

Dokument ten służy wyłącznie do celów informacyjnych i nie ma mocy prawnej. Unijne instytucje nie ponoszą żadnej odpowiedzialności za jego treść. Autentyczne wersje odpowiednich aktów prawnych, włącznie z ich preambułami, zostały opublikowane w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej i są dostępne na stronie EUR-Lex. Bezpośredni dostęp do tekstów urzędowych można uzyskać za pośrednictwem linków zawartych w dokumencie

► **B**

► **M2** ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 333/2007

z dnia 28 marca 2007 r.

ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów kontroli poziomów pierwiastków śladowych i zanieczyszczeń procesowych w środkach spożywczych ◀

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

(Dz.U. L 88 z 29.3.2007, s. 29)

zmienione przez:

		Dziennik Urzędowy		
		nr	strona	data
► <u>M1</u>	Rozporządzenie Komisji (UE) nr 836/2011 z dnia 19 sierpnia 2011 r.	L 215	9	20.8.2011
► <u>M2</u>	Rozporządzenie Komisji (UE) 2016/582 z dnia 15 kwietnia 2016 r.	L 101	3	16.4.2016
► <u>M3</u>	Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2019/2093 z dnia 29 listopada 2019 r.	L 317	96	9.12.2019
► <u>M4</u>	Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2021/705 z dnia 28 kwietnia 2021 r.	L 146	73	29.4.2021
► <u>M5</u>	Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2022/685 z dnia 28 kwietnia 2022 r.	L 126	14	29.4.2022
► <u>M6</u>	Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2022/2418 z dnia 9 grudnia 2022 r.	L 318	4	12.12.2022

▼ B

▼ M2

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 333/2007

z dnia 28 marca 2007 r.

ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów kontroli poziomów pierwiastków śladowych i zanieczyszczeń procesowych w środkach spożywczych

▼ B

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

Artykuł 1

▼ M3

1. Pobieranie próbek i analiza do celów kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, arsenu nieorganicznego, 3-monochloropropano-1,2-diolu (3-MCPD), estrów 3-MCPD kwasów tłuszczowych, estrów glicydowych kwasów tłuszczowych, wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych (WWA) i nadchloranu, wymienionych w sekcjach 3, 4, 6 i 9 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006, oraz do celów kontroli poziomów akryloamidu zgodnie z rozporządzeniem Komisji (UE) 2017/2158 ⁽¹⁾ przeprowadza się zgodnie z załącznikiem do niniejszego rozporządzenia.

▼ B

2. Ustęp 1 stosuje się, nie naruszając przepisów rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

Artykuł 2

Dyrektywy 2001/22/WE, 2004/16/WE i 2005/10/WE tracą moc.

Odniesienia do uchylonych dyrektyw należy traktować jako odniesienia do niniejszego rozporządzenia.

Artykuł 3

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsze rozporządzenie stosuje się od dnia 1 czerwca 2007 r.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich państwach członkowskich.

⁽¹⁾ Rozporządzenie Komisji (UE) 2017/2158 z dnia 20 listopada 2017 r. ustanawiające środki łagodzące i poziomy odniesienia służące ograniczeniu obecności akryloamidu w żywności (Dz.U. L 304 z 21.11.2017, s. 24).

▼ B*ZAŁĄCZNIK**CZĘŚĆ A***DEFINICJE**

Do celów niniejszego załącznika zastosowanie mają następujące definicje:

▼ M5

„partia”: możliwa do zidentyfikowania ilość żywności, która została dostarczona w jednym terminie i co do której urzędnik stwierdził, że posiada takie wspólne właściwości jak pochodzenie, odmiana, gatunek, obszar połowu, rodzaj opakowania, pakowacz, nadawca lub oznakowania;

▼ B

„podpartia”: część dużej partii wskazana w celu zastosowania do niej metody pobierania próbek. 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; próbki zbiorcze uważa się za reprezentatywne dla danych partii lub podpartii, z których zostały pobrane;

„próbka laboratoryjna”: próbka przeznaczona do badania laboratoryjnego;

▼ M5

„porównywalna wielkość lub masa”: różnica wielkości lub masy nie przekracza 50 %.

▼ B*CZĘŚĆ B***METODY POBIERANIA PRÓBEK****B.1. PRZEPISY OGÓLNE****B.1.1. Personel**

Próbki pobierane są przez upoważnione osoby wyznaczone przez państwo członkowskie.

B.1.2. Materiał przeznaczony do pobierania próbek

Z każdej partii lub podpartii podlegającej badaniu należy pobrać odrębne próbki.

B.1.3. Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogłyby wpłynąć na zawartość zanieczyszczeń, niekorzystnie oddziaływać na wynik analizy lub spowodować, że próbki zbiorcze nie będą reprezentatywne.

B.1.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne pobiera się z różnych miejsc partii lub podpartii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt B.1.8. niniejszego załącznika.

B.1.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych.

