

$RSD_r =$  relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc atkārtojamības apstākļos iegūtiem rezultātiem  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R =$  reproducējamība ir vērtība, par kuru zemāka ir noteiktas varbūtības robežās (parasti 95 %) esošā, reproducējamības apstākļos (t. i., izmantojot standartizētu pārbaudes metodi, no identiska materiāla dažādās laboratorijās) iegūto rezultātu sagaidāmā absolūtā starpība;  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  standartnovirze, ko aprēķina no reproducējamības apstākļos iegūtiem rezultātiem.

$RSD_R =$  relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc reproducējamības apstākļos iegūtajiem rezultātiem  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$LOD =$  noteikšanas robeža, mazākā noteiktā koncentrācija, no kuras ar pietiekamu statistisku ticamību iespējams konstatēt analizējamās vielas klātbūtni. Noteikšanas robeža ir skaitliski vienāda ar trīskāršu nejaušās analīzes rezultāta vidējās vērtības standartnovirzi ( $n > 20$ ).

$LOQ =$  noteikšanas robeža, zemākā analizējamās vielas koncentrācija, ko ar pietiekamu statistisku ticamību var izmērīt. Ja pareizība un precizitāte koncentrācijas diapazonā ap noteikšanas robežu nemainās, tad kvantitatīvās noteikšanas robeža skaitliski ir vienāda ar seškārtīgu vai desmitkārtīgu nejaušās analīzes rezultāta vidējās vērtības standartnovirzi ( $n > 20$ ).

**▼ M1**

$HORRAT ({}^1)_r =$  novērotā  $RSD_r$  vērtība, dalīta ar  $RSD_r$  vērtību, kas aprēķināta no (pārveidota) Horvica vienādojuma <sup>(2)</sup>, (sal. ar C.3.3.1. punktu ("Piezīmes par izpildes kritērijiem")), izmantojot pieņēmumu  $r = 0,66 R$ .

<sup>(1)</sup> Horwitz W., Albert, R., 2006, *The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision*, *Journal of AOAC International*, Vol. 89, 1095–1109.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125. un 385.–386. lpp.

**▼ M1**

$HORRAT$  <sup>(1)</sup><sub>R</sub> = novērotā  $RSD_R$  vērtība, dalīta ar  $RSD_R$  vērtību, kas aprēķināta no (pārveidota) Horvica vienādojuma <sup>(2)</sup>, (sal. ar C.3.3.1. punktu ("Piezīmes par izpildes kritērijiem"))).

$u$  = kombinētā standarta mērījumu nenoteiktība, kas iegūta, izmantojot individuālās standarta mērījumu nenoteiktības vērtības, kuras saistītas ar mērījuma modelī ievadītajiem lielumiem <sup>(3)</sup>.

**▼ B**

$U$  = izvērstā mērījumu nenoteiktība, izmantojot paplašinājuma koeficientu 2, kas nodrošina apmēram 95 % ticamības līmeni ( $U = 2u$ ).

$U_f$  = maksimālā standarta mērījumu nenoteiktība.

**▼ M1****C.3.2. Vispārīgas prasības**

Pārtikas produktu kontroles nolūkā izmantotās analīžu metodes atbilst Regulas (EK) Nr. 882/2004 III pielikuma noteikumiem.

Kopējās alvas koncentrācijas analīzes metodes ir piemērotas neorganiskās alvas koncentrācijas oficiālajai kontrolei.

Attiecībā uz svina analīzi vīnā piemēro *OIV* <sup>(4)</sup> noteiktās metodes un noteikumus, kas ir saskaņā ar Padomes Regulas (EK) Nr. 479/2008 <sup>(5)</sup> 31. pantu.

**▼ B****C.3.3. Īpašās prasības****▼ M1****C.3.3.1. Izpildes kritēriji**

Ja Eiropas Savienības līmenī nav noteiktas īpašas metodes pārtikas produktos esošo piesārņotāju noteikšanai, laboratorijas attiecīgās matricas analīzei var izvēlēties jebkuru apstiprinātu analīzes metodi ar nosacījumu, ka izvēlētais metode atbilst īpašajiem 5., 6. un 7. tabulā noteiktajiem izpildes kritērijiem.

Vajadzības gadījumā ir ieteicams izmantot pilnībā apstiprinātas metodes (t. i., attiecīgās matricas analīzes metodes, kuras apstiprinātas sadarbības eksperimentos), ja tādas ir pieejamas. Var izmantot arī citas piemērotas apstiprinātas metodes (piem., attiecīgās matricas analīzes metodes, kas apstiprinātas uzņēmumā) ar nosacījumu, ka tās atbilst 5., 6. un 7. tabulā noteiktajiem izpildes kritērijiem.

<sup>(1)</sup> Horwitz W., Albert, R., 2006, *The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision*, *Journal of AOAC International*, Vol. 89, 1095–1109.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125. un 385.–386. lpp.

<sup>(3)</sup> *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*, JCGM 200:2008.

