

**1257****ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ZDROWIA<sup>1)</sup>**

z dnia 30 kwietnia 2004 r.

**w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności<sup>2)</sup>**

Na podstawie art. 9 ust. 4a ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia (Dz. U. Nr 63, poz. 634, z późn. zm.<sup>3)</sup>) zarządza się, co następuje:

§ 1. W procesie produkcji żywności zawartość zanieczyszczeń musi być utrzymywana na najniższym, możliwym do uzyskania poziomie przy zastosowaniu zasad dobrej praktyki produkcyjnej (GHP), na wszystkich etapach produkcji, szczególnie w przypadku środków spożywczych specjalnego przeznaczenia żywieniowego.

§ 2. 1. Zawartości zanieczyszczeń w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu żywności i napojach alkoholowych, przeznaczonych do obrotu lub do produkcji innych środków spożywczych, nie mogą przekraczać najwyższych dopuszczalnych poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-monochloropropan-1,2-diolu (3-MCPD), azotanów i azotynów, mykotoksyn, histaminy, ochratoksyny A, aflatoksyn i patuliny określonych w przepisach odrębnych<sup>4)</sup>.

<sup>1)</sup> Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej — zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 28 czerwca 2002 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. Nr 93, poz. 833 oraz z 2003 r. Nr 199, poz. 1941).

<sup>2)</sup> Rozporządzenie wdraża postanowienia:

w § 2 ust. 2 i załączniku nr 1 do rozporządzenia:

a) rozdziału V część druga pkt 3 lit. Ab dyrektywy Rady Nr 91/493/EWG z dnia 22 lipca 1991 r. ustanawiającej warunki zdrowotne dotyczące produkcji i wprowadzania do obrotu produktów rybołówstwa — w zakresie maksymalnych poziomów histaminy (Dz. Urz. WE L 268 z 24.09.1991),

b) dyrektywy Komisji Nr 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 (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001),

w załączniku nr 2 do rozporządzenia:

c) dyrektywy Komisji Nr 2002/26/WE z dnia 13 marca 2002 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002),

w załączniku nr 3 do rozporządzenia:

d) dyrektywy Komisji Nr 98/53/WE z dnia 16 lipca 1998 r. określającej metody pobierania próbek i metody analiz dla celów oficjalnej kontroli poziomów wybranych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 201 z 17.07.1998),

e) dyrektywy Komisji Nr 2002/27/WE z dnia 13 marca 2002 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analizy poziomu niektórych zanieczyszczeń w urzędowej kontroli żywności (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002),

f) dyrektywy Komisji Nr 2003/121/WE z dnia 15 grudnia 2003 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analizy poziomu niektórych zanieczyszczeń w urzędowej kontroli żywności (Dz. Urz. WE L 332 z 19.12.2003),

w załączniku nr 4 do rozporządzenia:

g) dyrektywy Komisji Nr 2003/78/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 203 z 12.08.2003).

Dane dotyczące ogłoszenia aktów prawa Unii Europejskiej, zamieszczone w niniejszym rozporządzeniu, z dniem uzyskania przez Rzeczpospolitą Polską członkostwa w Unii Europejskiej dotyczą ogłoszenia tych aktów w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej — wydanie specjalne.

<sup>3)</sup> Zmiany wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2001 r. Nr 128, poz. 1408, z 2002 r. Nr 135, poz. 1145 i Nr 166, poz. 1362, z 2003 r. Nr 52, poz. 450, Nr 122, poz. 1144, Nr 130, poz. 1187, Nr 199, poz. 1938 i Nr 208, poz. 2020 oraz z 2004 r. Nr 33, poz. 288 i Nr 96, poz. 959.