▼ B**B.1.6. Próbkki do celów egzekwowania i obrony praw oraz arbitrażu**

Próbki do celów egzekwowania i obrony praw oraz arbitrażu pobiera się ze zhomogenizowanej próbki zbiorczej, o ile nie koliduje to z przepisami państw członkowskich w zakresie praw podmiotu prowadzącego przedsiębiorstwo spożywcze.

B.1.7. Pakowanie i przekazywanie próbek

Każdą próbkę umieszcza się w czystym pojemniku wykonanym z chemicznie obojętnego materiału, zapewniającym odpowiednią ochronę przed zanieczyszczeniem, przed utratą analitów wskutek adsorpcji na wewnętrznej ścianie pojemnika i przed uszkodzeniem w transporcie. Podejmowane są wszystkie niezbędne środki zaradcze w celu uniknięcia jakichkolwiek zmian w składzie próbki, które mogłyby powstać w trakcie jej transportu lub przechowywania.

▼ M1

W przypadku pobierania próbek do analizy WWA należy w miarę możliwości unikać pojemników z tworzyw sztucznych, gdyż mogłyby one zmienić zawartość WWA w próbce. Jeśli to możliwe, należy stosować obojętne, niezawierające WWA szklane pojemniki, odpowiednio chroniące próbkę przed światłem. Jeżeli jest to w praktyce niemożliwe, należy przynajmniej unikać bezpośredniego kontaktu próbki z tworzywem sztucznym, np. w przypadku próbek stałych, poprzez owinięcie próbki w folię aluminiową przed jej umieszczeniem w pojemniku.

▼ B**B.1.8. Pieczętowanie i etykietowanie próbek**

Każdą próbkę pobraną do celów urzędowych pieczętuje się w miejscu pobrania oraz znakuje zgodnie z przepisami państwa członkowskiego.

Dla każdej pobranej próbki sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczny identyfikację każdej partii lub podpartii (należy podać numer partii), w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz z wszelkimi dodatkowymi informacjami, które mogą okazać się pomocne dla analityka.

▼ M1**B.2. PLANY POBIERANIA PRÓBEK****B.2.1. Podział partii na podpartie**

Duże partie są dzielone na podpartie, pod warunkiem że mogą one być fizycznie wyodrębnione. W przypadku produktów sprzedawanych luzem (np. zboża) zastosowanie ma tabela 1. W odniesieniu do pozostałych produktów zastosowanie ma tabela 2. Biorąc pod uwagę, że masa partii nie zawsze jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może być większa od wspomnianej masy o nie więcej niż 20 %.

▼ M4**B.2.2. Liczba próbek pierwotnych**

W przypadku żywności innej niż suplementy diety, suszone przyprawy lub zioła, suszone grzyby, algi lub porosty próbka zbiorcza musi ważyć co najmniej 1 kilogram lub mieć objętość co najmniej 1 litra, z wyjątkiem przypadków, gdy nie jest to możliwe, np. gdy próbka składa się z 1 opakowania lub jednostki.

W przypadku suplementów diety, suszonych przypraw lub ziół, suszonych grzybów, alg lub porostów próbka zbiorcza musi ważyć co najmniej 100 gramów lub mieć objętość co najmniej 100 mililitrów.

W przypadku żywności innej niż suplementy diety minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii lub podpartii musi być zgodna z tabelą 3.

▼ **M4**

W przypadku produktów ciekłych luzem partia lub podpartia musi być jak najdokładniej i w sposób jak najmniej wpływający na jakość produktu wymieszana metodą ręczną lub mechaniczną, bezpośrednio przed pobraniem próbki. W takim przypadku zakłada się jednorodny rozkład zanieczyszczeń w danej partii lub podpartii. W związku z tym liczba próbek pierwotnych z partii lub podpartii do utworzenia próbki zbiorczej wynosi trzy.

Jeżeli partia lub podpartia składa się z pojedynczych opakowań lub jednostek, w przypadku żywności innej niż suplementy diety, liczba opakowań lub jednostek (próbki pierwotne), które należy pobrać w celu utworzenia próbki zbiorczej, musi być zgodna z tabelą 4a.

Próbki pierwotne muszą mieć podobną masę/objętość. W przypadku żywności innej niż suplementy diety, suszone przyprawy lub zioła, suszone grzyby, algi lub porosty masa/objętość próbki pierwotnej musi wynosić co najmniej 100 gramów lub co najmniej 100 mililitrów, co daje próbkę zbiorczą o masie co najmniej około 1 kilograma lub o objętości co najmniej około 1 litra.

W przypadku suszonych przypraw lub ziół, suszonych grzybów, alg lub porostów masa/objętość próbki pierwotnej musi wynosić co najmniej 35 gramów lub co najmniej 35 mililitrów, co daje próbkę zbiorczą o masie co najmniej 100 gramów lub o objętości co najmniej 100 mililitrów.

Najwyższe dopuszczalne poziomy cyny nieorganicznej odnoszą się do zawartości każdej puszkii, jednak ze względów praktycznych można stosować próbki zbiorcze. Jeżeli wynik badania dotyczącego zbiorczej próbki puszek jest niższy od najwyższego dopuszczalnego poziomu dla cyny nieorganicznej, ale do niego zbliżony, i jeżeli podejrzewa się, że w poszczególnych puszkach może być przekroczony najwyższy dopuszczalny poziom, konieczne jest przeprowadzenie dalszych badań.

