

Acest document reprezintă un instrument de documentare, iar instituțiile nu își asumă responsabilitatea pentru conținutul său.

► **B**

► **M1** REGULAMENTUL (CE) NR. 333/2007 AL COMISIEI

din 28 martie 2007

de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur, staniu anorganic, 3-MCPD și hidrocarburi policiclice aromatice din produsele alimentare ◀

(Text cu relevanță pentru SEE)

(JO L 88, 29.3.2007, p. 29)

Astfel cum a fost modificat prin:

		Jurnalul Oficial		
		NR.	Pagina	Data
► <u>M1</u>	Regulamentul (UE) nr. 836/2011 al Comisiei din 19 august 2011	L 215	9	20.8.2011

▼B

▼M1

REGULAMENTUL (CE) NR. 333/2007 AL COMISIEI

din 28 martie 2007

de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur, staniu anorganic, 3-MCPD și hidrocarburi policiclice aromatice din produsele alimentare

▼B

(Text cu relevanță pentru SEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 882/2004 al Parlamentului European și al Consiliului din 29 aprilie 2004 privind controalele oficiale efectuate pentru a asigura verificarea conformității cu legislația privind hrana pentru animale și produsele alimentare și cu normele de sănătate animală și de bunăstare a animalelor ⁽¹⁾, în special articolul 11 alineatul (4),

întrucât:

- (1) Regulamentul (CEE) nr. 315/93 al Consiliului din 8 februarie 1993 de stabilire a procedurilor comunitare privind contaminanții din alimente ⁽²⁾ prevede că trebuie să se stabilească niveluri maxime pentru anumiți contaminanți în produsele alimentare, în vederea protejării sănătății publice.
- (2) Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 al Comisiei din 19 decembrie 2006 de stabilire a nivelurilor maxime pentru anumiți contaminanți în produse alimentare ⁽³⁾ stabilește nivelurile maxime pentru plumb, cadmiu, mercur, staniu anorganic, 3-MCPD și benzo(a)piren în anumite produse alimentare.
- (3) Regulamentul (CE) nr. 882/2004 stabilește principiile generale pentru controlul oficial al produselor alimentare. În anumite cazuri, sunt necesare totuși prevederi mai specifice pentru a asigura efectuarea controalelor oficiale în mod armonizat în cadrul Comunității.
- (4) Metodele de prelevare de probe și metodele de analiză care urmează a fi folosite pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur, 3-MCPD, staniu anorganic și benzo(a)piren în anumite produse alimentare sunt stabilite în Directiva 2001/22/CE a Comisiei din 8 martie 2001 de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur și 3-MCPD din produsele alimentare ⁽⁴⁾, Directiva 2004/16/CE a

⁽¹⁾ JO L 165, 30.4.2004, p. 1. Regulament, astfel cum a fost modificat prin Regulamentul (CE) nr. 1791/2006 al Comisiei (JO L 363, 20.12.2006, p. 1).

⁽²⁾ JO L 37, 13.2.1993, p. 1. Regulament, astfel cum a fost modificat prin Regulamentul (CE) nr. 1882/2003 al Parlamentului European și al Consiliului (JO L 284, 31.10.2003, p. 1).

⁽³⁾ JO L 364, 20.12.2006, p. 5.

⁽⁴⁾ JO L 77, 16.3.2001, p. 14. Directivă, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 2005/4/CE (JO L 19, 21.1.2005, p. 50).

▼B

Comisiei din 12 februarie 2004 de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de staniu din produsele alimentare conservate ⁽¹⁾ și Directiva 2005/10/CE a Comisiei din 4 februarie 2005 de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de benzo(a)piren din produsele alimentare ⁽²⁾.

