

To besedilo je zgolj informativne narave in nima pravnega učinka. Institucije Unije za njegovo vsebino ne prevzemajo nobene odgovornosti. Verodostojne različice zadevnih aktov, vključno z uvodnimi izjavami, so objavljene v Uradnem listu Evropske unije. Na voljo so na portalu EUR-Lex. Uradna besedila so neposredno dostopna prek povezav v tem dokumentu

► **B**

► **M2** UREDBA KOMISIJE (ES) št. 333/2007

z dne 28. marca 2007

o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za nadzor vsebnosti elementov v sledovih in onesnaževal iz predelave v živilih ◀

(Besedilo velja za EGP)

(UL L 88, 29.3.2007, str. 29)

spremenjena z:

		Uradni list		
		št.	stran	datum
► <u>M1</u>	Uredba Komisije (EU) št. 836/2011 z dne 19. avgusta 2011	L 215	9	20.8.2011
► <u>M2</u>	Uredba Komisije (EU) 2016/582 z dne 15. aprila 2016	L 101	3	16.4.2016
► <u>M3</u>	Izvedbena Uredba Komisije (EU) 2019/2093 z dne 29. novembra 2019	L 317	96	9.12.2019
► <u>M4</u>	Izvedbena Uredba Komisije (EU) 2021/705 z dne 28. aprila 2021	L 146	73	29.4.2021
► <u>M5</u>	Izvedbena Uredba Komisije (EU) 2022/685 z dne 28. aprila 2022	L 126	14	29.4.2022
► <u>M6</u>	Izvedbena Uredba Komisije (EU) 2022/2418 z dne 9. decembra 2022	L 318	4	12.12.2022

▼ B

▼ M2

UREDBA KOMISIJE (ES) št. 333/2007

z dne 28. marca 2007

o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za nadzor vsebnosti elementov v sledovih in onesnaževal iz predelave v živilih

▼ B

(Besedilo velja za EGP)

Člen 1

▼ M3

1. Vzorčenje in analiza za nadzor vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra, anorganskega kositra, anorganskega arzena, 3-monokloropropan-1,2-diola (3-MCPD), 3-MCPD estrov maščobnih kislin, glicidil estrov maščobnih kislin, policikličnih aromatskih ogljikovodikov (PAH) in perklorata, navedenih v oddelkih 3, 4, 6 in 9 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006, ter za nadzor vsebnosti akrilamida v skladu z Uredbo Komisije (EU) 2017/2158 ⁽¹⁾ se izvede v skladu s Prilogo k tej uredbi.

▼ B

2. Odstavek 1 se uporablja brez poseganja v določbe Uredbe (ES) št. 882/2004.

Člen 2

Direktive 2001/22/ES, 2004/16/ES in 2005/10/ES se razveljavijo.

Sklici na razveljavljene uredbe veljajo kot sklici na to uredbo.

Člen 3

Ta uredba začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

Uporablja se od 1. junija 2007.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

⁽¹⁾ Uredba Komisije (EU) 2017/2158 z dne 20. novembra 2017 o blažilnih ukrepih in referenčnih ravneh za zmanjšanje prisotnosti akrilamida v živilih (UL L 304, 21.11.2017, str. 24).

▼ B*PRILOGA*

DEL A

OPREDELITVE

Za namene te priloge se uporabljajo naslednje opredelitve:

▼ M5

„ot“: je določljiva količina naenkrat dostavljenega živila, za katerega pristojna oseba ugotovi skupne značilnosti (kot so poreklo, sorta, vrsta, zbirno območje, vrsta pakiranja, izvajalec pakiranja, pošiljatelj ali oznake).

▼ B

„sublot“: je del večjega lota, ki je določen za vzorčenje, vsak sublot mora biti fizično ločen od preostalega dela lota in določljiv.

„primarni vzorec“: je količina materiala, vzetega iz enega mesta v lotu ali sublotu.

„sestavljani vzorec“: je vzorec, sestavljen iz vseh primarnih vzorcev, vzetih iz lota ali sublota; sestavljeni vzorci se obravnavajo kot reprezentativni za lote, iz katerih so odvzeti.

„laboratorijski vzorec“: vzorec, namenjen za laboratorijski preskus.

▼ M5

„primerljiva velikost ali masa“: razlika v velikosti ali masi ne presega 50 %.

▼ B

DEL B

METODA ZA VZORČENJE**B.1 SPLOŠNE DOLOČBE****B.1.1 Osebj**

Vzorčenje opravi pooblaščen oseba, ki jo imenuje država članica.

B.1.2 Material za vzorčenje

Vsak lot ali sublot, namenjena za pregled, se vzorči ločeno.

B.1.3 Nujni varnostni ukrepi

Med vzorčenjem je treba paziti, da ne pride do sprememb, ki bi vplivale na vsebnost onesnaževal, škodljivo vplivale na analitsko določitev ali povzročile nereprezentativnost sestavljenih vzorcev.