W przypadku suplementów diety minimalna liczba i wielkość próbek pierwotnych musi być zgodna z tabelą 4b.

Gdy nie jest możliwe zastosowanie metody pobierania próbek opisanej w niniejszym pkt B.2. z powodu niedopuszczalnych konsekwencji ekonomicznych (np. ze względu na kształt opakowania, uszkodzenia partii) lub gdy zastosowanie metody pobierania próbek przewidzianej w niniejszym pkt B.2. jest praktycznie niemożliwe, można zastosować alternatywną metodę, pod warunkiem że jest ona wystarczająco reprezentatywna dla partii lub podpartii, z których pobiera się próbki, i jest w pełni udokumentowana. Odnotowuje się to w protokole, o którym mowa w pkt B.1.8.

Tabela 1

Podział partii na podpartie w przypadku produktów wprowadzanych do obrotu luzem

Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii
≥ 1 500	500 ton
> 300 oraz < 1 500	3 podpartie
≥ 100 oraz ≤ 300	100 ton
< 100	—

▼ **M4**

Tabela 2

Podział partii na podpartie w przypadku produktów, które nie są wprowadzane do obrotu luzem

Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii
≥ 15	15–30 ton
< 15	—

Tabela 3

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii lub podpartii żywności innej niż suplementy diety

Masa lub objętość partii lub podpartii (w kilogramach lub litrach)	Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać
< 50	3
≥ 50 oraz ≤ 500	5
> 500	10

Tabela 4a

Liczba opakowań lub jednostek (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki zbiorczej, jeżeli partia lub podpartia składa się z pojedynczych opakowań lub jednostek żywności innej niż suplementy diety

Liczba opakowań lub jednostek w partii/podpartii	Liczba opakowań lub jednostek, które należy pobrać
≤ 25	co najmniej 1 opakowanie lub jednostka
26–100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki
> 100	około 5 %, maksymalnie 10 opakowań lub jednostek

Tabela 4b

Minimalna liczba i wielkość próbek pierwotnych w przypadku suplementów diety

Wielkość partii (liczba opakowań)	Liczba opakowań (próbek pierwotnych) do pobrania próbki	Wielkość próbki pierwotnej
1–50	1	Cała zawartość opakowania
51–250	2	Cała zawartość opakowania
251–1 000	4	Z każdego objętego próbą opakowania detalicznego połowa zawartości opakowania

▼ **M4**

Wielkość partii (liczba opakowań)	Liczba opakowań (próbek pierwotnych) do pobrania próbki	Wielkość próbki pierwotnej
> 1 000	4 + 1 opakowań na 1 000 opakowań detalicznych, przy czym maksymalnie 25 opakowań detalicznych	≤ 10 opakowań: z każdego opakowania detalicznego połowa zawartości opakowania > 10 opakowań: z każdego opakowania pobiera się jednakową ilość, tak aby uzyskać próbkę równoważną zawartości 5 opakowań
Nieznana (dotyczy wyłącznie handlu elektronicznego)	1	Cała zawartość opakowania

▼ **M5**B.2.3. **Przepisy szczegółowe dotyczące pobierania próbek z partii zawierających całe ryby o porównywalnej wielkości lub masie**

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, jest określona w tabeli 3. Próbka zbiorcza otrzymana z połączenia wszystkich próbek pierwotnych musi ważyć co najmniej 1 kilogram (zob. pkt B.2.2).

- Jeżeli partia, z której należy pobrać próbki, zawiera małe ryby (poszczególne ryby ważą mniej niż 1 kilogram), jako próbkę pierwotną w celu utworzenia próbki zbiorczej pobiera się całą rybę. Jeżeli otrzymana w ten sposób próbka zbiorcza waży więcej niż 3 kilogramy, próbki pierwotne mogą składać się ze środkowych części ryb tworzących próbkę zbiorczą, przy czym każda część środkowa waży przynajmniej 100 gramów. Do homogenizacji próbki używa się całej części, do której stosuje się najwyższy dopuszczalny poziom.

Środkowa część ryby to część, w której znajduje się środek ciężkości. W większości przypadków środek ciężkości ulokowany jest przy płetwie grzbietowej (w przypadku ryb posiadających płetwę grzbietową) lub w połowie odległości między skrzelami a odbytem.

- Jeżeli partia, z której należy pobrać próbki, zawiera większe ryby (poszczególne ryby ważą więcej niż 1 kilogram), próbka pierwotna składa się ze środkowej części ryby. Każda próbka pierwotna waży co najmniej 100 gramów.

W przypadku ryb średniej wielkości (powyżej 1 kilograma i poniżej 6 kilogramów) jako próbkę pierwotną pobiera się płat ryby od kręgosłupa do brzucha ze środkowej części ryby.