- (5) Numeroase prevederi privind prelevarea probelor și analiza pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur, staniu anorganic, 3-MCPD și benzo(a)piren în produsele alimentare sunt similare. În consecință, pentru claritatea legislației, este adecvat să se unifice aceste prevederi într-un singur act legislativ.
- (6) Prin urmare, Directivele 2001/22/CE, 2004/16/CE și 2005/10/CE ar trebui să fie abrogate și înlocuite de un nou regulament.
- (7) Măsurile prevăzute în acest regulament sunt conforme cu opinia Comitetului permanent pentru lanțul alimentar și sănătatea animală,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

Articolul 1

▼M1

(1) Prelevarea de probe și analiza pentru controlul oficial al nivelurilor de plumb, cadmiu, mercur, staniu anorganic, 3-MCPD și hidrocarburi policiclice aromatice (denumite în continuare „HPA”) cuprinse în secțiunile 3, 4 și 6 din anexa la Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 trebuie efectuate în conformitate cu anexa la prezentul regulament.

▼B

(2) Alineatul (1) se aplică fără prejudicierea prevederilor Regulamentului (CE) nr. 882/2004.

Articolul 2

Directivele 2001/22/CE, 2004/16/CE și 2005/10/CE se abrogă.

Referințele la directivele abrogate se vor constitui în referințe la acest regulament.

Articolul 3

Prezentul regulament intră în vigoare la 20 de zile de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Se aplică de la 1 iunie 2007.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

⁽¹⁾ JO L 42, 13.2.2004, p. 16.

⁽²⁾ JO L 34, 8.2.2005, p. 15.

▼B*ANEXĂ*

PARTEA A

DEFINIȚII

În scopul acestei anexe, se vor aplica următoarele definiții:

- „lot”: o cantitate identificabilă dintr-un produs alimentar, livrată la un moment dat și determinată de către o persoană autorizată ca având caracteristici comune [precum originea, varietatea, tipul de ambalaj, ambalatorul, expeditorul sau marcajele]. În cazul peștelui, și dimensiunea peștelui trebuie să fie luată în considerare;
- „sublot”: o anumită parte a unui lot mai mare stabilită în vederea aplicării metodei de prelevare de probe pe acea parte. Fiecare sublot trebuie să fie separat din punct de vedere fizic și identificabil;
- „probă elementară”: o cantitate de material prelevată dintr-un singur punct al lotului sau al sublotului;
- „probă globală”: amestecul tuturor probelor elementare prelevate din lot sau sublot; probele globale vor fi considerate reprezentative pentru loturile sau subloturile din care sunt prelevate;
- „probă de laborator”: o probă destinată examenului de laborator.

PARTEA B

METODE DE PRELEVARE DE PROBE

B.1. DISPOZIȚII GENERALE

B.1.1. **Personal**

Prelevarea de probe se efectuează de către o persoană autorizată, desemnată în conformitate cu specificațiile statelor membre.

B.1.2. **Materialul din care se prelevează probe**

Se prelevează probe separate din fiecare lot sau sublot care este examinat.

B.1.3. **Măsuri de precauție**

În timpul prelevării de probe, trebuie să se ia măsuri de precauție pentru a evita orice schimbări care ar afecta nivelurile de contaminanți, ar avea un efect negativ asupra determinării analitice sau ar face probele globale nereprezentative.

B.1.4. **Probe elementare**

Pe cât posibil, probele elementare trebuie să fie prelevate din locuri diferite repartizate în întregul lot sau sublot. Orice abatere de la această procedură se consemnează în fișa furnizată la punctul B.1.8 al acestei anexe.

B.1.5. **Pregătirea probei globale**

Proba globală se obține prin amestecarea tuturor probelor elementare.

▼ B**B.1.6. Probele utilizate în scopul controlului, dreptului la recurs și arbitraj**

Probele utilizate în scopul controlului, dreptului la recurs și arbitraj se prelevează dintr-o probă globală omogenizată, cu excepția cazului în care acest lucru contravine reglementărilor în vigoare în statul membru în ceea ce privește drepturile operatorului cu activitate în industria alimentară.

B.1.7. Ambalarea și transportul probelor

Fiecare probă se introduce într-un recipient curat și inert, care asigură o protecție adecvată împotriva contaminării, a pierderii substanțelor de analizat prin adsorbție pe pereții interiori ai recipientului și împotriva deteriorărilor în timpul transportului. Se iau toate măsurile de precauție necesare pentru a evita orice schimbare a compoziției probei, care ar putea surveni în timpul transportului și depozitării.