<sup>4)</sup> Maksymalne poziomy zanieczyszczeń w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu żywności i napojach alkoholowych, przeznaczonych do obrotu lub do produkcji innych środków spożywczych określają:

a) rozporządzenie Rady Nr 1576/89/EWG z dnia 29 maja 1989 r. ustanawiające ogólne zasady definiowania, opisu i prezentacji napojów spirytusowych (Dz. Urz. WE L 160 z 12.06.1989), nowelizowane rozporządzeniem Rady Nr 3280/EWG z dnia 9 listopada 1992 r. i rozporządzeniem Rady Nr 3378/94/EWG z dnia 22 grudnia 1994 r.,

b) rozporządzenie Rady Nr 315/93/EWG z dnia 8 lutego 1993 r. określające obowiązujące w krajach Unii Europejskiej procedury dotyczące zanieczyszczeń żywności (Dz. Urz. WE L 37 z 13.02.1993),

c) rozporządzenie Komisji Nr 1525/98/WE z dnia 16 lipca 1998 r. zmieniające rozporządzenie Komisji Nr 194/97/WE ustalające maksymalne poziomy określonych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 201 z 17.07.1998),

d) rozporządzenie Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalające maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001),

2. Maksymalne poziomy zanieczyszczenia histaminą produktów rybołówstwa, w rybach i przetworach z ryb z rodzin Scombridae, Clupeidae, Eugraulidae i Coryphaenidae, nie mogą przekraczać:

- 1) w dziewięciu pobranych próbkach — wartości średniej 10 mg/100 g,
- 2) w dwóch próbkach — wartości 20,0 mg/100 g,
- 3) żadna z próbek — wartości większej niż 20,0 mg/100 g,

z tym że w produktach poddanych działaniu przyspieszającemu dojrzewanie przy zastosowaniu enzymów, w solance, mogą być wyższe, ale nie mogą przekraczać dwukrotnych podanych wyżej wartości.

§ 3. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-monochloropropan-1,2-diolu (3-MCPD) oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości tych zanieczyszczeń określa załącznik nr 1 do rozporządzenia.

§ 4. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości ochratoksyny A określa załącznik nr 2 do rozporządzenia.

§ 5. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyn oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości aflatoksyn określa załącznik nr 3 do rozporządzenia.

§ 6. Metody pobierania próbek wybranych środków spożywczych do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny oraz przygotowywanie próbek i wytyczne dla metod analitycznych stosowanych do oznaczania zawartości patuliny określa załącznik nr 4 do rozporządzenia.

§ 7. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem ogłoszenia.<sup>5)</sup>

Minister Zdrowia: *L. Sikorski*

- e) rozporządzenie Komisji Nr 221/2002/WE z dnia 6 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 37 z 07.02.2002),
- f) rozporządzenie Komisji Nr 257/2002/WE z dnia 12 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 194/97 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych oraz rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 41 z 13.02.2002),
- g) rozporządzenie Komisji Nr 472/2002/WE z dnia 12 marca 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002),
- h) rozporządzenie Komisji Nr 563/2002/WE z dnia 2 kwietnia 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 86 z 03.04.2002),
- i) rozporządzenie Komisji Nr 1425/2003 z dnia 11 sierpnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 w odniesieniu do patuliny (Dz. Urz. WE L Nr 203 z 12.08.2003),
- j) rozporządzenie Komisji Nr 2174/2003/WE z dnia 12 grudnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 w odniesieniu do aflatoksyn (Dz. Urz. WE L Nr 326 z 13.12.2003),
- k) rozporządzenie Komisji Nr 242/2004/WE z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 (Dz. Urz. WE L 42 z 13.02.2004).

Dane dotyczące ogłoszenia aktów prawa Unii Europejskiej, zamieszczone w niniejszym rozporządzeniu, z dniem uzyskania przez Rzeczpospolitą Polską członkostwa w Unii Europejskiej dotyczą ogłoszenia tych aktów w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej — wydanie specjalne.

<sup>5)</sup> Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 13 stycznia 2003 r. w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności (Dz. U. Nr 37, poz. 326), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia.

Załączniki do rozporządzenia Ministra Zdrowia z dnia 30 kwietnia 2004 r. (poz. 1257)

**Załącznik nr 1**

## METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MONOKHLOROPROPAN-1,2-DIOLU (3-MCPD) ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI TYCH ZANIECZYSZCZEŃ

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MCPD

#### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli zawartości ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spo-

żywczych powinny być pobierane zgodnie z opisanymi poniżej zasadami. Otrzymane w ten sposób próbki połączone uważa się za reprezentatywne dla partii lub części partii, z których zostały pobrane. Ocena zgodności partii z przyjętymi w rozporządzeniu Komisji nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych — maksymalnymi dopusz-

czalnymi poziomami, powinna być dokonana przez porównanie z wynikami uzyskanymi dla zbadanej próbki.