W przypadku bardzo dużych ryb (powyżej 6 kilogramów) próbkę pierwotną pobiera się z prawej strony (patrząc od przodu) mięśnia grzbietowo-bocznego w środkowej części ryby. Jeżeli pobranie próbki z takiego miejsca w środkowej części ryby spowodowałoby znaczną szkodę ekonomiczną, za wystarczające niezależnie od wielkości partii można uznać pobranie trzech próbek pierwotnych o masie co najmniej 350 gramów każda, lub alternatywnie trzy próbki pierwotne o masie co najmniej 350 gramów każda, składające się w równych częściach (po 175 gramów) z mięśnia w pobliżu ogona oraz mięśnia w pobliżu głowy każdej ryby, można uznać za wystarczające niezależnie od wielkości partii.

▼ M5**B.2.4. Przepisy szczegółowe dotyczące pobierania próbek z partii ryb zawierającej całe ryby o różnej wielkości lub masie**

Zastosowanie mają przepisy pkt B.2.3 odnoszące się do składu próbki.

Jeżeli przeważa dana klasa lub kategoria wielkości lub masy (ok. 80 % partii lub więcej), próbkę pobiera się z ryb, których wielkość lub masa są przeważające. Próbka ta uważana jest za reprezentatywną dla całej partii.

Jeżeli nie przeważa żadna klasa lub kategoria wielkości lub masy, należy zapewnić, aby ryby wybrane do próbki były reprezentatywne dla całej partii. Szczegółowe wytyczne postępowania w takich przypadkach znajdują się w „Wytycznych pobierania próbek z całych ryb o różnej wielkości lub masie”⁽¹⁾.

B.2.5. Przepisy szczegółowe dotyczące pobierania próbek ze zwierząt lądowych

W przypadku mięsa i podrobów świń, bydła, owiec, kóz i koniowatych pobiera się próbkę o masie 1 kilograma od co najmniej jednego zwierzęcia. Jeżeli jest to konieczne do uzyskania próbki o masie 1 kilograma, pobiera się próbki o równej masie od więcej niż jednego zwierzęcia.

W przypadku mięsa drobiowego pobiera się próbki o równej masie od co najmniej trzech zwierząt w celu uzyskania próbki zbiorczej o masie 1 kilograma. W przypadku podrobów z drobiu pobiera się próbki o równej masie od co najmniej trzech zwierząt w celu uzyskania próbki zbiorczej o masie 300 gramów.

W przypadku mięsa i podrobów zwierząt dzikich utrzymywanych w warunkach fermowych i dzikich zwierząt lądowych pobiera się próbkę o masie 300 gramów od co najmniej jednego zwierzęcia. Jeżeli jest to konieczne do uzyskania próbki o masie 300 gramów, pobiera się próbki o równej masie od więcej niż jednego zwierzęcia.

▼ M1**B.3. POBIERANIE PRÓBEK Z OBROTU DETALICZNEGO**

Pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego odbywa się w miarę możliwości zgodnie z zasadami pobierania próbek opisanymi w pkt B.2.2 niniejszego załącznika.

Gdy nie jest możliwe zastosowanie metody pobierania próbek opisanej w pkt B.2.2 z powodu niedopuszczalnych konsekwencji ekonomicznych (np. ze względu na kształt opakowania, uszkodzenia partii itp.) lub gdy zastosowanie wyżej wymienionej metody pobierania próbek jest praktycznie niemożliwe, można zastosować alternatywną metodę, pod warunkiem że jest ona wystarczająco reprezentatywna dla partii lub podpartii, z których pobiera się próbki, i jest w pełni udokumentowana.

▼ B**CZĘŚĆ C****PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I ANALIZA****C.1. NORMY JAKOŚCI W LABORATORIUM**

Laboratorium musi spełniać wymogi określone w przepisach art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 ► **M1** ————— ◀.

⁽¹⁾ <https://ec.europa.eu/food/safety/chemical-safety/contaminants/sampling-and-analysis>

▼ B

Laboratoria uczestniczą we właściwych programach badań biegłości zgodnych z „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” („Międzynarodowym zharmonizowanym protokołem dotyczącym badań biegłości (chemicznych) laboratoriów analitycznych”) ⁽¹⁾ opracowanym pod patronatem IUPAC/ISO/AOAC.

Laboratoria są w stanie wykazać, że posiadają wewnętrzne procedury kontroli jakości. Przykładami takich procedur są „Wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych” ⁽²⁾.

W miarę możliwości poprawność analizy szacuje się poprzez uwzględnienie w badaniach odpowiednich certyfikowanych materiałów odniesienia.

C.2. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

▼ M5

C.2.1. Środki ostrożności i ogólne wytyczne

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

Do homogenizacji próbki wykorzystuje się całą część, do której stosuje się najwyższy dopuszczalny poziom.

W przypadku produktów innych niż ryby do przygotowania próbki laboratoryjnej wykorzystuje się cały materiał próbki dostarczonej do laboratorium.

