

32001L0022

L 77/14

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

16.3.2001

SMERNICA KOMISIE 2001/22/ES**z 8. marca 2001,****ktorou sa určujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy pre úradnú kontrolu obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách****(Text s významom pre EHP)**

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 85/591/EHS z 20. decembra 1985, ktorá sa týka zavedenia metód spoločenstva pre odoberanie vzoriek a analytických metód pre monitoring potravín určených pre ľudskú spotrebu ⁽¹⁾, najmä na jej článok 1,

keďže:

(1) Nariadenie Rady (EHS) č. 315/93 z 8. februára 1993, ktorým sa stanovujú postupy spoločenstva pre cudzorodé látky v potravinách ⁽²⁾ stanovuje, že kvôli ochrane ľudského zdravia sa musia stanoviť maximálne hodnoty obsahu niektorých cudzorodých látok v potravinách.

(2) Nariadenie Komisie (ES) č. 466/2001 z 8. marca 2001, ktorým sa stanovujú maximálne hodnoty obsahu niektorých cudzorodých látok v potravinách ⁽³⁾ stanovuje okrem iných, maximálne hodnoty obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-monochlóropropán-1,2-diolu (3-MCPD) v potravinách a uvádza odkaz na opatrenia, ktorými sa určujú metódy odberu a analýzy vzoriek, ktoré sa majú používať.

(3) Smernica Rady 89/397/EHS zo 14. júna 1989 o úradnej kontrole potravín ⁽⁴⁾ stanovuje všeobecné princípy výkonu kontrol potravín. Smernica Rady 93/99/EHS z 29. októbra 1993 o dodatočných opatreniach týkajúcich sa úradnej kontroly potravín ⁽⁵⁾ zavádza systém noriem kvality pre laboratória, ktoré členské štáty poverili výkonom úradnej kontroly potravín.

(4) Odber vzoriek má rozhodujúcu úlohu pri získavaní reprezentatívnych výsledkov pre určovanie hodnôt obsahu cudzorodých látok, ktoré môžu byť v analyzovanom množstve potravín nerovnomerne rozložené.

(5) V smernici 85/591/EHS boli určené všeobecné kritériá pre metódy odberu a analýzy vzoriek, ale v niektorých prípadoch sú potrebné presnejšie kritériá, aby sa zabezpečilo, že v laboratóriách zodpovedných za výkon kontroly sa používajú metódy analýzy s porovnateľnými úrovňami výkonov.

(6) Ustanovenia pre odber vzoriek a metódy ich analýzy boli vytvorené na základe súčasných znalostí a je možné ich upravovať tak, aby sa zohľadňoval pokrok vo vedeckých a technických znalostiach.

(7) Opatrenia stanovené v tejto smernici sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potraviny,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Členské štáty prijímú všetky potrebné opatrenia, ktorými zabezpečia, že odber vzoriek pre potreby úradnej kontroly hodnôt obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách sa vykonáva v súlade s metódami popísanými v prílohe I k tejto smernici.

Článok 2

Členské štáty prijímú všetky potrebné opatrenia, ktorými zabezpečia, že príprava vzoriek a metód ich analýzy používané pri úradnej kontrole hodnôt obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách spĺňajú kritériá popísané v prílohe II k tejto smernici.

⁽¹⁾ Ú. v. ES L 372, 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ Ú. v. ES L 37, 13.2.1993, s. 1.

⁽³⁾ Pozri stranu 1 tohto úradného vestníka.

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 186, 30.6.1989, s. 23.

⁽⁵⁾ Ú. v. ES L 290, 24. 11. 1993, s. 14.

Článok 3

Členské štáty zabezpečia najneskôr do 5. apríla 2003 účinnosť zákonov, iných právnych predpisov a správnych opatrení potrebných na dosiahnutie súladu s touto smernicou. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Keď členské štáty prijímajú tieto ustanovenia, v čase ich úradného uverejnenia budú obsahovať odkaz na túto smernicu alebo budú takýmto odkazom sprevádzané. Členské štáty prijímajú postup vytvorenia takéhoto odkazu.