B.1.4 Primarni vzorci

Če je mogoče, se primarni vzorci odvzamejo na različnih mestih celotnega lota ali sublota. Odstopanje od tega postopka se zabeleži v zapisnik, določen v točki B.1.8 te priloge.

B.1.5 Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec se pripravi z združitvijo primarnih vzorcev.

▼ B**B.1.6 Vzorci za uradni nadzor, dopolnilno izvedensko mnenje in referenčne namene**

Vzorci za uradni nadzor, dopolnilno izvedensko mnenje in referenčne namene se jemljejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če to ni v nasprotju s pravili držav članic v zvezi s pravicami nosilca živilske dejavnosti.

B.1.7 Pakiranje in prenos vzorcev

Vsak vzorec se zapre v čisto posodo iz inertnih materialov, ki med prevozom omogoča primerno zaščito pred onesnaženjem, izgubo analitov z adsorpcijo na notranje stene posode in pred poškodbami. Sprejmejo se vsi previdnostni ukrepi, da se prepreči kakršna koli sprememba v sestavi vzorca, ki bi lahko nastala med prevozom ali skladiščenjem.

▼ M1

V primeru vzorčenja za analizo PAH se po možnosti plastične posode ne uporabljajo, saj bi lahko spremenile vsebino PAH vzorca. Kadar je mogoče se uporablja steklena posoda brez PHA, iz inertnih materialov, ki vzorec ustrezno ščiti pred svetlobo. Kadar je to dejansko nemogoče uporabiti, je treba preprečiti neposreden stik med vzorcem in plastiko, na primer z zavijanjem trdnih vzorcev v aluminijevo folijo, preden se jih da v posodo za vzorčenje.

▼ B**B.1.8 Pečatenje in označevanje vzorcev**

Vsak vzorec, odvzet za uradno uporabo, se zapečati na mestu vzorčenja in označi po predpisih držav članic.

O vsakem vzorčenju se napiše zapisnik, ki omogoča jasno prepoznavanje vsakega lota ali sublota (navesti je treba sklic na številko pošiljke), navaja datum in mesto vzorčenja ter vse dodatne podatke, ki bi lahko pomagali analitiku.

▼ M1**B.2 NAČRTI VZORČENJA****B.2.1 Razdelitev lotov v sublote**

Velike lote se razdeli na sublote, če je sublote mogoče fizično ločiti. Za izdelke, ki se tržijo v razsutem stanju (npr. žito), se uporablja preglednica 1. Za druge izdelke se uporablja preglednica 2. Ob upoštevanju, da masa lota ni vedno natančen večkratnik mase subplotov, lahko masa sublota presega navedeno maso za največ 20 %.

▼ M4**B.2.2 Število primarnih vzorcev**

Za živila, razen prehranskih dopolnil, posušenih začimb ali zelišč, posušeni gliv, alg ali lišajev, količina sestavljenega vzorca znaša najmanj 1 kilogram ali 1 liter, razen kadar to ni mogoče, npr. kadar je vzorec sestavljen iz enega pakiranja ali enote.

Za prehranska dopolnila, posušene začimbe ali zelišča, posušene glive, alge ali lišaje količina sestavljenega vzorca znaša najmanj 100 gramov ali 100 mililitrov.

Za živila, razen prehranskih dopolnil, je najmanjše število primarnih vzorcev, ki se odvzamejo iz lota ali sublota, v skladu s preglednico 3.

▼ **M4**

Za razsute tekoče izdelke se lot ali subplot, kolikor je mogoče temeljito, ročno ali mehansko premeša neposredno pred vzorčenjem, če to ne vpliva na kakovost izdelka. V tem primeru se sklepa na homogeno porazdelitev onesnaževal v zadevnem lotu ali subplotu. Zato je število primarnih vzorcev iz lota ali subplota, ki tvorijo sestavljeni vzorec, tri.

Kadar je lot ali subplot sestavljen iz posameznih pakiranj ali enot, za živila, razen prehranskih dopolnil, je število pakiranj ali enot (primarni vzorci), ki se odvzamejo za oblikovanje sestavljenega vzorca, v skladu s preglednico 4a.

Primarni vzorci imajo podobno maso/volumen. Za živila, razen prehranskih dopolnil, posušenih začimb ali zelišč, suhih gliv, alg ali lišajev, masa/volumen primarnega vzorca znaša najmanj 100 gramov ali 100 mililitrov, kar tvori sestavljeni vzorec, katerega količina znaša najmanj približno 1 kilogram ali 1 liter.

Za posušene začimbe ali zelišča, posušene glive, alge ali lišaje, masa/volumen primarnega vzorca znaša najmanj 35 gramov ali 35 mililitrov, kar tvori sestavljeni vzorec, katerega količina znaša najmanj 100 gramov ali 100 mililitrov.