▼ M1

În cazul prelevărilor de probe pentru analiza HPA, se va evita, dacă este posibil, utilizarea recipientelor de plastic, deoarece acestea pot altera conținutul de HPA al probelor. Pe cât posibil se vor utiliza recipiente de sticlă inerte, care nu conțin HPA, iar proba se va proteja împotriva luminii. În cazurile în care acest lucru este practic imposibil, se va evita cel puțin contactul direct al probelor cu plasticul, de exemplu, în cazul probelor solide, acestea se vor înveli în folie de aluminiu înainte de a fi plasate în recipientul de plastic.

▼ B**B.1.8. Sigilarea și etichetarea probelor**

Fiecare probă prelevată în scopuri oficiale se sigilează la locul de prelevare și se identifică în conformitate cu reglementările în vigoare în statul membru.

Se păstrează înregistrări privind fiecare prelevare de probe, astfel încât să se poată identifica fără echivoc fiecare lot sau subplot (se va face referire la numărul lotului) și se precizează data și locul prelevării, precum și orice informații suplimentare care i-ar putea folosi analistului.

▼ M1**B.2. PLANURI DE PRELEVARE DE PROBE****B.2.1. Împărțirea loturilor în subploturi**

Loturile mari se împart în subploturi, cu condiția ca subplotul să poată fi separat fizic. Pentru produsele comercializate vrac (de exemplu cereale) se aplică tabelul 1. Pentru alte produse, se aplică tabelul 2. Având în vedere faptul că greutatea lotului nu este întotdeauna un multiplu exact al greutății subploturilor, greutatea subplotului poate depăși greutatea menționată cu maximum 20 %.

B.2.2. Numărul de probe increment

Proba globală este de cel puțin 1 kg sau 1 litru, cu excepția cazului în care acest lucru nu este posibil, de exemplu, când proba constă într-un pachet sau o unitate.

Numărul minim de probe increment care sunt prelevate din lot sau subplot se stabilește conform tabelului 3.

În cazul produselor lichide vrac, lotul sau subplotul trebuie să fie bine amestecat atât cât este posibil și astfel încât să nu afecteze calitatea produsului, prin mijloace mecanice sau manuale, imediat înainte de prelevarea probei. În acest caz, se presupune o repartizare omogenă a contaminanților într-un lot sau subplot dat. Prin urmare, este suficientă prelevarea a trei probe increment dintr-un lot sau subplot pentru a constitui o probă globală.

▼ **M1**

Probele increment trebuie să aibă o greutate similară/un volum similar. Greutatea/volumul unei probe increment este de cel puțin 100 de grame sau 100 de mililitri, rezultând o probă globală de cel puțin 1 kg sau 1 litru. Orice abatere de la această metodă se consemnează în fișa furnizată la punctul B.1.8 din prezenta anexă.

Tabelul 1

Împărțirea loturilor în subloturi pentru produsele comercializate vrac

Greutatea lotului (în tone)	Greutatea sau numărul de subloturi
$\geq 1\ 500$	500 tone
> 300 și $< 1\ 500$	3 subloturi
≥ 100 și ≤ 300	100 de tone
< 100	—

Tabelul 2

Împărțirea loturilor în subloturi pentru alte produse

Greutatea lotului (în tone)	Greutatea sau numărul de subloturi
≥ 15	15-30 de tone
< 15	—

Tabelul 3

Numărul minim de probe increment de prelevat din lot sau sublot

Greutatea sau volumul lotului/sublotului (în kg sau litri)	Numărul minim de probe increment de prelevat
< 50	3
≥ 50 și ≤ 500	5
> 500	10

Dacă lotul sau sublotul constă în ambalaje sau unități distincte, numărul de ambalaje sau unități de prelevat pentru a forma o probă globală este prevăzut în tabelul 4.