Článok 4

Táto smernica nadobudne účinnosť v 20. deň po jej uverejnení v *Úradnom vestníku Európskych spoločstiev*.

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 8. marca 2001

Za Komisiu

David BYRNE

člen Komisie

PRÍLOHA I

METÓDY ODBERU VZORIEK PRE POTREBY ÚRADNEJ KONTROLY HODNÔT OBSAHU OLOVA, KADMIA, ORTUTI A 3-MCPD V NIEKTORÝCH POTRAVINÁCH**1. ÚČEL A ROZSAH**

Vzorky určené pre úradnú kontrolu hodnôt obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách sa odobierajú uvedenými metódami. Agregované vzorky získané takýmto spôsobom sa považujú za reprezentatívne vzorky tých množstiev alebo častí množstiev potravín, z ktorých boli odobraté. Plnenie maximálnych hodnôt stanovených v nariadení (ES) č. 466/2001 sa zisťuje na základe hodnôt určených v laboratórnych vzorkách.

2. DEFINÍCIE POJMOV

Množstvo:	identifikovateľné množstvo potravín, ktoré bolo dodané v určitom čase, a pre ktoré úradná osoba určila, že má spoločné charakteristiky, ako je pôvod, druh, typ balenia, baliareň, odosielateľská spoločnosť alebo označenia. V prípade rýb musí byť porovnateľná aj ich veľkosť.
Časť množstva:	stanovená časť veľkého množstva, na ktorej sa uplatňuje daná metóda odberu vzoriek. Každá časť množstva musí byť fyzicky oddelená a identifikovateľná.
Prírastková vzorka:	množstvo materiálu odobraté z jedného miesta v danom množstve alebo v časti tohto množstva.
Agregovaná vzorka:	kombinovaný celkový súhrn všetkých prírastkových vzoriek odobratých z daného množstva alebo z časti tohto množstva.
Laboratórna vzorka:	vzorka určená pre laboratórium.

3. VŠEOBECNÉ USTANOVENIA**3.1. Personál**

Vzorky musí odberať oprávnená kvalifikovaná osoba, ktorá spĺňa kritériá stanovené členskými štátmi.

3.2. Materiál, z ktorého sa odobierajú vzorky

Každé množstvo, ktoré sa má skúmať, sa musí vzorkovať samostatne.

3.3. Bezpečnostné opatrenia, ktoré treba prijať

V priebehu odberu vzoriek a prípravy laboratórnych vzoriek sa musia prijať bezpečnostné opatrenia, ktorými sa zabráni akýmkoľvek zmenám, ktoré by mohli ovplyvniť obsah olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD, nepriaznivo ovplyvniť analytické určovanie alebo spôsobiť, že agregované vzorky prestanú byť reprezentatívnymi.

3.4. Prírastkové vzorky

Pokiaľ je to možné, prírastkové vzorky sa musia odberať na rôznych miestach rozložených po celom množstve alebo časti množstva. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do záznamu stanoveného v 3.8.

3.5. Príprava agregovanej vzorky

Agregovaná vzorka sa vytvorí spojením všetkých prírastkových vzoriek. Musí mať hmotnosť najmenej 1 kg, pokiaľ to nie je nepraktické, napr. ak boli vzorky odobraté z jedného balenia.

3.6. Rozdelenie agregovanej vzorky na laboratórne vzorky na účely presadenia, obhajoby a arbitráže

Laboratórne vzorky na účely presadenia, obchodu (obhajoby) a arbitráže sa musia odberať z homogenizovanej agregovanej vzorky, pokiaľ to nie je v rozpore s predpismi členských štátov pre odber vzoriek. Laboratórne vzorky na účely presadenia musia byť dostatočne veľké na to, aby bolo možné vykonávať aspoň opakované analýzy.

3.7. Balenie a preprava agregovaných a laboratórných vzoriek

Každá agregovaná a laboratórna vzorka sa musí vložiť do čistej inertnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred znečistením, stratou analyzovaných látok adsorpciou vo vnútorných stenách nádoby a pred poškodením počas prepravy. Musia sa prijať všetky potrebné bezpečnostné opatrenia, aby sa zabránilo zmene zloženia agregovaných a laboratórných vzoriek, ku ktorej by mohlo prísť počas prepravy alebo skladovania.