Mejne vrednosti za anorganski kositer se uporabljajo za vsebino vsake pločevinke, vendar se zaradi praktičnih razlogov lahko uporabi tudi pristop sestavljenega vzorčenja. Če je rezultat preskusa sestavljenega vzorca pločevink manjši, vendar blizu mejne vrednosti za anorganski kositer, ter če se sumi, da bi vsebina posamezne pločevinke lahko preseгла mejno vrednost, se izvedejo dodatne preiskave.

Za prehranska dopolnila sta najmanjše število in velikost primarnih vzorcev v skladu s preglednico 4b.

Kadar ni mogoče izvesti metode vzorčenja iz točke B.2 zaradi nesprejemljivih komercialnih posledic (npr. zaradi oblik pakiranja, poškodbe lota) ali ker je dejansko nemogoče uporabiti metodo vzorčenja iz točke B.2, se lahko uporabi nadomestna metoda vzorčenja, če je dovolj reprezentativna za vzorčeni lot ali subplot in v celoti dokumentirana. To se zabeleži v zapisnik iz točke B.1.8.

*Preglednica 1***Razdelitev lotov v subplote za izdelke, ki se tržijo v pošiljkah v razsutem stanju**

Masa lota (v tonah)	Masa ali število subplotov
$\geq 1\,500$	500 ton
> 300 in $< 1\,500$	3 subploti
≥ 100 in ≤ 300	100 ton
< 100	–

▼ **M4**

Preglednica 2

Razdelitev lotov v sublote za izdelke, ki se ne tržijo v pošiljkah v razsutem stanju

Masa lota (v tonah)	Masa ali število subplotov
≥ 15	15–30 ton
< 15	–

Preglednica 3

Najmanjše število primarnih vzorcev, ki se odvzamejo iz lota ali sublota živil, razen za prehranska dopolnila

Masa ali volumen lota/sublota (v kg ali l)	Najmanjše število primarnih vzorcev, ki se odvzamejo
< 50	3
≥ 50 in ≤ 500	5
> 500	10

Preglednica 4a

Število pakiranj ali enot (primarnih vzorcev), ki se odvzamejo za oblikovanje sestavljenega vzorca, če je lot ali subplot sestavljen iz posameznih pakiranj ali enot živil, razen za prehranska dopolnila

Število pakiranj ali enot v lotu/sublotu	Število pakiranj ali enot, ki se odvzamejo
≤ 25	najmanj 1 pakiranje ali enota
26–100	približno 5 %, najmanj 2 pakiranja ali enoti
> 100	približno 5 %, največ 10 pakiranj ali enot

Preglednica 4b

Najmanjše število in velikost primarnih vzorcev za prehranska dopolnila

Velikost lota (število pakiranj)	Število pakiranj (primarni vzorci), ki se odvzamejo za vzorec	Velikost primarnega vzorca
1–50	1	celotna vsebina pakiranja
51–250	2	celotna vsebina pakiranja
251–1 000	4	polovica vsebine pakiranja iz vsakega pakiranja za maloprodajo, odvzetega za vzorec

▼ **M4**

Velikost lota (število pakiranj)	Število pakiranj (primarni vzorci), ki se odvzamejo za vzorec	Velikost primarnega vzorca
> 1 000	4 + 1 pakiranje na 1 000 pakiranj za maloprodajo, vendar največ 25 pakiranj za maloprodajo	≤ 10 pakiranj: polovica vsebine pakiranja iz vsakega pakiranja za maloprodajo > 10 pakiranj: iz vsakega pakiranja se odvzame enaka količina, da se oblikuje vzorec, ki je enakovreden vsebini 5 pakiranj
neznano (uporablja se samo za e-trgovanje)	1	celotna vsebina pakiranja

▼ **M5**B.2.3 **Posebne določbe za vzorčenje lotov, ki vsebujejo cele ribe primerljive velikosti ali mase**

Število primarnih vzorcev, ki jih je treba odvzeti iz lota, je določeno v preglednici 3. Sestavljeni vzorec, ki združuje vse primarne vzorce, tehta najmanj 1 kilogram (glej točko B.2.2).

- Če lot za vzorčenje vsebuje majhne ribe (posamezne ribe, ki tehtajo < 1 kilogram), se kot primarni vzorec vzame cela riba, da se oblikuje sestavljeni vzorec. Če sestavljeni vzorec tehta več kot 3 kilograme, lahko primarne vzorce sestavljajo srednji deli rib, ki tvorijo sestavljeni vzorec, pri čemer vsak primarni vzorec tehta najmanj 100 gramov. Celoten del, za katerega velja mejna vrednost, se uporabi za homogenizacijo vzorca.

Srednji del ribe je del, na katerem je njeno težišče, ki je v večini primerov pri hrbtni plavuti (če jo riba ima) ali v sredini med škržno odprtino in anusom.

- Če lot za vzorčenje vsebuje večje ribe (posamezne ribe, ki tehtajo ≥ 1 kilogram), primarni vzorec sestoji iz srednjega dela ribe. Vsak primarni vzorec tehta najmanj 100 gramov.