W przypadku ryb cały materiał próbki dostarczonej do laboratorium poddaje się homogenizacji. Do przygotowania próbki laboratoryjnej wykorzystuje się reprezentatywną część lub ilość zhomogenizowanej próbki zbiorczej.

Zgodność z najwyższymi dopuszczalnymi poziomami określonymi w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006 ustala się na podstawie poziomów oznaczonych w próbkach laboratoryjnych.

▼ B

C.2.2. Szczegółowe procedury dotyczące przygotowania próbki

▼ M2

C.2.2.1. Szczegółowe procedury dotyczące ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej i arsenu nieorganicznego

Analityk dopilnowuje, aby próbki nie uległy zanieczyszczeniu w trakcie ich przygotowywania. W miarę możliwości aparatura i wyposażenie mające kontakt z próbką nie mogą zawierać metali, które mają być oznaczone, i powinny być wykonane z materiału obojętnego, np. tworzywa sztucznego, takiego jak polipropylen, politetrafluoroetylen (PTFE) itp. Powinny one zostać umyte kwasem w celu zminimalizowania ryzyka zanieczyszczenia. Krawędzie tnące mogą być wykonane z wysokiej jakości stali nierdzewnej.

⁽¹⁾ „The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories” (Międzynarodowy zharmonizowany protokół dotyczący badań biegłości chemicznych laboratoriów analitycznych): M. Thompson, S.L.R. Ellison i R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145-96.

⁽²⁾ Red. M. Thompson i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

▼ M2

Istnieje wiele dających dobre wyniki szczegółowych procedur przygotowywania próbek, które można stosować w odniesieniu do tych produktów. Dla aspektów niewyszczególnionych w niniejszym rozporządzeniu za wystarczające zostały uznane procedury opisane w normie CEN „Artykuły żywnościowe – Oznaczanie pierwiastków śladowych i ich form chemicznych – Uwagi ogólne i wymagania szczegółowe”⁽¹⁾, ale inne metody przygotowywania próbek mogą być jednako ważne.

W przypadku cyny nieorganicznej należy dopilnować, aby cały materiał przeprowadzono do roztworu, ponieważ stwierdzono łatwe występowanie strat, w szczególności ze względu na hydrolizę do nierozpuszczalnych uwodnionych tlenków Sn(IV).

▼ M1**C.2.2.2. Szczegółowe procedury dotyczące wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych**

Analitik musi dopilnować, aby próbki nie uległy zanieczyszczeniu w trakcie ich przygotowywania. Przed użyciem pojemniki powinny być przemyte wysokiej czystości acetonem lub heksanem, tak aby zminimalizować ryzyko zanieczyszczenia. W miarę możliwości aparatura i wyposażenie mające kontakt z próbką powinny być wykonane z materiałów obojętnych, np. z aluminium, szkła lub polerowanej stali nierdzewnej. Należy unikać tworzyw sztucznych takich jak polipropylen lub politetrafluoroetylen (PTFE), gdyż może zachodzić adsorpcja analitu na tych materiałach.

▼ M2

Do analizy WWA w kakao i produktach pochodnych kakao oznaczenie zawartości tłuszczu jest przeprowadzane zgodnie z oficjalną metodą AOAC nr 963.15 do oznaczania zawartości tłuszczu w ziarnach kakao i produktach pochodnych. Można stosować procedury oznaczania ekwiwalentu tłuszczu, jeżeli można wykazać, że dana procedura oznaczania zawartości tłuszczu pozwala uzyskać równoważną wartość (ekwiwalent) zawartości tłuszczu.

▼ B**C.2.3. Postępowanie z próbką po dostarczeniu do laboratorium**

Cała próbka zbiorcza powinna być (w miarę potrzeby) drobno zmielona i starannie wymieszana, przy zastosowaniu procesu, co do którego sprawdzono, że pozwala osiągnąć całkowitą homogenizację.

C.2.4. Próbki do celów egzekwowania i obrony praw oraz arbitrażu

Próbki do celów egzekwowania i obrony praw oraz arbitrażu pobiera się ze zhomogenizowanego materiału, o ile nie koliduje to z przepisami państw członkowskich dotyczącymi pobierania próbek w zakresie praw podmiotu prowadzącego przedsiębiorstwo spożywcze.

C.3. METODY ANALIZ**C.3.1. Definicje**

Stosuje się następujące definicje:

„r” = Powtarzalność – wartość, której z określonym prawdopodobieństwem (na ogół 95 %) nie przekracza bezwzględna różnica między pojedynczymi wynikami badań uzyskanymi w warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ta sama aparatura, to samo laboratorium i krótki odstęp czasu) – stąd $r = 2,8 \times s_r$.

⁽¹⁾ Norma EN 13804:2013, „Artykuły żywnościowe – Oznaczanie pierwiastków śladowych i ich form chemicznych – Uwagi ogólne i wymagania szczegółowe”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruksela.