3.8. Zapečatenie a označovanie agregovaných a laboratórných vzoriek

Každá vzorka odobratá na úradné použitie sa musí v mieste odberu zapečatiť a označiť podľa predpisov členských štátov. O každom odbere vzorky sa musí viesť záznam, ktorý umožní jednoznačne identifikovať každé množstvo, a v ktorom je uvedený dátum a miesto odberu spolu so všetkými ďalšími informáciami, ktoré pravdepodobne môžu pomôcť analytikovi.

4. PLÁNY ODBERU VZORIEK

Vzorky by sa mali v ideálnom prípade odberať v tom mieste, v ktorom daná komodita vstupuje do potravinového reťazca a v ktorom sa jednotlivé množstvo stane identifikovateľným. Použitá metóda odberu vzorky musí zabezpečiť, aby bola táto agregovaná vzorka reprezentatívna pre množstvo, ktoré je potrebné kontrolovať.

4.1. Počet prírastkových vzoriek

V prípade kvapalných výrobkov, u ktorých možno predpokladať, že v danom množstve je príslušná cudzododá látka homogénne rozložená, stačí odobrať z jedného množstva jednu prírastkovú vzorku, ktorá tvorí aj agregovanú vzorku. Musí sa uviesť odkaz na číslo tohto množstva. Kvapalné výrobky obsahujúce hydrolyzovanú rastlinnú bielkovinu (HRB) alebo kvapalnú sójovú štavu sa musia pred odberom prírastkovej vzorky dôkladne potriasť alebo homogenizovať inými vhodnými prostriedkami.

Pre ostatné výrobky je minimálny počet prírastkových vzoriek, ktoré treba odobrať z jedného množstva, uvedený v tabuľke 1. Prírastkové vzorky musia mať podobnú hmotnosť. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do záznamu stanoveného v 3.8.

Tabuľka 1: Minimálny počet prírastkových vzoriek, ktoré treba odobrať z jedného množstva

Hmotnosť množstva (kg)	Minimálny počet prírastkových vzoriek, ktoré treba odobrať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak sa množstvo skladá z jednotlivých balíčkov, počet balíčkov, ktoré sa musia odobrať aby vytvorili agregovanú vzorku, je uvedený v tabuľke 2.

Tabuľka 2: Počet balíčkov (prírastkových vzoriek), ktoré sa musia odobrať aby vytvorili agregovanú vzorku, ak sa množstvo skladá z jednotlivých balíčkov

Počet balíčkov alebo jednotiek v množstve	Počet balíčkov alebo jednotiek, ktoré sa musia odobrať
1 až 25	1 balíček alebo jednotka
26 až 100	asi 5 %, najmenej 2 balíčky alebo jednotky
> 100	asi 5 %, najviac 10 balíčkov alebo jednotiek

5. ZHODA MNOŽSTVA ALEBO ČASTI MNOŽSTVA SO ŠPECIFIKÁCIOU

Kontrolné laboratórium musí analyzovať laboratórnu vzorku určenú pre účely presadenia najmenej dvomi nezávislými analýzami a vypočítať strednú hodnotu výsledkov. Množstvo, z ktorého bola vzorka odobratá sa akceptuje, ak stredná hodnota vyhovuje príslušnej maximálnej hodnote stanovenej v nariadení (ES) č. 466/2001. Množstvo sa odmieta, ak je stredná hodnota vyššia než príslušná maximálna hodnota.

PRÍLOHA II

PRÍPRAVA VZORIEK A KRITÉRIÁ PRE ANALYTICKÉ METÓDY POUŽÍVANÉ PRI ÚRADNEJ KONTROLE OBSAHU OLOVA, KADMIA, ORTUTI A 3-MCPD V NIEKTORÝCH POTRAVINÁCH

1. ÚVOD

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez zavedenia druhotného znečistenia.