Pri ribah srednje velikosti (≥ 1 kilogram in < 6 kilogramov) se kot primarni vzorec vzame rezina od hrbtenice do trebuha iz srednjega dela ribe.

Pri zelo velikih ribah (≥ 6 kilogramov) se kot primarni vzorec odvzame mišičnina iz srednjega dela ribe, in sicer iz desnega hrbtno-bočnega dela (pogled od spredaj). Če bi odvzem takšnega kosa iz srednjega dela ribe povzročil pomembno gospodarsko škodo, se za zadostnega šteje odvzem treh primarnih vzorcev po najmanj 350 gramov, ne glede na velikost lota, oziroma odvzem treh primarnih vzorcev po najmanj 350 gramov iz enakovrednega dela (175 gramov) mišičnine iz predela v bližini repa in predela v bližini glave vsake ribe, ne glede na velikost lota.

▼ M5**B.2.4 Posebne določbe za vzorčenje lotov rib, ki vsebujejo cele ribe različne velikosti in/ali mase**

Za sestavljanje vzorca se uporabljajo določbe iz točke B.2.3.

Če prevladuje posamezen razred/kategorija velikosti ali mase (približno 80 % lota ali več), se odvzame vzorec rib s prevladujočo velikostjo ali maso. Tak vzorec se šteje za reprezentativen za celotni lot.

Če ne prevladuje noben razred/kategorija velikosti ali mase, potem se zagotovi, da so ribe, izbrane za vzorec, reprezentativne za lot. Posebne smernice za take primere so navedene v smernicah za vzorčenje celih rib različnih velikosti in/ali mase ⁽¹⁾.

B.2.5 Posebne določbe za vzorčenje kopenskih živali

Za meso in drobovino prašičev, goveda, ovc, koz in enoprstih koptarjev se odvzame 1-kilogramski vzorec iz vsaj ene živali. Če je potrebno za pridobitev količine 1-kilogramskega vzorca, se enake količine vzorca odvzamejo iz več kot ene živali.

Za perutninsko meso se vzorčijo enake količine iz vsaj treh živali, da se dobi sestavljeni 1-kilogramski vzorec. Za drobovino perutnine se vzorčijo enake količine iz vsaj treh živali, da se dobi sestavljeni 300-gramski vzorec.

Za meso in drobovino gojene divjadi in divjih kopenskih živali se odvzame 300-gramski vzorec iz vsaj ene živali. Če je potrebno za pridobitev količine 300-gramskega vzorca, se enake količine vzorca odvzamejo iz več kot ene živali.

▼ M1**B.3 VZORČENJE NA RAVNI TRGOVINE NA DROBNO**

Vzorčenje živil na stopnji trgovine na drobno se po možnosti izvede v skladu z določbami za vzorčenje iz točke B.2.2 te priloge.

Kadar ni mogoče izvesti metode vzorčenja iz točke B.2.2 zaradi nesprejemljivih komercialnih posledic (npr. zaradi oblik pakiranja, poškodbe lota idr.) ali ker je dejansko nemogoče uporabiti zgoraj omenjeno metodo vzorčenja, se lahko uporabi nadomestna metoda vzorčenja, če je dovolj reprezentativna za vzorčeni lot ali subplot ter v celoti dokumentirana.

▼ B

DEL C

PRIPRAVA VZORCEV IN ANALIZA**C.1 STANDARDI KAKOVOSTI ZA LABORATORIJE**

Laboratoriji morajo izpolnjevati določbe člena 12 Uredbe (ES) št. 882/2004 ► **M1** ◀.

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

▼ B

Laboratoriji sodelujejo v ustreznih shemah medlaboratorijskih primerjalnih preskušanj, ki so v skladu z „Mednarodnim harmoniziranim protokolom za preskus strokovnosti (kemičnih) analitskih laboratorijev“⁽¹⁾, razvitih pod vodstvom IUPAC/ISO/AOAC.

Laboratoriji morajo dokazati, da uporabljajo notranje nadzorne postopke za zagotavljanje kakovosti. Primeri so „Smernice za notranje obvladovanje kakovosti v analitsko-kemijskih laboratorijih ISO/AOAC/IUPAC“⁽²⁾.

Kadar je le mogoče, se analitsko pravilnost oceni s pomočjo vključitve primerne certificiranega referenčnega materiala v analizo.

C.2 PRIPRAVA VZORCA**▼ M5****C.2.1 Varnostni ukrepi in splošna načela**

Osnovna zahteva je, da se pridobi reprezentativni in homogeni laboratorijski vzorec, ne da bi prišlo do sekundarne kontaminacije.

Celoten del, za katerega velja mejna vrednost, se uporabi za homogenizacijo vzorca.

Za proizvode, ki niso ribe, se za pripravo laboratorijskega vzorca uporabi ves vzorčni material, ki ga je laboratorij prejel.

Za ribe se homogenizira ves vzorčni material, ki ga je laboratorij prejel. Iz homogeniziranega sestavljenega vzorca se za pripravo laboratorijskega vzorca uporabi reprezentativni del/količina.