▼ B

„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, której z określonym prawdopodobieństwem (na ogół 95 %) nie przekracza bezwzględna różnica między wynikami pojedynczych badań uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (tj. dla identycznego materiału otrzymanego przez wykonawców w różnych laboratoriach, przy zastosowaniu tej samej metody badawczej); $R = 2,8 \times s_R$.
„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 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

▼ M3

„LOD” =	Granica wykrywalności – najmniejsza zmierzona zawartość, na podstawie której można wnioskować o obecności analitu z należytą pewnością statystyczną.
„LOD” =	Granica oznaczalności – najmniejsza zawartość analitu, która może być zmierzona z należytą pewnością statystyczną.

▼ M1

„HORRAT ⁽¹⁾ ” =	Uzyskana wartość RSD _r podzielona przez wartość RSD _r obliczoną ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza ⁽²⁾ (zob. pkt C.3.3.1 („Uwagi do kryteriów wyboru”)) przy założeniu, że $r = 0,66 R$.
„HORRAT ⁽³⁾ ” =	Uzyskana wartość RSD _R podzielona przez wartość RSD _R obliczoną ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza ⁽⁴⁾ (zob. pkt C.3.3.1 („Uwagi do kryteriów wyboru”)).
„u” =	Niepewność standardowa złożona otrzymana poprzez powiązanie poszczególnych standardowych niepewności pomiaru z wartościami wejściowymi w modelu pomiaru ⁽⁵⁾ .

⁽¹⁾ Horwitz W. i 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.

⁽²⁾ M. Thompson, Analyst, 2000, s. 125 i 385-386.

⁽³⁾ Horwitz W. i 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.

⁽⁴⁾ M. Thompson, Analyst, 2000, p. 125 i 385-386.

⁽⁵⁾ International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

▼ B

„U” = Niepewność rozszerzona, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia 2, który daje poziom ufności około 95 % ($U = 2u$).

„Uf” = Maksymalna niepewność standardowa.

▼ M2**C.3.2. Wymogi ogólne**

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z przepisami załącznika III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

Metody analizy całkowitej zawartości cyny są właściwe do celów kontroli poziomów cyny nieorganicznej.

Do analizy zawartości ołowiu w winie stosuje się metody i zasady ustalone przez OIV ⁽¹⁾ zgodnie z art. 80 ust. 5 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego Rady (UE) nr 1308/2013 ⁽²⁾.

Metody analizy całkowitej zawartości arsenu są właściwe do celów analizy przesiewowej w ramach kontroli poziomów arsenu nieorganicznego. Jeśli całkowite stężenie arsenu jest niższe niż najwyższy dopuszczalny poziom arsenu nieorganicznego, nie są wymagane dalsze badania, a próbkę uznaje się za zgodną z najwyższym dopuszczalnym poziomem arsenu nieorganicznego. Jeśli całkowite stężenie arsenu jest równe najwyższemu dopuszczalnemu poziomowi arsenu nieorganicznego lub go przekracza, należy przeprowadzić badania uzupełniające w celu ustalenia, czy stężenie arsenu nieorganicznego przekracza najwyższy dopuszczalny poziom arsenu nieorganicznego.

▼ B**C.3.3. Wymagania szczegółowe****▼ M1****C.3.3.1. Kryteria wyboru**

Jeżeli na poziomie Unii Europejskiej nie zaleca się stosowania konkretnych metod oznaczania zawartości zanieczyszczeń w żywności, laboratoria mogą wybrać którąkolwiek zwalidowaną metodę analityczną dla danej matrycy, pod warunkiem że wybrana metoda spełnia kryteria wyboru określone w tabelach 5, 6 i 7.

Zaleca się, w miarę możliwości i dostępności, stosowanie w pełni zwalidowanych metod (tj. metod zwalidowanych w drodze badań międzylaboratoryjnych dla danej matrycy). Inne odpowiednie zwalidowane metody (np. metody zwalidowane na miejscu dla danej matrycy) mogą być także stosowane, pod warunkiem że spełniają one kryteria wyboru określone w tabelach 5, 6 i 7.

W miarę możliwości walidacja metod zwalidowanych na miejscu obejmuje certyfikowany materiał odniesienia.

⁽¹⁾ Organisation internationale de la vigne et du vin (Międzynarodowa Organizacja ds. Winorośli i Wina).

⁽²⁾ Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 z dnia 17 grudnia 2013 r. ustanawiające wspólną organizację rynków produktów rolnych oraz uchylające rozporządzenia Rady (EWG) nr 922/72, (EWG) nr 234/79, (WE) nr 1037/2001 i (WE) nr 1234/2007 (Dz.U. L 347 z 20.12.2013, s. 671).

