

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 333/2007**z dnia 28 marca 2007 r.****ustanawiające metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, 3-MCPD i benzo[a]pirenu w środkach spożywczych****(Tekst mający znaczenie dla EOG)**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt⁽¹⁾, w szczególności jego art. 11 ust. 4,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) W rozporządzeniu Rady (EWG) nr 315/93 z dnia 8 lutego 1993 r. ustanawiającym procedury Wspólnoty w odniesieniu do substancji skażających w żywności⁽²⁾ stwierdzono, że dla ochrony zdrowia publicznego należy ustalić najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych.
- (2) W rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1881/2006 z dnia 19 grudnia 2006 r. ustalającym najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych⁽³⁾ określono najwyższe dopuszczalne poziomy zawartości ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, 3-MCPD i benzo[a]pirenu w niektórych środkach spożywczych.
- (3) W rozporządzeniu (WE) nr 882/2004 ustanowiono ogólne zasady przeprowadzania urzędowej kontroli środków spożywczych. Jednakże w pewnych przypadkach konieczne jest określenie bardziej szczegółowych zasad, aby w ramach Wspólnoty zapewnić przeprowadzanie tych kontroli urzędowych w sposób zharmonizowany.
- (4) Metody pobierania próbek i metody analiz do stosowania w urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, 3-MCPD i benzo[a]pirenu w niektórych środkach spożywczych są określone odpowiednio w dyrektywie Komisji 2001/22/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli

poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych⁽⁴⁾, dyrektywie Komisji 2004/16/WE z dnia 12 lutego 2004 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów cyny w żywności konserwowanej⁽⁵⁾ oraz w dyrektywie Komisji 2005/10/WE z dnia 4 lutego 2005 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów benzo[a]pirenu w środkach spożywczych⁽⁶⁾.

- (5) Stwierdzono podobieństwo wielu przepisów dotyczących pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, 3-MCPD i benzo[a]pirenu w środkach spożywczych. W związku z tym, w celu zachowania przejrzystości prawodawstwa, właściwym jest zawarcie tych przepisów w jednym akcie prawnym.
- (6) Należy zatem uchylić dyrektywy 2001/22/WE, 2004/16/WE oraz 2005/10/WE i zastąpić je nowym rozporządzeniem.
- (7) Środki przewidziane w tym rozporządzeniu są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Żywnościowego i Zdrowia Zwierząt,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

1. Pobieranie próbek i badania do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny nieorganicznej, 3-MCPD i benzo[a]pirenu wskazane w sekcjach 3, 4 i 6 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006 są przeprowadzane zgodnie z przepisami załącznika do niniejszego rozporządzenia.

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

⁽¹⁾ Dz.U. L 165 z 30.4.2004, str. 1. Rozporządzenie zmienione rozporządzeniem Komisji (WE) nr 1791/2006 (Dz.U. L 363 z 20.12.2006, str. 1).

⁽²⁾ Dz.U. L 37 z 13.2.1993, str. 1. Rozporządzenie zmienione rozporządzeniem (WE) nr 1882/2003 Parlamentu Europejskiego i Rady (Dz.U. L 284 z 31.10.2003, str. 1).

⁽³⁾ Dz.U. L 364 z 20.12.2006, str. 5.

⁽⁴⁾ Dz.U. L 77 z 16.3.2001, str. 14. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 2005/4/WE (Dz.U. L 19 z 21.1.2005, str. 50).

⁽⁵⁾ Dz.U. L 42 z 13.2.2004, str. 16.

⁽⁶⁾ Dz.U. L 34 z 8.2.2005, str. 15.

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.

Sporządzono w Brukseli, dnia 28 marca 2007 r.

W imieniu Komisji
Markos KYPRIANOU
Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK

CZĘŚĆ A

DEFINICJE

Do celów niniejszego załącznika zastosowanie mają następujące definicje:

- „partia”: możliwa do identyfikacji ilość żywności dostarczona w jednym terminie i posiadająca ustalone przez urzędnika, te same wspólne cechy [takie jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakowacz, nadawca lub oznakowanie]. W przypadku ryb również ich wielkość musi być porównywalna;
- „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.