Tabelul 4

Numărul de ambalaje sau unități (probe increment) de prelevat pentru a constitui proba globală în cazul în care lotul sau sublotul este format din ambalaje sau unități distincte

Numărul de ambalaje sau unități din lot/sublot	Numărul de ambalaje sau unități de prelevat
≤ 25	cel puțin 1 ambalaj sau 1 unitate
26-100	aproximativ 5 %, cel puțin 2 ambalaje sau unități
> 100	aproximativ 5 %, maximum 10 ambalaje sau unități

▼ M1

Nivelurile maxime pentru staniu anorganic se aplică la conținutul fiecărei cutii de conserve, dar din rațiuni practice este necesar să se folosească o abordare bazată pe probe globale. Dacă rezultatul testului dintr-o probă globală de cutii de conserve este inferior, dar apropiat de nivelul maxim de staniu anorganic, și dacă se suspectează că unele cutii de conserve ar putea depăși nivelul maxim, ar putea fi necesară continuarea investigațiilor.

În cazul în care nu este posibilă aplicarea metodei de prelevare a probelor descrisă în prezentul capitol, din cauza unor consecințe comerciale inacceptabile (de exemplu din cauza formei ambalajului, a deteriorării lotului etc.), sau dacă aplicarea metodei de prelevare menționată mai sus este practic imposibilă, se poate aplica o metodă de prelevare a probelor alternativă, cu condiția ca aceasta să fie suficient de reprezentativă pentru lotul sau subplotul care face obiectul prelevării și să fie documentată în întregime.

B.2.3. Dispoziții specifice pentru prelevarea de probe în cazul peștilor mari din loturi mari

Dacă lotul sau subplotul din care urmează să fie prelevate probele conține pești mari (pești individuali care cântăresc mai mult de aproximativ 1 kg), iar lotul sau subplotul cântărește mai mult de 500 de kg, proba increment constă în partea din mijloc a peștelui. Fiecare probă increment cântărește cel puțin 100 g.

B.3. PRELEVAREA PROBELOR ÎN ETAPA COMERȚULUI CU AMĂNUNTUL

Prelevarea de probe din produsele alimentare în etapa comerțului cu amănuntul se face, dacă este posibil, în conformitate cu dispozițiile privind prelevarea de probe stabilite la punctul B.2.2 din prezenta anexă.

În cazul în care nu este posibilă aplicarea metodei de prelevare a probelor descrisă la punctul B.2.2, din cauza unor consecințe comerciale inacceptabile (de exemplu din cauza formei ambalajului, a deteriorării lotului etc.), sau dacă aplicarea metodei de prelevare menționată mai sus este practic imposibilă, se poate aplica o metodă de prelevare a probelor alternativă, cu condiția ca aceasta să fie suficient de reprezentativă pentru lotul sau subplotul care face obiectul prelevării și să fie documentată în întregime.

▼ B

PARTEA C

PREGĂTIREA ȘI ANALIZAREA PROBELOR**C.1. STANDARDE DE CALITATE ALE LABORATORULUI**

Laboratoarele trebuie să respecte prevederile articolului 12 din Regulamentul (CE) nr. 882/2004 ► **M1** ————— ◀.

Laboratoarele participă la programe adecvate de teste interlaboratoare de eficiență, care respectă „Protocolul internațional armonizat pentru teste interlaboratoare de eficiență a laboratoarelor de analize (chimice)”⁽¹⁾ dezvoltat sub auspiciile IUPAC/ISO/AOAC.

Laboratoarele demonstrează că aplică proceduri interne de control al calității. Exemple de astfel de proceduri sunt prezentate în „Liniile directoare ISO/AOAC/IUPAC privind controlul intern al calității în laboratoarele de analize chimice”⁽²⁾.

Acolo unde este posibil, trebuie să se estimeze veridicitatea analizei prin includerea în analiză a materialelor de referință certificate adecvate.

⁽¹⁾ „Protocolul internațional armonizat pentru testele interlaboratoare de eficiență a laboratoarelor de analize chimice” de M. Thompson, S.L.R. Ellison și R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145-96.