Skladnost z mejnimi vrednostmi, ki so določene v Uredbi (ES) št. 1881/2006, se ugotavlja na podlagi vrednosti, določenih v laboratorijskih vzorcih.

▼ B**C.2.2 Posebni postopki za pripravo vzorca****▼ M2****C.2.2.1 Posebni postopki za svinec, kadmij, živo srebro, anorganski kositer in anorganski arzen**

Analitik prepreči onesnaženje vzorcev med njihovo pripravo. Naprave in oprema, ki pridejo v stik z vzorcem, po možnosti ne smejo vsebovati kovin, ki jih določajo, temveč morajo biti izdelani iz inertnih materialov, npr. iz plastičnih materialov, kot sta polipropilen in politetrafluoroetilen (PTFE) itd. Očistiti jih je treba s kislino, da se čim bolj zmanjša tveganje za onesnaženje. Za rezanje robov se lahko uporabi visokokakovostno nerjavno jeklo.

⁽¹⁾ „Mednarodni harmonizirani protokol za preskus strokovnosti kemičnih analitskih laboratorijev“, M. Thompson, S.L.R., Ellison and R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145–96.

⁽²⁾ Priredila M. Thompson in R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.

▼ M2

Obstaja več primernih posebnih postopkov za pripravo vzorcev, ki se lahko uporabljajo za obravnavane proizvode. Za vidike, ki jih ta uredba posebej ne zajema, je standard CEN „Živila – Določevanje elementov in njihovih kemijskih oblik – Splošna navodila in posebne zahteve“⁽¹⁾ primeren, vendar pa se lahko uporabljajo tudi druge ustrezne metode priprave vzorca.

Za anorganski kositer se zagotovi, da se v raztopino vnese celotni material, saj lahko zlasti zaradi hidrolize netopnih oblik hidriranih Sn(IV) oksidov pogosto pride do izgub.

▼ M1**C.2.2.2 Posebni postopki za policiklične aromatske ogljikovodike**

Analitik prepreči kontaminacijo vzorcev med njihovo pripravo. Posoda se pred uporabo spere z acetonom ali heksanom visoke čistote, da se zmanjša možnost kontaminacije. Kadar je le mogoče, sta naprava in oprema, ki prideta v stik z vzorcem, izdelani iz inertnih materialov, npr. aluminija, stekla ali poliranega nerjavečega jekla. Plastični materiali, kot sta polipropilen ali PTFE, se ne uporabljajo, saj se analiti lahko adsorbirajo na te materiale.

▼ M2

Za analizo PAH v kakavu in iz kakava pridobljenih proizvodih se določanje vsebnosti maščobe opravi v skladu z uradno metodo AOAC 963.15 za določanje vsebnosti maščobe v kakavovih zrnih in iz njih pridobljenih proizvodih. Lahko se uporabijo enakovredni postopki določanja maščobe, če se lahko dokaže, da uporabljeni postopek določanja maščobe zagotavlja enako (enakovredno) vrednost vsebnosti maščobe.

▼ B**C.2.3 Obdelava vzorca, prispelega v laboratorij**

Sestavljeni vzorec se drobno zmelje (kjer je to ustrezno) in dobro premeša po postopku, s katerim se dokazano doseže popolna homogenizacija.

C.2.4 Vzorci za izvršbo, prepoved in sodno izvedenstvo

Enakovredni vzorci za izvršbo, prepoved in sodno izvedenstvo se jemljejo iz homogeniziranega materiala, če to ni v nasprotju s pravili držav članic o vzorčenju v zvezi s pravicami nosilca živilske dejavnosti.

C.3 ANALITSKE METODE**C.3.1 Opredelitve**

Uporabljajo se naslednje opredelitve:

„r“ = ponovljivost, vrednost manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preizkusa, dobljenih pri pogojih ponovljivosti (npr. isti vzorec, isti izvajalec, ista naprava, isti laboratorij in kratek časovni interval), znotraj določene verjetnosti (običajno 95 %) in zato je $r = 2,8 \times s_r$.

⁽¹⁾ Standard EN 13804:2013, „Živila – Določevanje elementov in njihovih kemijskih oblik – Splošna navodila in posebne zahteve“, CEN, Rue de Stassart 36, 1050 Bruselj, Belgija.

▼ B

- „ s_r “ = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.
- „ RSD_r “ = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.
- „ R “ = obnovljivost, vrednost, manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preizkusa, dobljenih pri pogojih obnovljivosti (npr. na istem materialu, ki so ju izvajalci dobili z uporabo standardizirane preskusne metode v različnih laboratorijih), znotraj določene verjetnosti (ponavadi 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.
- „ s_R “ = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.
- „ RSD_R “ = Relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

▼ M3

- „LOD“ = meja zaznavnosti, najmanjša izmerjena vsebnost, ki omogoča sklepanje o prisotnosti analizirane snovi s sprejemljivo statistično gotovostjo.
- „LOQ“ = meja določljivosti, najmanjša vsebnost analizirane snovi, ki se lahko izmeri s sprejemljivo statistično gotovostjo.