2. ŠPECIFICKÉ POSTUPY PRÍPRAVY VZORIEK NA URČOVANIE OBSAHU OLOVA, KADMIA A ORTUTI

Existuje mnoho uspokojivých špecifických postupov prípravy vzoriek, ktoré možno používať pre uvažované výrobky. Postupy popísané v návrhu normy CEN Potraviny – Určovanie obsahu stopových prvkov – kritériá realizácie a všeobecné úvahy „(*Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria and general consideration*)” sa považujú za uspokojivé ⁽⁶⁾, ale aj iné metódy môžu byť rovnako platné.

Pre každý použitý postup musia byť uvedené tieto body:

- dvojchlopňové mäkkýše, kôrovce a malé ryby: ak sa za normálnych okolností konzumujú celé, k analyzovanému materiálu treba priložiť vnútornosti,
- zelenina: testovať treba iba jedlú časť pri zohľadnení požiadaviek nariadenia (ES) č. 466/2001.

3. ŠPECIFICKÉ POSTUPY PRÍPRAVY VZORIEK NA URČOVANIE OBSAHU OLOVA, KADMIA A ORTUTI

3.1. Definície pojmov

Ďalej sú uvedené definície niekoľkých najbežnejšie používaných pojmov, ktorých používanie sa bude vyžadovať od laboratória:

r = opakovateľnosť, hodnota, pre ktorú je možné so špecifickou pravdepodobnosťou (typicky 95 %) očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami jednotlivých skúšok získanými v podmienkach opakovateľnosti (t. j. tá istá vzorka, ten istý obslužný pracovník, to isté prístrojové vybavenie, to isté laboratórium a krátky časový interval) je menšia než táto hodnota. Z toho vyplýva: $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti.

RSD_r = relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ kde $\bar{x}$ je priemerná hodnota výsledkov zo všetkých laboratórií a vzoriek.

R = reprodukovateľnosť, hodnota, pre ktorú je možné s určitou pravdepodobnosťou (typicky 95 %) očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami jednotlivých skúšok získanými v podmienkach reprodukovateľnosti (t. j. výsledky na zhodnom materiáli získané obslužnými pracovníkmi v rôznych laboratóriách pomocou normalizovanej skúšobnej metódy) je menšia než táto hodnota; $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti.

$RSD_R =$ relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$HORRAT_r =$ pozorovaná hodnota RSD_r delená hodnotou RSD_r vypočítanou z Horowitzovej rovnice za predpokladu $r = 0,66 R$.

$HORRAT_R =$ pozorovaná hodnota RSD_R delená hodnotou RSD_R vypočítanou z Horowitzovej rovnice ^(b).

3.2. Všeobecné požiadavky

Metódy analýzy používané na účely kontroly potravín musia vždy, keď je to možné, vyhovovať ustanoveniam odsekov 1 a 2 prílohy k smernici 85/591/EHS.

V kapitole 35 prílohy k nariadeniu Komisie (ES) č. 2676/90 ⁽¹⁾, ktorým sa určujú metódy Spoločenstva na analýzu vín, je stanovená metóda, ktorá sa má používať pri analýze obsahu olova vo víne.

3.3. Špecifické požiadavky

3.3.1. Analýzy obsahu olova, kadmia, ortuti

Špecifické metódy určovania obsahu olova, kadmia a ortuti nie sú predpísané. V laboratóriách by sa mala používať schválená metóda, ktorá spĺňa kritériá realizácie uvedené v tabuľke 3. Ak je to možné, pri schvaľovaní musí byť medzi materiálmi používanými pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach aj certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka 3: Kritériá realizácie metód analýzy obsahu olova, kadmia a ortuti