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.1.6. **Próbki 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.

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 jednoznaczną 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.

B.2. PLANY POBIERANIA PRÓBEK

Duże partie są dzielone na podpartie pod warunkiem, że mogą one być fizycznie wyodrębnione. W przypadku produktów wprowadzanych do obrotu handlowego luzem (np.: zboża) zastosowanie ma tabela 1. W odniesieniu do innych produktów zastosowanie ma tabela 2. Biorąc pod uwagę, że masa partii nie zawsze stanowi dokładną wielokrotność masy podpartii, masa podpartii może przekroczyć wymienioną masę o maksymalnie 20 %.

Masa próbki zbiorczej wynosi co najmniej 1 kg lub 1 litr, z wyjątkiem przypadków, gdy nie jest to możliwe, np. gdy próbka składa się z 1 opakowania lub jednostki.

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii lub podpartii musi być zgodna z liczbą podaną w tabeli 3. W przypadku produktów płynnych luzem partia lub podpartia powinna 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 powyższym do utworzenia próbki zbiorczej wystarczy pobrać z partii lub podpartii trzy próbki pierwotne.

Próbki pierwotne muszą mieć podobną masę. Masa próbki pierwotnej musi wynosić co najmniej 100 gramów lub 100 mililitrów, natomiast masa próbki zbiorczej co najmniej około 1 kg lub 1 litra. Odstępstwo od tej metody należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt B.1.8. niniejszego załącznika.

Tabela 1

Podział partii na podpartie w przypadku produktów wprowadzanych do obrotu handlowego luzem

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

Tabela 2

Podział partii na podpartie w przypadku innych produktów

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

Tabela 3

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii lub podpartii

Masa lub objętość partii/podpartii (w kg lub litrach)	Minimalna liczba próbek pierwotnych do pobrania
< 50	3
≥ 50 oraz ≤ 500	5
> 500	10

W przypadku partii lub podpartii, składających się z pojedynczych opakowań lub jednostek, liczbę opakowań lub jednostek, które mają być pobrane w celu utworzenia próbki zbiorczej, podano w tabeli 4.

Tabela 4

Liczba opakowań lub jednostek (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki zbiorczej, gdy partia lub podpartia składa się z pojedynczych opakowań lub jednostek

Liczba opakowań lub jednostek w partii/podpartii	Liczba opakowań lub jednostek do pobrania
≤ 25	co najmniej 1 opakowanie lub jednostka
26–100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki
> 100	około 5 %, nie więcej niż 10 opakowań lub jednostek

Najwyższe dopuszczalne poziomy cyny nieorganicznej odnoszą się do zawartości każdej puszkii, jednakże ze względów praktycznych konieczne jest zastosowanie próbek zbiorczych. Jeżeli wynik badania uzyskany dla próbki zbiorczej z puszek jest niższy, ale bliski najwyższego dopuszczalnego poziomu cyny nieorganicznej, i jeżeli podejrzewa się, że zawartości cyny w produkcie w poszczególnych puszkach mogą przekraczać najwyższy dopuszczalny poziom, wówczas może być konieczne przeprowadzenie dalszych badań.

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.1 i B.2 niniejszego załącznika.

Jeżeli nie jest to możliwe, można zastosować inną metodę pobierania próbek z obrotu detalicznego, pod warunkiem że zapewnia ona wystarczającą reprezentatywność partii lub podpartii, z której te próbki są pobierane.

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 ⁽¹⁾.

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”) ⁽²⁾ 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” ⁽³⁾.

⁽¹⁾ Zmieniono art. 18 rozporządzenia Komisji (WE) nr 2076/2005 (Dz.U. L 338 z 22.12.2005, str. 83).

⁽²⁾ „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.