## 2. Definicje

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość produktu spożywczego, dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy, jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakowacz, dostawca lub oznakowanie. Dla ryb porównywalna musi być także ich wielkość.

**Podpartia:** część dużej partii wskazana w celu zastosowania metody pobierania próbek na tej wydzielonej części. Każda część partii musi być fizycznie wyodrębniona i możliwa do zidentyfikowania.

**Jednostka**

**losowania:** ilość wyrobu lub materiału, stanowiąca spójną całość i pobierana jednorazowo z jednego miejsca w celu utworzenia części próbki.

**Uwagi:**

1. Jednostka losowania może składać się z więcej niż jednej jednostki poddawanej badaniu, np. paczka ciastek, ale rezultatem jej badania jest jeden wynik.
2. Jednostką losowania może być pojedyncza jednostka wyrobu, para lub zbiór jednostek, lub może to być określona ilość materiału, jak określona długość, objętość, masa. Jednostka losowania nie musi pokrywać się z jednostką handlową, dostawczą, produkcyjną lub wysyłkową.

**Próbka pierwotna:** ilość materiału pobrana z jednego miejsca partii lub części partii.

**Próbka połączona:** próbka otrzymana przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub części partii.

**Próbka**

**laboratoryjna:** próbka przeznaczona do badania laboratoryjnego.

## 3. Postanowienia ogólne

### 3.1. Personel

Próbki powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

### 3.2. Materiał

Z każdej partii, podlegającej badaniu, należy pobrać odrębne próbki.

### 3.3. Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogą mieć wpływ na zawartość ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD, niekorzystnie

oddziaływać na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki połączone nie będą reprezentatywne.

### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub części partii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt 3.8.

### 3.5. Przygotowanie próbki połączonej

Próbka połączona powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie wszystkich próbek pierwotnych. Masa takiej próbki powinna wynosić co najmniej 1 kg, chyba że nie jest to uzasadnione ze względów praktycznych, np. gdy próbki pobierano z jednego opakowania.

### 3.6. Dzielenie próbki połączonej na próbki laboratoryjne w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu

Próbki laboratoryjne pobrane w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu wyodrębnia się z ujednoliconej próbki połączonej, jeżeli nie koliduje to z przepisami państw członkowskich Unii Europejskiej w zakresie pobierania próbek. Wielkość próbek laboratoryjnych pobranych w celu sprawdzenia zgodności z przepisami musi umożliwiać przynajmniej dwukrotne wykonanie analizy.

### 3.7. Pakowanie i transport próbek połączonych i laboratoryjnych

Każdą próbkę połączoną i laboratoryjną należy umieścić w czystym pojemniku wykonanym z chemicznie obojętnego materiału, zapewniającym odpowiednią ochronę przed zanieczyszczeniem, zabezpieczającym przed utratą analizowanych składników poprzez adsorpcję na wewnętrznej ściance pojemnika oraz przed uszkodzeniem w czasie transportu. Należy podjąć wszelkie niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia zmian w składzie próbek połączonych i laboratoryjnych, jakie mogłyby wystąpić podczas transportu lub przechowywania.

### 3.8. Pieczętowanie i etykietowanie próbek połączonych i laboratoryjnych

Każdą próbkę przeznaczoną do urzędowej kontroli zamyka się i pieczętuje w miejscu pobrania próbek oraz etykietuje w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi regulacjami. Dla każdej pobranej próbki sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczny identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz ze wszystkimi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

Uwaga: Informacje na etykiecie powinny być zapisane w sposób trwały.

#### 4. Plany pobierania próbek

Optymalnie, pobieranie próbek powinno odbywać się w punkcie, w którym produkt jest wprowadzany do łańcucha żywniowego i możliwa jest już identyfikacja poszczególnych partii. Należy stosować taką metodę pobierania próbek, która gwarantuje, że próbka połączona jest reprezentatywna dla kontrolowanej partii.

##### 4.1. Liczba próbek pierwotnych

W przypadku produktów ciekłych, dla których można założyć równomierny rozkład zanieczyszczenia w partii, wystarczy pobrać z danej partii jedną próbkę pierwotną, która stanowi próbkę połączoną. Należy podać odnośnik do

numeru partii. Produkty ciekłe zawierające hydrolizowane białko roślinne (HVP) lub płynny sos sojowy należy przed pobraniem próbki pierwotnej mocno wstrząsnąć lub ujednorodnić w inny odpowiedni sposób.