⁽²⁾ Ediție de M. Thompson și R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

▼B

C.2. PREGĂTIREA PROBELOR

C.2.1. Măsuri de precauție și considerații generale

Cerința de bază este să se obțină o probă de laborator omogenă și reprezentativă, fără să se producă o contaminare secundară.

Tot materialul din constituția probelor primite de către laborator se va utiliza pentru pregătirea probei de laborator.

Conformitatea cu nivelurile maxime stabilite în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 se stabilește pe baza nivelurilor determinate în probele de laborator.

C.2.2. Proceduri specifice de pregătire a probelor

C.2.2.1. Proceduri specifice pentru plumb, cadmiu, mercur și staniu anorganic

Analistul trebuie să se asigure de faptul că probele nu se vor contamina în timpul pregătirii lor. Acolo unde este posibil, aparatele și echipamentele care vin în contact cu proba nu trebuie să conțină metalele care urmează să fie determinate și trebuie să fie confecționate din materiale inerte precum polipropilena sau politetrafluoretilena (PTFE) etc. Acestea se curăță cu acid pentru a reduce riscul de contaminare. Oțelul inoxidabil de înaltă calitate poate fi folosit pentru lamele de triturare.

▼M1

Există numeroase proceduri specifice satisfăcătoare de pregătire a probelor care pot fi folosite pentru produsele examinate. Pentru aspectele care nu sunt cuprinse în mod specific în prezentul regulament, cele descrise în standardul CEN „Produse alimentare – Determinarea microelementelor – Criterii de performanță, considerații generale și pregătirea probei”⁽¹⁾ au fost considerate satisfăcătoare, dar pot exista și alte metode de pregătire a probelor la fel de valide.

▼B

În cazul staniului anorganic, trebuie luate măsuri în vederea asigurării faptului că tot materialul este prelevat în soluție, deoarece pot apărea rapid pierderi, în special datorită hidrolizării la hidroxizi de Sn(IV) insolubili.

▼M1

C.2.2.2. Proceduri specifice pentru hidrocarburi policiclice aromatice

Laborantul trebuie să se asigure de faptul că probele nu se vor contamina în timpul pregătirii lor. Înainte de utilizare, recipientele se spală cu acetonă sau hexan de înaltă puritate pentru a se minimiza riscul de contaminare. Dacă este posibil, aparatele și echipamentele care vin în contact cu proba trebuie să fie confecționate din materiale inerte precum aluminiu, sticlă sau oțel inoxidabil șlefuit. Materialele plastice precum polipropilena sau PTFE se vor evita, deoarece analitul se poate adsorbi pe aceste materiale.

▼B

C.2.3. Tratarea probei la primirea în laborator

Proba globală completă se macină fin (dacă este cazul) și se amestecă temeinic, folosindu-se un proces ce a fost demonstrat că asigură omogenizarea completă.

⁽¹⁾ Standard EN 13804:2002, „Produse alimentare – Determinarea elementelor sub formă de urme – Criterii de performanță, considerații generale și pregătirea eșantioanelor”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.

▼ B**C.2.4. Probele utilizate în scopul controlului, dreptului la recurs și arbitraj**

Probele utilizate în scopul controlului, dreptului la recurs și arbitraj se prelevează din materialul omogenizat, cu excepția cazului în care acest lucru contravine reglementărilor statelor membre privind prelevarea de probe în ceea ce privește drepturile operatorului cu activitate în industria alimentară.

C.3. METODE DE ANALIZĂ**C.3.1. Definiții**

Se aplică următoarele definiții:

„r” = Repetabilitatea – valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele obținute la testele individuale în condiții de repetabilitate (de exemplu, aceeași probă, același operator, același aparat, același laborator și într-un interval scurt de timp) este de așteptat să se situeze într-un anumit interval de probabilitate (de obicei 95 %) și prin urmare $r = 2,8 \times s_r$.

„s_r” = Deviația standard calculată din rezultatele generate în condiții de repetabilitate.