▼ M1

- „HORRAT ⁽¹⁾_r“ = upoštevani RSD_r , deljen z vrednostjo RSD_r , dobljeno s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo ⁽²⁾ (glej točko C.3.3.1 („Opombe k izvedbenim merilom“)) z uporabo predpostavke $r = 0,66 R$.
- „HORRAT ⁽³⁾_R“ = upoštevani RSD_R , deljen z vrednostjo RSD_R , dobljeno s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo ⁽⁴⁾ (glej točko C.3.3.1 („Opombe k izvedbenim merilom“)).
- „ u “ = kombinirana standardna merilna negotovost, dobljena z uporabo posamičnih standardnih merilnih negotovosti, povezanih z vhodnimi količinami v modelu za merjenje ⁽⁵⁾

⁽¹⁾ Horwitz W. and 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, str. 125 in 385–386.

⁽³⁾ Horwitz W. and 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, str.125 in 385–386.

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

▼ B

„U“ = razširjena merilna negotovost z uporabo faktorja pokritja 2, ki pomeni stopnjo zaupanja približno 95 % ($U = 2u$).

„Uf“ = najvišja standardna negotovost meritve.

▼ M2**C.3.2 Splošne zahteve**

Analitske metode, uporabljene za nadzor živil, so v skladu z določbami iz Priloge III k Uredbi (ES) št. 882/2004.

Analitske metode za skupni kositer ustrezajo nadzoru vsebnosti anorganskega kositra.

Za analizo svinca v vinu se metode in pravila, ki jih je določila OIV ⁽¹⁾, uporabljajo v skladu s členom 80(5) Uredbe (EU) št. 1308/2013 ⁽²⁾.

Analitske metode za skupni arzen ustrezajo namenu presejanja za nadzor vsebnosti anorganskega arzena. Če je koncentracija skupnega arzena pod mejno vrednostjo anorganskega arzena, nadaljnje preskušanje ni potrebno in vzorec se šteje za skladnega z mejno vrednostjo anorganskega arzena. Če je koncentracija skupnega arzena enaka mejni vrednosti anorganskega arzena ali jo presega, se izvede nadaljnje preskušanje, da se ugotovi, ali je koncentracija anorganskega arzena nad mejno vrednostjo anorganskega arzena.

▼ B**C.3.3 Izvedbena merila****▼ M1****C.3.3.1 Izvedbena merila**

Kjer na ravni Evropske unije ni predpisanih posebnih metod za določanje onesnaževal v živilih, lahko laboratoriji izberejo katero koli validirano metodo za analizo ustrezne matrice, pod pogojem, da izbrana metoda izpolnjuje posebna izvedbena merila, določena v preglednicah 5, 6 in 7.

Priporočljivo je, da se popolnoma validirane metode (tj. metode, ki so validirane z medlaboratorijskim primerjalnim preskusom ustrezne matrice) uporabljajo, kadar je to primerno in dostopno. Druge ustrezne validirane metode (npr. interno validirane metode za ustrezno matrico) se tudi lahko uporabijo pod pogojem, da izpolnjujejo izvedbena merila, določena v preglednicah 5, 6 in 7.

Kadar je to mogoče, validacija interno validiranih metod vključuje certificirani referenčni material.

⁽¹⁾ Mednarodna organizacija za trto in vino.

⁽²⁾ Uredba (EU) št. 1308/2013 Evropskega parlamenta in Sveta z dne 17. decembra 2013 o vzpostavitvi skupne ureditve trgov kmetijskih proizvodov in razveljavitvi uredb Sveta (EGS) št. 922/72, (EGS) št. 234/79, (ES) št. 1037/2001 in (ES) št. 1234/2007 (UL L 347, 20.12.2013, str. 671).

▼ **M6**

- (a) Izvedbena merila za analitske metode za svinec, kadmij, živo srebro, anorganski kositer in anorganski arzen

Preglednica 5

Parameter	Merilo			
Uporaba	Živila, navedena v Uredbi (ES) št. 1881/2006			
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa			
Ponovljivost (RSD _r)	HORRAT _r manj kot 2			
Obnovljivost (RSD _R)	HORRAT _R manj kot 2			
Izkoristek	Uporabljajo se določbe točke D.1.2.			
LOD	= tri desetine LOQ			
LOQ	Anorganski kositer	≤ 10 mg/kg		
	Svinec	MV ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < MV < 0,1 mg/kg	MV ≥ 0,1 mg/kg
		≤ MV	≤ dve tretjini MV	≤ ena petina MV
	Kadmij, živo srebro	MV ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < MV < 0,1 mg/kg	MV je ≥ 0,1 mg/kg
		≤ dve petini MV	≤ dve petini MV	≤ ena petina MV
	Anorganski arzen in skupni arzen	MV ≤ 0,03 mg/kg	0,03 < MV < 0,1 mg/kg	MV je ≥ 0,1 mg/kg
		≤ MV	≤ dve tretjini MV	≤ dve tretjini MV