Uwaga: O ile nie ustalono inaczej, wszystkie produkty ciekłe z osadem, niejednorodne, należy przed pobraniem próbek starannie wymieszać.

W przypadku innych produktów, minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z danej partii, powinna być zgodna z tabelą 1. Próbkę pierwotną powinny mieć zbliżoną masę. Odstępstwo od tej procedury należy odnotować w protokole, o którym mowa w pkt 3.8.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych, jakie należy pobrać z partii

Masa partii (kg)	Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać
< 50	3
od 50 do 500	5
> 500	10

W przypadku partii składających się z pojedynczych opakowań, liczbę opakowań, które mają być pobrane w celu utworzenia próbki połączonej, podano w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki połączonej w przypadku, gdy partia składa się z pojedynczych opakowań

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba opakowań lub jednostek losowania, które należy pobrać
od 1 do 25 od 26 do 100 > 100	1 opakowanie lub jednostka losowania około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki losowania około 5 %, nie więcej niż 10 opakowań lub jednostek losowania

#### 5. Zgodność partii lub części partii ze specyfikacją

Laboratorium kontrolne bada próbkę laboratoryjną pobraną w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, przeprowadzając co najmniej dwie niezależne analizy i obliczając średnią z uzyskanych wyników. Partia zostaje przyjęta, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu określonego w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001(z późn. zm). Partia zostaje odrzucona, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników przekracza odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zanieczyszczenia.

#### II. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTICZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OŁOWIU, KADMU, RTECI I 3-MCPD

##### 1. Wprowadzenie

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

##### 2. Przygotowanie próbek

Istnieje wiele zadowalających specjalnych procedur przygotowania próbek, które można stosować w odniesieniu do środków spożywczych.

Za zadowalające uznano procedury opisane w normie PN-EN 13804:2002 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Kryteria wyboru metody, wymagania ogólne i przygotowanie próbek, ale inne mogą być równie odpowiednie.

Podczas przygotowania próbek należy zwrócić uwagę na następujące kwestie:

- w przypadku warzyw bada się wyłącznie część jadalną,
- dla mały, skorupiaków i małych ryb, jeżeli są spożywane w całości, w analizowanym materiale należy uwzględnić trzewia.

### 3. Metody analiz stosowane przez laboratorium i wymagania dotyczące ich kontroli w laboratorium

#### 3.1. Definicje

Poniżej podano szereg najczęściej używanych definicji, które powinno stosować laboratorium:

- $r$  — granica powtarzalności, wartość, której z prawdopodobieństwem 95% nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ta sama metoda, to samo laboratorium, ten sam wykonawca, przy użyciu tego samego wyposażenia, w krótkich odstępach czasu),  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- $s_r$  — odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania otrzymanych w spełnionych warunkach powtarzalności;
- $RSD_r$  — względne odchylenie standardowe powtarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , gdzie  $\bar{x}$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;
- $R$  — granica odtwarzalności; wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach odtwarzalności (tj. dla identycznego materiału, tą samą metodą, otrzymane w różnych laboratoriach, przez różnych wykonawców, przy użyciu różnego wyposażenia, w dłuższym przedziale czasu),  $R = 2,8 \times s_R$ ;
- $s_R$  — odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania uzyskanych w spełnionych warunkach odtwarzalności;
- $RSD_R$  — względne odchylenie standardowe odtwarzalności, obliczone na

podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ;

$HORRAT_r$  — współczynnik HORRAT dla powtarzalności; uzyskane  $RSD_r$  podzielone przez wartość  $RSD_r$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza przy założeniu, że  $r = 0,66R$ ;

$HORRAT_R$  — współczynnik HORRAT dla odtwarzalności; uzyskane  $RSD_R$  podzielone przez wartość  $RSD_R$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza  $[RSD_R = 2^{(1-\log C)}]$ , gdzie  $C$  — stężenie wyrażone jako bezwymiarowy stosunek wagowy np.: 1 ppm =  $1 \times 10^{-6}$ <sup>1)</sup>;