„RSD_r” = Deviația standard relativă calculată din rezultatele generate în condiții de repetabilitate $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

„R” = Reproducibilitatea – valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele obținute la testele individuale în condiții de reproductibilitate (de exemplu, pe material identic obținut de către operatorii din laboratoare diferite, folosind metoda de testare standardizată) este de așteptat să se situeze într-un anumit interval de probabilitate (de obicei 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.

„s_R” = Deviația standard calculată din rezultatele generate în condiții de reproductibilitate.

„RSD_R” = Deviația standard relativă calculată din rezultatele generate în condiții de reproductibilitate $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

„LOD” = Limita de detecție – cel mai mic conținut măsurat, din care se poate deduce prezența analitului cu o certitudine statistică rezonabilă. Limita de detecție este numeric egală cu de trei ori deviația standard a mediei determinărilor martor ($n > 20$).

„LOQ” = Limita de cuantificare – cel mai scăzut conținut de analit care poate fi analizat cu o certitudine statistică rezonabilă. Dacă atât precizia, cât și acuratețea sunt constante pentru un interval de concentrații în jurul limitei de detecție, atunci limita de cuantificare este numeric egală cu de șase până la zece ori deviația standard a mediei determinărilor martor ($n > 20$).

▼ M1

„HORRAT ⁽¹⁾” = RSD_r observată împărțită la valoarea RSD_r estimată prin ecuația Horwitz (modificată) ⁽²⁾ [conform punctului C.3.3.1 („Note privind criteriile de performanță”)] folosind ipoteza $r = 0,66 R$.

⁽¹⁾ Horwitz W. și 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, p. 125 și 385-386.

▼ M1

„HORRAT ⁽¹⁾_R” = RSD_R observată împărțită la valoarea RSD_R estimată prin ecuația Horwitz (modificată) ⁽²⁾ [conform punctului C.3.3.1 („Note privind criteriile de performanță”)].

„u” = incertitudinea de măsurare standard compusă obținută prin utilizarea incertitudinilor de măsurare standard individuale asociate mărimilor introduse într-un model de măsurare ⁽³⁾.

▼ B

„U” = Incertitudinea de măsurare extinsă, folosind un factor de acoperire 2, care dă un nivel de încredere de aproximativ 95 % ($U = 2u$).

„Uf” = Incertitudinea de măsurare standard maximă.

▼ M1**C.3.2. Cerințe generale**

Metodele de analiză folosite pentru controlul alimentelor trebuie să fie conforme cu dispozițiile din anexa III la Regulamentul (CE) nr. 882/2004.

Metodele de analiză pentru staniul total sunt adecvate pentru controlul oficial al nivelurilor de staniu anorganic.

Pentru analiza plumbului în vin, metodele și normele stabilite de OIV ⁽⁴⁾ se aplică în conformitate cu articolul 31 din Regulamentul (CE) nr. 479/2008 al Consiliului ⁽⁵⁾.

▼ B**C.3.3. Cerințe specifice****▼ M1****C.3.3.1. Criterii de performanță**

În cazul în care nu sunt prevăzute metode specifice pentru determinarea contaminanților în produse alimentare la nivelul Uniunii Europene, laboratoarele pot selecta orice metodă validată de analiză pentru matricea respectivă, cu condiția ca metoda selectată să îndeplinească criteriile specifice de performanță stabilite în tabelele 5, 6 și 7.

Se recomandă utilizarea metodelor complet validate (cum ar fi metode validate prin studii colaborative pentru matricea respectivă) în cazuri adecvate, dacă acestea sunt disponibile. Pot fi utilizate și alte metode validate adecvate (de exemplu metode validate intern pentru matricea respectivă), cu condiția ca acestea să îndeplinească criteriile specifice de performanță stabilite în tabelele 5, 6 și 7.

⁽¹⁾ Horwitz W. și 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, p. 125 și 385-386.

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

⁽⁴⁾ *Organisation internationale de la vigne et du vin* (Organizația Internațională a Viei și Vinului).