▼ **M6**

- a) Kryteria wyboru metod analiz ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej i arsenu nieorganicznego

Tabela 5

Parametr	Kryterium			
Zakres stosowania	Żywność określona w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006			
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych			
Powtarzalność (RSD _r)	HorRat _r , mniejszy niż 2			
Odtwarzalność (RSD _R)	HorRat _r , mniejszy niż 2			
Odzysk	Zastosowanie mają przepisy pkt D.1.2			
LOD	= trzy dziesiąte LOQ			
LOQ	Cyna nieorganiczna	≤ 10 mg/kg		
	Ołów	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dwie trzecie ML	≤ jedna piąta ML
	Kadm, rtęć	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		≤ dwie piąte ML	≤ dwie piąte ML	≤ jedna piąta ML
	Arsen nieorganiczny i arsen całkowity	ML ≤ 0,03 mg/kg	0,03 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dwie trzecie ML	≤ dwie trzecie ML

▼ **M3**

- b) Kryteria wyboru metod analizy dla 3-monochloropropano-1,2-diolu (3-MCPD), estrów 3-MCPD kwasów tłuszczowych oraz estrów glicydowych kwasów tłuszczowych:

— Kryteria wyboru metod analizy dla 3-MCPD w żywności określonej w pkt 4.1 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006

Tabela 6a

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Żywność określona w pkt 4.1 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Próby ślepe	Niższa od LOD
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	75–110 %
LOD	≤ 5 µg/kg (suchej masy)
LOQ	≤ 10 µg/kg (suchej masy)

▼ M3

- Kryteria wyboru metod analizy dla 3-MCPD w żywności określonej w pkt 4.3 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006

Tabela 6b

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Żywność określona w pkt 4.3 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Próby ślepe	Niższa od LOD
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	75–110 %
LOD	≤ 7 µg/kg
LOQ	≤ 14 µg/kg

- Kryteria wyboru metod analizy dla estrów 3-MCPD kwasów tłuszczowych, wyrażonych jako 3-MCPD, w żywności określonej w pkt 4.3 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006

Tabela 6c

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Żywność określona w pkt 4.3 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	70–125 %
LOD	Trzy dziesiąte LOQ
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.3.1 i 4.3.2	≤ 100 µg/kg w olejach i tłuszczach
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.3.3 i 4.3.4 o zawartości tłuszczu < 40 %	≤ dwie piąte ML
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.3.4 o zawartości tłuszczu ≥ 40 %	≤ 15 µg/kg tłuszczu

- Kryteria wyboru metod analizy dla estrów glicydowych kwasów tłuszczowych, wyrażonych jako glicyd, w żywności określonej w pkt 4.2 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006

▼ M3

Tabela 6d

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Żywność określona w pkt 4.2 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	70–125 %
LOD	Trzy dziesiąte LOQ
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.2.1 i 4.2.2	≤ 100 µg/kg w olejach i tłuszczach
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.2.3 o zawartości tłuszczu < 65 % i w pkt 4.2.4 o zawartości tłuszczu < 8 %	≤ dwie piąte ML
LOQ dla żywności określonej w pkt 4.2.3 o zawartości tłuszczu ≥ 65 % i w pkt 4.2.4 o zawartości tłuszczu ≥ 8 %	≤ 31 µg/kg tłuszczu

▼ M1

- c) Kryteria wyboru metod analitycznych dla wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych:

Cztery wielopierścieniowe węglowodory aromatyczne, do których stosuje się te kryteria, to: benzo[a]piren, benzo[a]antracen, benzo[b]fluoranten i chryzen.

Tabela 7

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Żywność określona w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych, weryfikacja wskazań dodatnich
Powtarzalność (RSD _r)	HORRAT _r mniejsze niż 2
Odtwarzalność (RSD _R)	HORRAT _R mniejsze niż 2
Odzysk	50–120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg dla każdej z czterech substancji
LOQ	≤ 0,90 µg/kg dla każdej z czterech substancji

▼ M3

d) Kryteria wyboru metod analizy dla akryloamidu:

Tabela 8

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Wszystkie środki spożywcze
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Próby ślepe	Niższa od LOD
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	75–110 %
LOD	Trzy dziesiąte LOQ
LOQ	dla żywności o poziomach odniesienia < 125 µg/kg: ≤ dwie piąte poziomu odniesienia, jednak nie musi być niższa niż 20 µg/kg dla żywności o poziomach odniesienia ≥ 125 µg/kg: ≤ 50 µg/kg

e) Kryteria wyboru metod analizy dla nadchloranu:

Tabela 9

Parametr	Kryterium
Zakres stosowania	Wszystkie środki spożywcze
Swoistość	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych
Powtarzalność (RSD _r)	0,66 wartości RSD _R obliczonej ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odtwarzalność (RSD _R)	Obliczona ze (zmodyfikowanego) równania Horwitza
Odzysk	70–110 %
LOD	Trzy dziesiąte LOQ
LOQ	≤ dwie piąte ML

f) Uwagi do kryteriów wyboru:

Równanie Horwitza ⁽¹⁾ (dla stężeń $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) oraz zmodyfikowane równanie Horwitza ⁽²⁾ (dla stężeń $C < 1,2 \times 10^{-7}$) są to ogólne równania dla precyzji, których wynik nie zależy ani od analitu, ani od matrycy, ale w przypadku większości rutynowych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.

Zmodyfikowane równanie Horwitza dla stężeń $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J. Assoc.Off.Analy.Chem. Równanie Horwitza dla stężeń $1,2 \times 10^{-7}$

⁽²⁾ M. Thompson, Analyst, 125, 2000, 385–386.