Granica

wykrywalności — najmniejsza zmierzona zawartość oznaczanego składnika próbki, na podstawie której można wnioskować o obecności takiego składnika z wystarczającą pewnością statystyczną. Granica wykrywalności liczbowo odpowiada wartości trzech odchyłeń standardowych średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ( $n > 20$ );

Granica

oznaczalności — najmniejsza zawartość oznaczanego składnika próbki, która może być oznaczona ilościowo z wystarczającą pewnością statystyczną. Jeżeli dokładność i precyzja są stałe w zakresie stężeń zbliżonych do granicy wykrywalności, granica oznaczalności liczbowo odpowiada wartości sześciu odchyłeń standardowych średniej z serii oznaczeń próbki ślepej ( $n > 20$ );

Precyzja

— stopień zgodności pomiędzy niezależnymi wynikami badania otrzymanymi w określonych warunkach;

Specyficzność

— zdolność metody do dokładnego i specyficznego oznaczania danego składnika w obecności innych składników próbki w ustalonych warunkach badania;

Poprawność metody

— stopień zgodności pomiędzy wartością średnią otrzymaną na podstawie dużej serii wyników badania i przyjętą wartością odniesienia.

<sup>1)</sup> W. Horwitz: „Ocena metod analitycznych dla celów uregulowań dotyczących żywności i leków”, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.

### 3.2. Wymagania ogólne

1. Metody analiz powinny być sprawdzone w zakresie następujących kryteriów: specyficzność, dokładność (poprawność), precyzja (powtarzalność i odtwarzalność), granica wykrywalności, czułość, praktyczność, zakres stosowania oraz inne kryteria, które mogą być wybrane, o ile zajdzie taka potrzeba.
2. Dokładne wartości precyzji powinny być uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych prowadzonych zgodnie z międzynarodowym ujednoczonym protokołem dla badań biegłości laboratoriów analitycznych opracowanym przez Międzynarodową Organizację Normalizacyjną ISO/IUPAC/AOAC. Wartości powtarzalności i odtwarzalności należy wyrażać w formie ogólnie przyjętej (np.: jako przedział ufności wyznaczony z prawdopodobieństwem 95 %).

Do oznaczania zawartości ołowiu w winie należy stosować metodę podaną w rozdziale 35 załącznika do rozporządzenia Komisji (EEC) nr 2676/90 ustalającego Wspólnotowe metody analizy wina (Dz. Urz. WE L 272 z 03.10.1990).

### 3.3. Wymagania szczegółowe

#### 3.3.1. Analiza ołowiu, kadmu i rtęci

Nie podano określonych metod oznaczania zawartości ołowiu, kadmu i rtęci. Laboratoria powinny stosować metody zwalidowane, jeśli to możliwe, z procesem walidacji opartym na analizie certyfikowanego materiału odniesienia w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych.

Laboratoria powinny stosować metody spełniające kryteria wyboru podane w tabeli 3.

Tabela 3

Kryteria wyboru dotyczące metod analiz ołowiu, kadmu i rtęci

Parametr charakterystyki	Wartość/Uwagi
Zakres stosowania	Środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001.
Granica wykrywalności	Nie więcej niż jedna dziesiąta dopuszczalnej wartości określonej w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. (z późn. zm.) ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych, chyba że wartość dopuszczalna dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym przypadku — nie więcej niż jedna piąta wartości dopuszczalnej.
Granica oznaczalności	Nie więcej niż jedna piąta dopuszczalnej wartości określonej w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. (z późn. zm.) ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych, chyba że wartość dopuszczalna dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym przypadku — nie więcej niż dwie piąte wartości dopuszczalnej.
Precyzja	Wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_R$ , uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych w celu walidacji, powinny być poniżej 1,5.
Odzysk w %	80—120 (jak określono w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych).
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych.

#### 3.3.2. Analiza 3-MCPD

Nie podano określonych metod oznaczania zawartości 3-MCPD. Laboratoria powinny stosować metody zwalidowane,

jeśli to możliwe, z procesem walidacji opartym na analizie certyfikowanego materiału odniesienia w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych.

Laboratoria powinny stosować metody, spełniające kryteria wyboru podane w tabeli 4.