<sup>(4)</sup> Starptautiskais Vīnogulāju un vīna birojs.

<sup>(5)</sup> Padomes 2008. gada 29. aprīļa Regula (EK) Nr. 479/2008 par vīna tirgus kopējo organizāciju, ar ko groza Regulas (EK) Nr. 1493/1999, (EK) Nr. 1782/2003, (EK) Nr. 1290/2005 un (EK) Nr. 3/2008 un atceļ Regulas (EEK) Nr. 2392/86 un (EK) Nr. 1493/1999 (OV L 148, 6.6.2008., 1. lpp.).

▼ **M1**

Ja iespējams, apstiprinot metodes uzņēmumā, izmanto sertificētus standartmateriālus.

- a) Svina, kadmija, dzīvsudraba un neorganiskās alvas analīzes metožu izpildes kritēriji

5. tabula

Parametri	Kritērijs		
Piemērojamība	Regulā (EK) Nr. 1881/2006 norādītie pārtikas produkti		
Specifiskums	Nav matricas vai spektrālo piejaukumu		
Atkārtojamība (RSD <sub>r</sub> )	HORRAT <sub>r</sub> mazāks nekā 2		
Reproducējamība (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> mazāks nekā 2		
Atgūšana	Piemēro D.1.2. punkta noteikumus		
	Neorganiskā alva	Svins, kadmiji, dzīvsudrabs	
		ML ir < 0,100 mg/kg	ML ir ≥ 0,100 mg/kg
LOD	≤ 5 mg/kg	≤ viena piektdaļa no ML	≤ viena desmitdaļa no ML
LOQ	≤ 10 mg/kg	≤ divas piektdaļas no ML	≤ viena piektdaļa no ML

- b) 3-MHPD analīzes metožu izpildes kritēriji

6. tabula

Parametri	Kritērijs
Piemērojamība	Regulā (EK) Nr. 1881/2006 norādītie pārtikas produkti
Specifiskums	Nav matricas vai spektrālo piejaukumu
Tukšie lauki	Mazāk nekā LOD
Atkārtojamība (RSD <sub>r</sub> )	RSD <sub>R</sub> , kas aprēķināts pēc (pārveidota) Horvica vienādojuma, reizināts ar 0,66
Reproducējamība (RSD <sub>R</sub> )	aprēķināts pēc (pārveidota) Horvica vienādojuma
Atgūšana	75–110 %
LOD	≤ 5 µg/kg (vielai esot sausā veidā)
LOQ	≤ 10 µg/kg (vielai esot sausā veidā)

- c) Policiklisko aromātisko ogļūdeņražu analīzes metožu izpildes kritēriji

Četri policikliskie aromātiskie ogļūdeņraži, uz kuriem attiecas šie kritēriji, ir benzo(a)pirēns, benz(a)antracēns, benzo(b)fluorantēns un krizīns.

▼ **M1**

7. tabula

Parametri	Kritērijs
Piemērojamība	Regulā (EK) Nr. 1881/2006 norādītie pārtikas produkti
Specifiskums	Nav matricas vai spektrālo piejaukumu, pozitīvās noteikšanas pārbaude
Atkārtojamība (RSD <sub>T</sub> )	HORRAT <sub>T</sub> mazāks nekā 2
Reproducējamība (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> mazāks nekā 2
Atgūšana	50–120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg katrai no četrām vielām
LOQ	≤ 0,90 µg/kg katrai no četrām vielām

## d) Piezīmes par izpildes kritērijiem

Horvica vienādojums <sup>(1)</sup> (koncentrācijām  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) un pārveidotais Horvica vienādojums <sup>(2)</sup> (koncentrācijām  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) ir vispārēji precizitātes vienādojumi, kas ir neatkarīgi no analizējamās vielas un matricas, bet pilnībā atkarīgi no koncentrācijas.

Pārveidotais Horvica vienādojums koncentrācijām  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ :

$$RSD_R = 22 \%$$

kur:

— RSD<sub>R</sub> ir relatīvā standartnovirze, ko aprēķina no rezultātiem, kuri iegūti, ievērojot atkārtojamību  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ,

— C ir koncentrācijas attiecība (t. i., 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Pārveidoto Horvica vienādojumu piemēro koncentrācijām  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Horvica vienādojums koncentrācijām  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

kur:

— RSD<sub>R</sub> ir relatīvā standartnovirze, ko aprēķina no rezultātiem, kuri iegūti, ievērojot atkārtojamību  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ,

— C ir koncentrācijas attiecība (t. i., 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Horvica vienādojumu piemēro koncentrācijām  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

<sup>(1)</sup> W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, *J.Assoc.Off.Analy.Chem.*, 1980., 63, 1344.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125. un 385.–386. lpp.