⁽⁵⁾ Regulamentul (CE) nr. 479/2008 al Consiliului din 29 aprilie 2008 privind organizarea comună a pieței vitivinicole, de modificare a Regulamentelor (CE) nr. 1493/1999, (CE) nr. 1782/2003, (CE) nr. 1290/2005 și (CE) nr. 3/2008 și de abrogare a Regulamentelor (CEE) nr. 2392/86 și (CE) nr. 1493/1999 (JO L 148, 6.6.2008, p. 1).

▼ **M1**

Dacă este posibil, validarea metodelor validate intern trebuie să includă un material de referință certificat.

- (a) Criterii de performanță pentru metodele de analiză pentru plumb, cadmiu, mercur și staniu anorganic:

Tabelul 5

Parametru	Criteriu		
Aplicabilitate	Alimente specificate în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006		
Specificitate	Fără interferențe spectrale sau cauzate de matrice		
Repetabilitate (RSD _r)	HORRAT _r mai mic de 2		
Reproductibilitate (RSD _R)	HORRAT _R mai mic de 2		
Recuperare	Se aplică dispozițiile de la punctul D.1.2		
	Staniu anorganic	Plumb, cadmiu, mercur	
		LM < 0,100 mg/kg	LM ≥ 0,100 mg/kg
LOD	≤ 5 mg/kg	≤ o cincime din LM	≤ o zecime din LM
LOQ	≤ 10 mg/kg	≤ două cincimi din LM	≤ o cincime din LM

- (b) Criterii de performanță pentru metodele de analiză pentru 3-MCPD:

Tabelul 6

Parametru	Criteriu
Aplicabilitate	Alimente specificate în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006
Specificitate	Fără interferențe spectrale sau cauzate de matrice
Probe martor	Sub LOD
Repetabilitate (RSD _r)	de 0,66 ori RSD _R derivată din ecuația Horwitz (modificată)
Reproductibilitate (RSD _R)	derivată din ecuația lui Horwitz (modificată)
Recuperare	75-110 %
LOD	≤ 5 μg/kg (raportat la materia uscată)
LOQ	≤ 10 μg/kg (raportat la materia uscată)

- (c) Criterii de performanță pentru metodele de analiză pentru hidrocarburi policiclice aromatice:

Cele patru hidrocarburi policiclice aromatice pentru care se aplică aceste criterii sunt benzo(a)piren, benz(a)antracen, benzo(b)fluorantren și crisen.

▼ **M1**

Tabelul 7

Parametru	Criteriu
Aplicabilitate	Alimente specificate în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006
Specificitate	Fără interferențe spectrale sau cauzate de matrice, verificarea detecției pozitive
Repetabilitate (RSD _r)	HORRAT _r mai mic decât 2
Reproductibilitate (RSD _R)	HORRAT _R mai mic decât 2
Recuperare	50-120 %
LOD	≤ 0,30 μg/kg pentru fiecare dintre cele patru substanțe
LOQ	≤ 0,90 μg/kg pentru fiecare dintre cele patru substanțe

(d) Note privind criteriile de performanță:

Ecuția Horwitz ⁽¹⁾ (pentru concentrații $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) și ecuația Horwitz modificată ⁽²⁾ (pentru concentrații $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sunt ecuații generalizate de precizie independente de analit și matrice, depinzând numai de concentrație în majoritatea metodelor de analiză de rutină.

Ecuția Horwitz modificată pentru concentrații $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

unde:

— RSD_R este abaterea standard relativă, calculată din rezultatele obținute în condiții de reproductibilitate $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C este rata de concentrație (adică 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Ecuția Horwitz modificată se aplică pentru concentrații $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Ecuția Horwitz pentru concentrații $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

unde:

— RSD_R este abaterea standard relativă, calculată din rezultatele obținute în condiții de reproductibilitate $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C este rata de concentrație (adică 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Ecuția Horwitz se aplică pentru concentrații $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

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

⁽²⁾ M. Thompson, *Analyst*, 2000, p. 125 și 385-386.