▼ **M3**

- (b) Izvedbena merila za analitske metode za 3-monokloropropan-1,2-diol (3-MCPD), 3-MCPD estre maščobnih kislin in glicidil estre maščobnih kislin:

— Izvedbena merila za analitske metode za 3-MCPD v živilih, navedenih v točki 4.1 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006

Preglednica 6 a

Parameter	Merilo
Uporaba	Živila, navedena v točki 4.1 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Terenski slepi vzorec	Manj kot LOD
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	75–110 %
Meja zaznavnosti (LOD)	≤ 5 µg/kg (na osnovi suhe snovi)
Meja določljivosti (LOQ)	≤ 10 µg/kg (na osnovi suhe snovi)

▼ M3

- Izvedbena merila za analitske metode za 3-MCPD v živilih, navedenih v točki 4.3 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006

Preglednica 6b

Parameter	Merilo
Uporaba	Živila, navedena v točki 4.3 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Terenski slepi vzorec	Manj kot LOD
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	75–110 %
Meja zaznavnosti (LOD)	≤ 7 µg/kg
Meja določljivosti (LOQ)	≤ 14 µg/kg

- Izvedbena merila za analitske metode za 3-MCPD estre maščobnih kislin, izražene kot 3-MCPD, v živilih, navedenih v točki 4.3 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006

Preglednica 6c

Parameter	Merilo
Uporaba	Živila, navedena v točki 4.3 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	70–125 %
Meja zaznavnosti (LOD)	Tri desetine LOQ
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točkah 4.3.1 in 4.3.2	≤ 100 µg/kg v oljih in maščobah
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točkah 4.3.3 in 4.3.4 z vsebnostjo maščob < 40 %	≤ dve petini MV
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točki in 4.3.4 z vsebnostjo maščob ≥ 40 %	≤ 15 µg/kg maščobe

- Izvedbena merila za analitske metode za glicidil estre maščobnih kislin, izražene kot glicidol, v živilih, navedenih v točki 4.2 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006

▼ **M3**

Preglednica 6d

Parameter	Merilo
Uporaba	Živila, navedena v točki 4.2 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	70–125 %
Meja zaznavnosti (LOD)	Tri desetine LOQ
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točkah 4.2.1 in 4.2.2	≤ 100 µg/kg v oljih in maščobah
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točki 4.2.3 z vsebnostjo maščob < 65 % in točki 4.2.4 z vsebnostjo maščob < 8 %	≤ dve petini MV
Meja določljivosti (LOQ) za živila, navedena v točki 4.2.3 z vsebnostjo maščob ≥ 65 % in točki 4.2.4 z vsebnostjo maščob ≥ 8 %	≤ 31 µg/kg maščobe

▼ **M1**

- (c) Izvedbena merila za analitske metode za policiklične aromatske ogljikovodike:

Štirje policiklični aromatski ogljikovodiki, za katere se uporabljajo ta merila, so benzo[a]piren, benz[a]antracen, benzo[b]fluoranten in krizen.

Preglednica 7

Parameter	Merilo
Uporaba	Živila, navedena v Uredbi (ES) št. 1881/2006
Specifičnost	Potrditev pozitivne detekcije brez matrice ali spektralnih interferenc
Ponovljivost (RSD _r)	HORRAT _r vrednosti manj kot 2
Obnovljivost (RSD _R)	HORRAT _R vrednosti manj kot 2
Izkoristek	50–120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg za vsako od štirih snovi
LOQ	≤ 0,90 µg/kg za vsako od štirih snovi

▼ M3

(d) Izvedbena merila za analitske metode za akrilamid:

Preglednica 8

Parameter	Merilo
Uporaba	Vsa živila
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Terenski slepi vzorec	Pod mejo zaznavnosti (LOD)
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	75–110 %
Meja zaznavnosti (LOD)	Tri desetine LOQ
Meja določljivosti (LOQ)	Za živila z referenčnimi ravnmi < 125 µg/kg: ≤ dve petini referenčne ravni, ne zahteva pa se, da je nižja od 20 µg/kg Za živila z referenčnimi ravnmi ≥ 125 µg/kg: ≤ 50 µg/kg

(e) Izvedbena merila za analitske metode za perklorat:

Preglednica 9

Parameter	Merilo
Uporaba	Vsa živila
Specifičnost	Brez spektralnih interferenc ali vpliva matriksa
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 krat natančnost RSD _R , dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Obnovljivost (RSD _R)	Dobljena s (spremenjeno) Horwitzovo enačbo
Izkoristek	70–110 %
Meja zaznavnosti (LOD)	Tri desetine LOQ
Meja določljivosti (LOQ)	≤ dve petini MV

(f) Opombe k izvedbenim merilom:

Horwitzova enačba ⁽¹⁾ (za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) in spremenjena Horwitzova enačba ⁽²⁾ (za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sta splošeni enačbi za natančnost, ki sta neodvisni od analita in matrice ter sta za vse običajne metode analize odvisni izključno od koncentracije.