⁽³⁾ Red. M. Thompson i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

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

C.2. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

C.2.1. Środki ostrożności i ogólne wytyczne

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

Cały materiał próbki dostarczonej do laboratorium musi być wykorzystany do przygotowania próbki laboratoryjnej.

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

C.2.2. Szczegółowe procedury dotyczące przygotowania próbeki

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

Analitik powinien zapewnić, że próbki nie ulegną zanieczyszczeniu w trakcie ich przygotowywania. W miarę możliwości aparatura i wyposażenie mające kontakt z próbką nie mogą zawierać metali, które mają być badane 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.

Istnieje wiele dających dobre wyniki szczegółowych procedur przygotowywania próbek, które można stosować w odniesieniu do tych produktów. Procedury opisane w normie CEN „Artykuły żywnościowe – Oznaczenie pierwiastków śladowych – Kryteria wyboru, zagadnienia ogólne i przygotowanie próbeki”⁽¹⁾ zostały uznane za wystarczające, ale inne procedury mogą być również odpowiednie.

W przypadku cyny nieorganicznej powinny być podjęte środki mające na celu zagwarantowanie, że cały materiał przeprowadzono do roztworu, ponieważ stwierdzono łatwe występowanie strat, w szczególności ze względu na hydrolizę do nierozpuszczalnych uwodnionych tlenków Sn(IV).

C.2.2.2. Szczegółowe procedury dotyczące benzo[a]pirenu

Analitik powinien zapewnić, że próbki nie ulegną 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, ze szkła lub z polerowanej stali nierdzewnej. Należy unikać tworzyw sztucznych, takich jak polipropylen, politetrafluoroetylen (PTFE) itp., gdyż może zachodzić adsorpcja analitu na tych materiałach.

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. Próbkii 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.

⁽¹⁾ Norma EN 13804:2002, „Artykuły żywnościowe – Oznaczenie pierwiastków śladowych – Kryteria wyboru, zagadnienia ogólne i przygotowanie próbeki”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruksela.

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 $r = 2,8 \times s_r$.
- „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 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.
- „LOD” = Granica wykrywalności – najmniejsza zmierzona zawartość, na podstawie której można wnioskować o obecności analitu z należytą pewnością statystyczną. Granica wykrywalności jest liczbowo równa trzykrotnej wartości odchylenia standardowego średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ($n < 20$).
- „LOQ” = Granica oznaczalności – najmniejsza zawartość analitu, która może być zmierzona z należytą pewnością statystyczną. Jeżeli dokładność i precyzja są stałe w zakresie stężeń zbliżonych do granicy wykrywalności to granica oznaczalności jest liczbowo równa wartości sześciu lub dziesięciu odchylen standardowych średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ($n > 20$).
- „HORRAT_r” = Uzyskana wartość RSD_r podzielona przez wartość RSD_r oszacowaną na podstawie równania Horwitza ⁽¹⁾ przy założeniu, że $r = 0,66R$.
- „HORRAT_R” = Uzyskana wartość RSD_R podzielona przez wartość RSD_R obliczoną z równania Horwitza.
- „u” = Niepewność standardowa.
- „U” = Niepewność rozszerzona, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia 2, który daje poziom ufności około 95 % ($U = 2u$).
- „U^o” = Maksymalna niepewność standardowa.

C.3.2. Wymagania ogólne

Metody analiz stosowane do celów kontroli żywności powinny spełniać wymagania określone w pkt 1 i 2 załącznika III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

Metody oznaczania całkowitej zawartości cyny są odpowiednie do urzędowej kontroli poziomów cyny nieorganicznej.

Metodę, którą należy stosować do oznaczania zawartości ołowiu w winie opisano w rozdziale 35 załącznika do rozporządzenia Komisji (EWG) nr 2676/90 ⁽²⁾.

C.3.3. Wymagania szczegółowe**C.3.3.1. Kryteria wyboru**

Jeżeli na poziomie wspólnotowym nie zaleca się stosowania konkretnych metod oznaczania zawartości zanieczyszczeń w żywności, laboratoria mogą wybrać dowolną zwalidowaną metodę analityczną (tam, gdzie to możliwe, walidacja powinna obejmować badanie certyfikowanego materiału odniesienia) spełniającą kryteria wyboru wskazane w tabelach 5–7.