▼ M1

C.3.3.2. Abordarea „adekvată scopului” („Fitness-for-purpose”)

Pentru metodele validate intern, ca o alternativă a evaluării caracterului adecvat pentru controalele oficiale, poate fi utilizată abordarea „adekvată scopului”⁽¹⁾. Metodele adecvate pentru controalele oficiale trebuie să producă rezultate cu o incertitudine de măsurare standard compusă (u) mai mică decât incertitudinea de măsurare standard maximă calculată cu formula de mai jos:

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

unde:

- U_f este incertitudinea de măsurare standard maximă ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD este limita de detecție a metodei ($\mu\text{g}/\text{kg}$). LOD trebuie să îndeplinească criteriile de performanță stabilite la punctul C.3.3.1 pentru concentrația de interes,
- C este concentrația de interes ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α este un factor numeric care va fi folosit în funcție de valoarea lui C. Valorile care vor fi utilizate sunt prevăzute în tabelul 8.

Tabelul 8

Valorile numerice corespunzătoare constantei α în formula stabilită în prezentul punct, în funcție de concentrația de interes

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

Laborantul ține seama de „Raportul privind relația dintre rezultatele analitice, incertitudinea de măsurare, factorii de recuperare și prevederile din legislația UE privind alimentele și hrana pentru animale”⁽²⁾.

▼ B

PARTEA D

RAPORTAREA ȘI INTERPRETAREA REZULTATELOR

D.1. RAPORTAREA

D.1.1. **Exprimarea rezultatelor**

Rezultatele trebuie exprimate în aceleași unități și cu același număr de cifre semnificative ca și nivelurile maxime stabilite în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006.

D.1.2. **Calcul de recuperare**

Dacă în cadrul metodei analitice se aplică o etapă de extracție, rezultatul analitic trebuie corectat din punct de vedere al recuperării. În acest caz, trebuie consemnat nivelul de recuperare.

⁽¹⁾ M. Thompson și R. Wood, *Accred. Qual. Assur.*, 2006, p. 10 și 471-478.

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

▼ M1

În cazul în care în cadrul metodei analitice nu se aplică o etapă de extracție (de exemplu, în cazul metalelor), rezultatul poate fi consemnat necorectat din punct de vedere al recuperării, dacă se prezintă dovezi, în mod ideal utilizând material de referință certificat adecvat, conform căroră este atinsă concentrația certificată care permite determinarea incertitudinii de măsurare (de exemplu, precizie ridicată a măsurării) și, în consecință, metoda nu este supusă unor erori sistematice. În cazul în care rezultatul este consemnat necorectat din punct de vedere al recuperării, acest lucru trebuie menționat.

▼ B**D.1.3. Incertitudinea de măsurare**

Rezultatul analizei trebuie consemnat ca $x \pm U$, unde x este rezultatul analitic și U este incertitudinea de măsurare extinsă, folosind un factor de acoperire 2, care dă un nivel de încredere de aproximativ 95 % ($U = 2u$).

▼ M1

Laborantul ține seama de „Raportul privind relația dintre rezultatele analitice, incertitudinea de măsurare, factorii de recuperare și prevederile din legislația UE privind alimentele și hrana pentru animale”⁽¹⁾.

▼ B**D.2. INTERPRETAREA REZULTATELOR****D.2.1. Acceptarea unui lot/sublot**

Lotul sau sublotul este acceptat dacă rezultatul analizei probei de laborator nu depășește nivelul maxim respectiv prevăzut în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006, ținând seama de incertitudinea de măsurare extinsă și corectarea rezultatului din punct de vedere al recuperării în cazul în care a fost aplicată o etapă de extracție în metoda de analiză folosită.

D.2.2. Respingerea unui lot/sublot

Lotul sau sublotul este respins dacă rezultatul analizei probei de laborator depășește dincolo de orice îndoială nivelul maxim respectiv prevăzut în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006, ținând seama de incertitudinea de măsurare extinsă și corectarea rezultatului din punct de vedere al recuperării în cazul în care a fost aplicată o etapă de extracție în metoda de analiză folosită.

D.2.3. Aplicabilitate

Prezentele reguli de interpretare se aplică pentru rezultatul analizei obținut pe baza probelor recoltate în scopul controlului. În cazul analizei destinate dreptului la recurs și arbitrajului, se aplică reglementările naționale.

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