Spremenjena Horwitzova enačba za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 63, 1980, 1344–1354.

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

▼ **M3**

pri čemer je:

- RSD_R relativni standardni odklon, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/x) \times 100]$
- C povprečne koncentracije (tj. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1 000 mg/kg) Spremenjena Horwitzova enačba velja za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Horwitzova enačba za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

pri čemer je:

- RSD_R relativni standardni odklon, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/x) \times 100]$
- C povprečne koncentracije (tj. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1 000 mg/kg) Horwitzova enačba velja za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

▼ **M1**

C.3.3.2 Pristop „ustreznost namenu“

Za interno validirane metode lahko pristop „ustreznost namenu“⁽¹⁾ predstavlja nadomestno sredstvo za ocenjevanje njihove primernosti za uradni nadzor. Metode, primerne za uradni nadzor, morajo dati rezultate, ki predstavljajo sestavljeno standardno merilno negotovost (u), in sicer manjšo, kot je najvišja standardna merilna negotovost, izračunana z uporabo naslednje formule:

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

pri čemer je

- Uf najvišja standardna merilna negotovost ($\mu\text{g/kg}$),
- LOD meja zaznavnosti metode ($\mu\text{g/kg}$); LOD mora izpolniti izvedbena merila iz točke C.3.3.1 za izbrano koncentracijo,
- C izbrana koncentracija ($\mu\text{g/kg}$),
- α numerični faktor, ki se uporablja odvisno od vrednosti C . Vrednosti, ki se jih uporablja, so navedene v ► **M3** preglednici 10 ◀.

▼ **M3**

Preglednica 10

▼ **M1**

Numerične vrednosti, ki se uporabljajo za α kot konstanto v formuli iz te točke, glede na izbrano koncentracijo

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 and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, str. 10 in 471–478.

▼ M1

Analitik mora biti seznanjen s „Poročilom o razmerju med rezultati analize, merilno negotovostjo, faktorji izkoristka in določbami zakonodaje EU o hrani in krmi“⁽¹⁾.

▼ B

DEL D

POROČANJE IN RAZLAGA REZULTATOV**D.1 POROČANJE****D.1.1 Podajanje rezultatov**

Rezultati analize mejne vrednosti se izrazijo z istimi enotami in zaokrožijo na enako število decimalnih mest, kakor je določeno v Uredbi (ES) št. 1881/2006.

D.1.2 Izračun izkoristka

Če je bil v analitski metodi uporabljen postopek ekstrakcije, je treba v rezultatu analize upoštevati korekcijo zaradi izkoristka. V tem primeru je treba poročati o ravni izkoristka.

▼ M1

V primeru neuporabe postopka ekstrakcije v analitski metodi (npr. v primeru kovin) je treba rezultat sporočiti brez korekcije izkoristka, če je s pravilno uporabo ustreznega referenčnega materiala dokazano, da je dosežena certificirana vrednost za dosego merilne negotovosti (tj. visoka natančnost meritve) in je torej metoda nepristranska. Navesti je treba, če je rezultat sporočen brez korekcije izkoristka.

▼ B**D.1.3 Merilna negotovost**

Rezultat analize mora biti izražen kot $x \pm U$, pri čemer je x rezultat analize, U pa razširjena merilna negotovost, kar pri količniku zajetja 2 pomeni približno stopnjo zaupanja 95 % ($U = 2u$).

▼ M1

Analitik mora biti seznanjen s „Poročilom o razmerju med rezultati analize, merilno negotovostjo, faktorji izkoristka in določbami zakonodaje EU o hrani in krmi“⁽²⁾.

▼ B**D.2 RAZLAGA REZULTATOV****D.2.1 Sprejemljivost lota/sublota**

Lot ali subplot je sprejemljiv, če rezultat analize laboratorijskega vzorca ne presega posameznih mejnih vrednosti, določenih v Uredbi (ES) št. 1881/2006, ob upoštevanju razširjene merilne negotovosti in popravka rezultata za izkoristek, če je bil v uporabljeni analitski metodi uporabljen postopek ekstrakcije.

D.2.2 Zavrnitev lota/sublota

Lot ali subplot se zavrne, če rezultat analize laboratorijskega vzorca utemeljeno presega posamezne mejne vrednosti, določene v Uredbi (ES) št. 1881/2006, ob upoštevanju razširjene merilne negotovosti in popravka rezultata za izkoristek, če je bil v uporabljeni analitski metodi uporabljen postopek ekstrakcije.

⁽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 Uporaba**

Sedanja pravila razlage se uporabljajo za rezultat analitskega preskušanja, dobljenega na vzorcu za uradni nadzor. V primeru analize za dopolnilno izvedensko mnenje ali referenčne namene se uporabljajo nacionalna pravila.