⁽¹⁾ M. Thompson, Analyst, 2000, 125, 385-386.

⁽²⁾ Dz.U. L 272 z 3.10.1990, str. 1. Rozporządzenie ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 1293/2005 (Dz.U. L 205 z 6.8.2005, str. 12).

Tabela 5

Kryteria wyboru metod analiz ołowiu, kadmu, rtęci i cyny nieorganicznej

Parametr	Wartość/komentarz
Zakres stosowania	Środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006.
LOD	W przypadku cyny nieorganicznej – nie więcej niż 5 mg/kg. W przypadku innych pierwiastków – nie więcej niż jedna dziesiąta najwyższego dopuszczalnego poziomu wskazanego w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006, chyba że najwyższy dopuszczalny poziom dla ołowiu wynosi poniżej 100 µg/kg. W takim przypadku – nie więcej niż jedna piąta najwyższego dopuszczalnego poziomu.
LOQ	W przypadku cyny nieorganicznej – nie więcej niż 10 mg/kg. W przypadku innych pierwiastków – nie więcej niż jedna piąta najwyższego dopuszczalnego poziomu wskazanego w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006, chyba że najwyższy dopuszczalny poziom dla ołowiu wynosi poniżej 100 µg/kg. W takim przypadku – nie więcej niż dwie piąte najwyższego dopuszczalnego poziomu.
Precyzja	Wartości HORRAT _r lub HORRAT _R poniżej 2.
Odzysk	Zastosowanie mają przepisy pkt D.1.2.
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych.

Tabela 6

Kryteria wyboru metod analiz 3-MCPD

Kryterium	Zalecana wartość	Stężenie
Próby ślepe	Niższa od LOD	—
Odzysk	75–110 %	W całym zakresie stężeń
LOD	5 µg/kg (lub mniej) suchej masy	
LOQ	10 µg/kg (lub mniej) suchej masy	—
Precyzja	< 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

Tabela 7

Kryteria wyboru metod analiz benzo[a]pirenu

Parametr	Wartość/komentarz
Zakres zastosowania	Środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006.
LOD	Poniżej 0,3 µg/kg
LOQ	Poniżej 0,9 µg/kg
Precyzja	Wartości HORRAT _r lub HORRAT _R poniżej 2.
Odzysk	50–120 %
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych, weryfikacja wskazań dodatnich.

C.3.3.2. Zasada „Odpowiedni do celu”

W przypadku występowania ograniczonej liczby w pełni zwalidowanych metod analitycznych, aby ocenić przydatność danej metody można alternatywnie zastosować podejście „odpowiedni do celu”. Metody odpowiednie do celów urzędowej kontroli muszą umożliwiać otrzymywanie wyników, których niepewności standardowe są niższe od maksymalnej niepewności standardowej obliczonej przy wykorzystaniu poniższego wzoru:

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

gdzie:

U_f jest maksymalną niepewnością standardową ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

LOD jest granicą wykrywalności metody ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

C jest badanym stężeniem ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

α jest współczynnikiem liczbowym zależnym od wartości C . Wartości do stosowania podano w tabeli 8.

Tabela 8

Wartości liczbowe stałego współczynnika α do zastosowania we wzorze podanym w tym punkcie, w zależności od badanego stężenia

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

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.

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 osiągnięto certyfikowany poziom stężenia. W przypadku podania wyniku w postaci nieskorygowanej o wartość odzysku należy o tym poinformować.

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 % ($U = 2u$).

Analitycy powinni zapoznać się z „Raportem na temat zależności pomiędzy wynikami analitycznymi, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku a przepisami prawodawstwa UE dotyczącego żywności i pasz” ⁽¹⁾.

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.

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.

⁽¹⁾ http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/sampling_en.htm