▼ **M3**

gdzie:

- RSD_R jest względnym odchyleniem standardowym, obliczonym na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- C jest współczynnikiem stężenia (np.: 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Zmodyfikowane równanie Horwitza stosuje się do stężeń $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Równanie Horwitza dla stężeń $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

gdzie:

- RSD_R jest względnym odchyleniem standardowym, obliczonym na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- C jest współczynnikiem stężenia (np.: 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Równanie Horwitza stosuje się do stężeń $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

▼ **M1**

C.3.3.2. Zasada „Odpowiedni do celu”

W przypadku metod zwalidowanych na miejscu, alternatywnie można zastosować zasadę „odpowiedni do celu” ⁽¹⁾, aby ocenić, czy są one odpowiednie dla urzędowych kontroli. Wyniki uzyskane przy zastosowaniu metod nadających się do urzędowej kontroli muszą cechować się niepewnością standardową złożoną (u) niższą od maksymalnej niepewności standardowej obliczonej przy wykorzystaniu poniższego wzoru:

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

gdzie:

- Uf jest maksymalną niepewnością standardową ($\mu\text{g/kg}$),
- LOD jest granicą wykrywalności metody ($\mu\text{g/kg}$) LOD musi spełniać kryteria wyboru określone w pkt C.3.3.1 dla określonego stężenia,
- C jest badanym stężeniem ($\mu\text{g/kg}$),
- α jest współczynnikiem liczbowym do stosowania zależnie od wartości C . Wartości do zastosowania podano w ► **M3** tabeli 10 ◀.

▼ **M3**

Tabela 10

▼ **M1**

Wartości liczbowe współczynnika α do stosowania jako stała we wzorze podanym w tym punkcie, w zależności od badanego stężenia

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

⁽¹⁾ M. Thompson i R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, s. 10 i 471-478.

▼ M1

Analitycy powinni zapoznać się ze „Sprawozdaniem na temat relacji między wynikami analiz, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku a przepisami prawodawstwa UE dotyczącego żywności i paszy” ⁽¹⁾.

▼ B

CZĘŚĆ D

PREZENTACJA I INTERPRETACJA WYNIKÓW**D.1. PREZENTACJA WYNIKÓW****D.1.1. Sposób wyrażania wyników**

Wyniki powinny być wyrażane w tych samych jednostkach i przy użyciu takiej samej liczby cyfr znaczących co najwyższe dopuszczalne poziomy określone w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006.

D.1.2. Obliczanie odzysku

Jeżeli w metodzie analitycznej występuje etap ekstrakcji, wynik analityczny należy skorygować o odzysk. W takim przypadku należy podać wartość odzysku.

▼ M1

Jeżeli metoda analityczna nie obejmuje etapu ekstrakcji (np. w przypadku metali), wynik może zostać podany w postaci nieskorygowanej o wartość odzysku w przypadku, gdy przedstawiono dowód, najlepiej polegający na zastosowaniu właściwego certyfikowanego materiału odniesienia, że uwzględniając niepewność pomiaru (tzn. wysoką dokładność pomiaru) osiągnięto certyfikowany poziom stężenia, i że dzięki temu metoda nie jest nieobiektywna. Należy zaznaczyć fakt, iż podano wyniki bez korekty o odzysk.

▼ B**D.1.3. Niepewność pomiaru**

Wynik analityczny podaje się w postaci $x \pm U$, gdzie x jest wynikiem analitycznym, a U jest rozszerzoną niepewnością pomiaru, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia 2, co daje poziom ufności około 95 % ($U = 2u$).

▼ M1

Analitycy powinni zapoznać się ze „Sprawozdaniem na temat relacji między wynikami analiz, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku a przepisami prawodawstwa UE dotyczącego żywności i paszy” ⁽²⁾.

▼ B**D.2. INTERPRETACJA WYNIKÓW****D.2.1. Przyjęcie partii lub podpartii**

Partia lub podpartia zostaje przyjęta, jeżeli wynik analizy próbki laboratoryjnej nie przekracza odpowiedniego najwyższego dopuszczalnego poziomu określonego w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006, biorąc pod uwagę niepewność rozszerzoną i korektę na odzysk w przypadku występowania etapu ekstrakcji w zastosowanej metodzie analitycznej.

D.2.2. Odrzucenie partii lub podpartii

Partia lub podpartia zostaje odrzucona, jeżeli wynik analityczny próbki laboratoryjnej przekracza ponad wszelką wątpliwość odpowiedni najwyższy dopuszczalny poziom określony w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006, biorąc pod uwagę niepewność rozszerzoną i korektę na odzysk w przypadku występowania etapu ekstrakcji w zastosowanej metodzie analitycznej.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

⁽²⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼B

D.2.3. Zakres obowiązywania

Niniejsze zasady interpretacji stosuje się w odniesieniu do wyniku analitycznego otrzymanego dla próbki pobranej do celów egzekwowania prawa. W przypadku analizy do celów obrony praw lub arbitrażu zastosowanie mają przepisy krajowe.