Tabela 4

Kryteria wyboru dotyczące metod analizy 3-MCPD

Parametr charakterystyki	Zalecana wartość	Stężenie
Próby ślepe	poniżej granicy wykrywalności	—
Odzysk	75—110 %	w całym zakresie stężeń
Granica oznaczalności	10 (lub mniej) µg/kg suchej masy	—
Odchylenie standardowe sygnału dla próby ślepej	poniżej 4 µg/kg	—
Wewnątrzlaboratoryjne oszacowanie precyzji — odchylenie standardowe pomiarów powtarzanych przy różnych stężeniach	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

#### 3.4. Oszacowanie poprawności analizy i obliczanie odzysku

Jeśli to możliwe, poprawność analizy powinna być oszacowana poprzez włączenie do serii analiz odpowiednich certyfikowanych materiałów odniesienia.

Należy uwzględnić „Ujednolicone wytyczne dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych”<sup>2)</sup>, opracowane pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

Wynik analizy podaje się w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej o wartość odzysku. Należy przedstawić sposób podawania wyników oraz wartość odzysku.

#### 3.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów o urzędowej kontroli żywności, wydanych na podstawie art. 48 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia oraz w normie PN-EN ISO/IEC 17025.

#### 3.6. Sposób wyrażania wyników

Wyniki podaje się w takich samych jednostkach, w jakich wyrażono maksymalne dopuszczalne poziomy określone w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. (z późn. zm.) ustalającym najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych substancji zanieczyszczających w środkach spożywczych.

<sup>2)</sup> Ujednolicone wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych, red. M. Thompson, S.L.R. Ellison, A. Fajgelj, P. Willetts i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1999, No 71, 337-348.

### Załącznik nr 2

#### METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OCHRATOKSYNY A ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OCHRATOKSYNY A

#### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OCHRATOKSYNY A

##### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu ochratoksyny A w środkach spożywczych powinny

być pobierane według niżej podanych zasad. Próbką zbiorczą, otrzymana w niżej podany sposób, powinna być w pełni reprezentatywna dla partii. Ocena zgodności z przyjętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami w rozporządzeniu Komisji Nr 257/2002/WE z dnia 12 lutego 2002 r. zmieniającym rozporządzenie Nr 194/97/WE ustalające najwyższe poziomy niektó-

rych zanieczyszczeń w środkach spożywczych oraz rozporządzenie Nr 466/2001/WE ustalające maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych powinna być dokonana przez porównanie z wynikami uzyskanymi dla zbadanej próbki.

## 2. Definicje

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczonego w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie, odmiana, typ opakowania, jednostka paczkująca, dostawca i inne oznaczenia.

**Podpartia:** określona część partii umożliwiającej zastosowanie metody oddzielnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.

**Próbka pierwotna:** ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

**Próbka zbiorcza:** połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

## 3. Zasady ogólne

### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez upoważniony personel.

### 3.2. Pobieranie próbek

Próbki z każdej partii muszą być pobierane oddzielnie. Zgodnie z podanymi zasadami duże partie powinny być podzielone na podpartie, z których próbki należy pobierać oddzielnie.

### 3.3. Środki ostrożności

W czasie pobierania i przygotowania próbek należy przedsięwziąć wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia działań, które mogą mieć wpływ na zawartość ochratoksyny A lub niekorzystnie oddziaływać na przebieg analizy bądź spowodować, że próbka zbiorcza nie będzie reprezentatywna.

### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości, próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub pod-

partii, obejmujących całość. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie próbek pierwotnych.

### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawdziwości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki.

### 3.7. Opakowanie i transport próbek

Każda próbka powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas transportu. Należy zachować wszelkie środki ostrożności, aby uniknąć jakiegokolwiek zmiany składu próbki podczas transportu lub przechowywania.

### 3.8. Plombowanie i oznaczenie próbek

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznakowana w sposób umożliwiający jej identyfikację, zgodnie z obowiązującymi zasadami.

Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane w celu umożliwienia jednoznacznego zidentyfikowania każdej partii towaru; powinny one zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

## 4. Zasady szczegółowe

### 4.1. Różne rodzaje partii

Środki spożywcze mogą znajdować się w obrocie luzem, w kontenerach lub opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.). Zasady pobierania próbek mogą być zastosowane w przypadku wszystkich form, w jakich środki spożywcze są wprowadzane do obrotu.