Parameter	Hodnota/komentár
Použiteľnosť	Potraviny stanovené v nariadení (ES) č. 466/2001
Limit detekcie	Najviac jedna desatina hodnoty stanovenej v nariadení (ES) č. 466/2001, okrem prípadu, keď je hodnota stanovená pre olovo menšia než 0,1 mg/kg. Vtedy najviac jedna pätina stanovenej hodnoty.
Limit kvantifikácie	Najviac jedna pätina hodnoty stanovenej v nariadení (ES) č. 466/2001, okrem prípadu, keď je hodnota stanovená pre olovo menšia než 0,1 mg/kg. Vtedy najviac dve pätiny stanovenej hodnoty.
Presnosť	Pri schvaľovacích spoločne vykonávaných skúškach hodnoty $HORRAT_r$ a $HORRAT_R$ menšie než 1,5.
Obnova	80 – 120 % (podľa údajov uvedených pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach).
Špecifickosť	Žiadna maticová alebo spektrálna interferencia.

3.3.2. Analýza obsahu 3-MCPD

Špecifické metódy určovania obsahu 3-MCPD nie sú predpísané. V laboratóriách by sa mala používať schválená metóda, ktorá spĺňa kritériá realizácie uvedené v tabuľke 4 ⁽²⁾. Ak je to možné, pri schvaľovaní musí byť medzi materiálmi používanými pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach aj certifikovaný referenčný materiál... ⁽³⁾

⁽¹⁾ Ú. v. ES L 272, 3.10.1990, s. 1.

Tabuľka 4: Kritériá realizácie metód analýzy obsahu 3-MCPD

Kritérium	Odporúčaná hodnota	Koncentrácia
Prázdne oblasti	Menšia než limit detekcie	–
Obnova	75 – 110 %	Všetky
Limit kvantifikácie	10 (alebo menej) µg/kg v sušine	–
Smerodajná odchýlka signálu prázdnej oblasti	Menej než 4 µg/kg	–
Odhady vlastnej presnosti – smerodajná odchýlka opakovaných meraní pri rôznych koncentráciách	< 4 µg/kg	20 µg/kg
	< 6 µg/kg	30 µg/kg
	< 7 µg/kg	40 µg/kg
	< 8 µg/kg	50 µg/kg
	< 15 µg/kg	100 µg/kg

3.4. Odhad analytickej presnosti a výpočty obnovy

Presnosť analýzy sa odhaduje všade, kde je to možné, zaradením vhodných certifikovaných referenčných materiálov do cyklu analýzy.

Musia sa zohľadňovať aj Harmonizované smernice pre využívanie informácií o obnove pri analytických meraniach „(*Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement*“) ^(d) vypracované pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Analytický výsledok sa musí hlásiť korigovaný alebo nekorigovaný. Musí sa hlásiť spôsob podávania hlásení a úroveň obnovy.

3.5. Normy kvality pre laboratória

Laboratória musia vyhovovať požiadavkám smernice 93/99/EHS.

3.6. Vyjadrenie výsledkov

Výsledky sa vyjadrujú v tých istých jednotkách ako maximálne hodnoty stanovené v nariadení (ES) č. 466/2001.

LITERATÚRA

^(a) Návrh Normy prEN 13804 Potraviny – Určovanie obsahu stopových prvkov – kritériá realizácie a všeobecné úvahy „(*Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance Criteria and General Consideration*“), CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brusel.

^(b) W. Horwitz, Vyhodnocovanie analytických metód regulácie potravín a liekov „(*Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs*“), Anal. Chem., 1982, č. 54, 67A – 76A.

^(c) Metóda analýzy na určenie obsahu 3-monochlóropropán-1,2-diolu v potravinách a prísadách do potravín pomocou hmotnostnej spektrometrickej detekcie (*Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection*), správa predložená CEN TC 275 a AOAC International (k dispozícii aj ako Správa o úlohe vedeckej spolupráce č. 3.2.6: Vytvorenie validovaných metód na podporu odporúčaní Vedeckého výboru pre potraviny týkajúcich sa obsahu 3-MCPD v hydrolyzovanej rastlinnej bielkovine a v ostatných potravinách „– *Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods*“).

^(d) Harmonizované usmernenia ISO/AOAC/IUPAC pre využívanie informácií o obnove pri analytických meraniach (*EISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement*), ed. Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Aleš Fajgelj, Paul Willetts a Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, č. 71, 337-348.