▼ **M1**

## C.3.3.2. “Mērķatbilstības” pieeja

Lai izvērtētu, vai uzņēmumā apstiprinātās metodes ir piemērotas oficiālas kontroles veikšanai, kā alternatīvu var izmantot “mērķatbilstības” pieeju <sup>(1)</sup>. Izmantojot metodes, kas piemērotas oficiālas kontroles veikšanai, jāiegūst rezultāti ar kombinētu standarta mērījumu nenoteiktību, kas mazāki nekā maksimālā standarta mērījumu nenoteiktība, kuru aprēķina, izmantojot šādu formulu.

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

kur:

- $U_f$  ir maksimālā standarta mērījumu nenoteiktība ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- LOD ir metodes noteikšanas robeža ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ). LOD ir jāatbilst C.3.3.1. punktā paredzētajiem izpildes kritērijiem,
- C ir nosakāmā koncentrācija ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- $\alpha$  ir skaitliskais koeficients, ko izmanto atkarībā no lieluma C. Izmantojamie lielumi ir norādīti 8. tabulā.

## 8. tabula

Skaitliskās vērtības  $\alpha$ , ko izmanto kā konstanti šajā punktā sniegtajā formulā atkarībā no nosakāmās koncentrācijas

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

Analīzu veicējam jāņem vērā “Ziņojums par saistību starp analīžu rezultātiem, mērījumu nenoteiktību, atgūšanas faktoriem un ES tiesību aktu noteikumiem attiecībā uz pārtiku un barību” <sup>(2)</sup>.

▼ **B**

## D. DAĻA

**REZULTĀTU ZIŅOŠANA UN INTERPRETĒŠANA**

## D.1. ZIŅOŠANA

D.1.1. **Rezultātu izteikšana**

Rezultāti jāizsaka tādās pašās vienībās un ar tādu pašu nozīmīgu rādītāju skaitu kā maksimāli pieļaujamā koncentrācija, kas noteikta Regulā (EK) Nr. 1881/2006.

D.1.2. **Atgūšanas aprēķini**

Analītiskajā metodē piemērojot ekstrakciju, analītisko rezultātu koriģē, ņemot vērā atgūšanu. Šādā gadījumā jāziņo atgūšanas līmenis.

<sup>(1)</sup> M. Thompson, R. Wood, *Accred. Qual. Assur.*, 2006., 10. un 471.–478. lpp.

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analyses\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analyses_2004_en.pdf)

**▼ M1**

Ja analītiskajā metodē nepiemēro ekstrakciju (piemēram, gadījumā ar metāliem), tad attiecībā uz atgūšanu var ziņot nekoriģētu rezultātu, ja, optimāli izmantojot piemērotu sertificētu standartmateriālu, ir sniegti pierādījumi par tādas sertificētas koncentrācijas iegūšanu, ar kuru var panākt mērījumu nenoteiktību (piemēram, ļoti precīzs mērījums), un ja attiecīgā metode ir objektīva. Ja attiecībā uz atgūšanu tiek ziņots nekoriģēts rezultāts, tas ir jānorāda.

**▼ B****D.1.3. Mērījuma nenoteiktība**

Analītiskais rezultāts jāpaziņo kā  $x \pm U$ , kur  $x$  ir analītiskais rezultāts un  $U$  ir paplašinātā mērījumu nenoteiktība, izmantojot paplašinājuma koeficientu 2, kas dod aptuveni 95 % ticamības pakāpi ( $U = 2u$ ).

**▼ M1**

Analīzu veicējam jāņem vērā “Ziņojums par saistību starp analīzu rezultātiem, mērījumu nenoteiktību, atgūšanas faktoriem un ES tiesību aktu noteikumiem attiecībā uz pārtiku un barību”<sup>(1)</sup>.

**▼ B****D.2. REZULTĀTU INTERPRETĒŠANA****D.2.1. Partijas/apakšpartijas pieņemšana**

Partiju vai apakšpartiju pieņem, ja laboratorijas parauga analītiskais rezultāts nepārsniedz attiecīgo Regulā (EK) Nr. 1881/2006 noteikto maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, ņemot vērā izvērsto mērījumu nenoteiktību un attiecībā uz atgūšanu koriģēto rezultātu, ja izmantotajai analītiskajai metodei ir piemērota ekstrakcija.

**D.2.2. Partijas/apakšpartijas noraidīšana**

Partiju vai apakšpartiju noraida, ja laboratorijas parauga analītiskais rezultāts neapšaubāmi pārsniedz attiecīgo Regulā (EK) Nr. 1881/2006 noteikto maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, ņemot vērā izvērsto mērījumu nenoteiktību un attiecībā uz atgūšanu koriģēto rezultātu, ja izmantotajai analītiskajai metodei ir piemērota ekstrakcija.

**D.2.3. Piemērojāmība**

Šos interpretācijas noteikumus piemēro analīzu rezultātam, kas iegūts izpildei izmantotajā paraugā. Analīzēm, kas vajadzīgas aizstāvības vai arbitražas vajadzībām, piemēro attiecīgās valsts tiesību normas.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis-s\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis-s_2004_en.pdf)