Nie naruszając zasad podanych w pkt 4.3, 4.4 i 4.5, można użyć następującego wzoru jako wytycznej dla pobierania próbek z partii w opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.).

Częstotliwość pobierania próbki (SF)

$$n = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

— masa: wyrażona w kg,

— częstotliwość pobierania próbek (SF): każdy n-ty worek lub torba, z której musi być pobrana próbka pierwotna (cyfry dziesiętne powinny być zaokrąglone do najbliższej liczby całkowitej).

### 4.2. Masa próbki pierwotnej

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 100 g, chyba że podano inaczej. W przypadku partii w opakowaniach detalicznych, masa próbki jest zależna od masy opakowania detalicznego.



## 4.3. Ogólne zasady pobierania próbek zbóż i suszonych owoców winogron

Tabela 1

Podział partii na podpartie w zależności od masy partii

Środek spożywczy	Masa partii (tony)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (kg)
Zboża i produkty zbożowe	$\geq 1\ 500$	500 ton	100	10
	$> 300$ i $< 1\ 500$	3 podpartie	100	10
	$\geq 50$ i $\leq 300$	100 ton	100	10
	$< 50$	—	10—100 <sup>1)</sup>	1—10
Suszone owoce winogron (rodzynki, winogrona suszone)	$\geq 15$	15—30 ton	100	10
	$< 15$	—	10—100 <sup>2)</sup>	1—10

1) W zależności od masy partii — patrz tabela 2.  
2) W zależności od masy partii — patrz tabela 3.

4.4. Zasady pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych (partie  $\geq 50$  ton) oraz suszonych owoców winogron (partie  $\geq 15$  ton)

- Jeżeli podpartia może być wyodrębniona fizycznie, to każda partia musi być podzielona na podpartie, zgodnie z tabelą 1. Nie zawsze partia może być podzielona ściśle według podanych wskazań (masa partii może nie być wielokrotnością masy podpartii), wówczas jej masa może przekraczać wymienioną wartość co najwyżej o 20 %.
- Z każdej podpartii próbki muszą być pobrane oddzielnie.
- Liczba próbek pierwotnych: 100. W przypadku partii zboża o masie mniejszej niż 50 ton i suszonych owoców winogron poniżej 15 ton, patrz pkt 4.5. Masa próbki zbiorczej = 10 kg.
- O ile nie jest możliwe pobranie próbek według metody opisanej powyżej z powodu na-

stępstw handlowych wynikających ze zniszczenia partii (forma opakowania, środek transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że będzie reprezentatywna (jeżeli to możliwe) oraz będzie ona w pełni opisana i udokumentowana.

4.5. Zasady pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych (partia  $< 50$  ton) oraz suszonych owoców winogron (partia  $< 15$  ton)

Dla partii zbóż poniżej 50 ton i suszonych owoców winogron poniżej 15 ton plan pobierania próbek powinien obejmować, w zależności od masy partii, od 10 do 100 próbek pierwotnych, tak aby uzyskać próbkę zbiorczą od 1 do 10 kg.

Wartości podane w tabelach 2 i 3 mogą być użyte do wyznaczenia liczby pobieranych próbek pierwotnych.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych pobieranych w zależności od masy partii zbóż

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 1$	10
$> 1$ — $\leq 3$	20
$> 3$ — $\leq 10$	40
$> 10$ — $\leq 20$	60
$> 20$ — $\leq 50$	100

Tabela 3

Liczba próbek pierwotnych pobieranych w zależności od masy suszonych owoców winogron

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
$\leq 0,1$	10
$> 0,1 — \leq 0,2$	15
$> 0,2 — \leq 0,5$	20
$> 0,5 — \leq 1,0$	30
$> 1,0 — \leq 2,0$	40
$> 2,0 — \leq 5,0$	60
$> 5,0 — \leq 10,0$	80
$> 10,0 — \leq 15,0$	100

**4.6. Pobieranie próbek z obrotu detalicznego**

Pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego należy wykonać, o ile to możliwe zgodnie z zasadami podanymi powyżej. Jeżeli nie jest to możliwe, można zastosować inne, wydajne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, zapewniając odpowiednią reprezentatywność dla ocenianej partii.

**5. Dopuszczenie partii lub podpartii**

- Dopuszczyć, jeżeli uzyskany wynik dla próbki zbiorczej jest zgodny z maksymalnym dopuszczalnym poziomem.
- Odrzucić, jeżeli uzyskany wynik dla próbki zbiorczej przekracza maksymalny dopuszczalny poziom.

**II. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OCHRATOKSYNY A****1. Uwaga**

Rozkład ochratoksyny A jest niejednorodny, próbki powinny być przygotowywane, a zwłaszcza homogenizowane, ze szczególną ostrożnością.

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

**2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium**

Próbkę należy drobno zmielić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

**3. Podział próbek w celu potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu**

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia po-

winny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki, zgodnie z zasadami dotyczącymi pobierania próbek.

**4. Metody analiz używane w laboratorium i wymagania dla laboratorium****4.1. Definicje**

Poniżej podano niektóre z częściej stosowanych w laboratorium definicji.

Najczęściej używane dotyczą parametrów dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność.

$r$  — powtarzalność, wartość, poniżej której powinna znajdować się różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności;

$RSD_r$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/x) \times 100]$ , gdzie  $x$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

$R$  — odtwarzalność, wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/x) \times 100]$ .

#### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy używane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami

dyrektywy 85/591/EEC załącznik poz. 1 i 2 dotyczącej wprowadzenia przez Wspólnotę metod pobierania próbek i analizy dla monitoringu środków spożywczych przeznaczonych do konsumpcji przez ludzi.

#### 4.3. Wymagania szczegółowe

Jeżeli nie podano określonych metod oznaczania poziomów ochratoksyny A w środkach spożywczych, laboratoria mogą wybrać każdą metodę spełniającą następujące kryteria:

#### Charakterystyka metody dla ochratoksyny A

Poziom $\mu\text{g/kg}$	Ochratoksyna A		
	$RSD_r$ (%)	$RSD_R$ (%)	Odzysk (%)
<1	$\leq 40$	$\leq 60$	50 do 120
1—10	$\leq 20$	$\leq 30$	70 do 110

— Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia,

— Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

—  $RSD_R$  jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(S_R/x) \times 100]$ ,

— C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1 000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz

dla większości rutynowo używanych metod analizy, wyłącznie od stężenia.

#### 4.4. Obliczenia odzysku

Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów o urzędowej kontroli żywności, wydanych na podstawie art. 48 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia.

**Załącznik nr 3**

### METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW AFLATOKSYN ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI AFLATOKSYN

#### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW AFLATOKSYN

##### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu aflatoksyn w środkach spożywczych powinny być pobierane zgodnie z podanymi niżej zasadami. Tak uzyskane próbki zbiorcze powinny być traktowane jako reprezentatywne dla partii. Badania w kierunku zgodności z przy-

jętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami, podanymi w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych, zmienionym rozporządzeniami Komisji Nr 257/2002/WE z dnia 12 lutego 2002 r. i Nr 472/2002/WE z dnia 12 marca 2002 r. oraz Nr 2174/2003/WE z dnia 12 grudnia 2003 r. poziomy określonych zanieczyszczeń w środkach spożywczych, powinny być wykonywane w próbkach laboratoryjnych uzyskanych w sposób podany poniżej.

## 2. Definicje

- Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczonego w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie, odmiana, typ opakowania, jednostka paczkująca, dostawca i inne oznaczenia.
- Podpartia:** określona część partii umożliwiającej zastosowanie metody osobnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.
- Próbka pierwotna:** ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.
- Próbka zbiorcza:** połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.
- Próbka laboratoryjna:** próbka przeznaczona do badania w laboratorium.

## 3. Zasady ogólne

### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez wykwalifikowany personel, zgodnie z przyjętymi ustaleniami.

### 3.2. Pobieranie materiału

Próbki z każdej partii muszą być pobierane osobno. Zgodnie z zasadami podanymi w pkt 5 duże partie powinny być podzielone na podpartie, z których próbki powinny być również pobierane osobno.

### 3.3. Środki ostrożności

W czasie pobierania i przygotowania próbek laboratoryjnych muszą być przestrzegane wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia czynności, które mogą mieć wpływ na zawartość aflatoksyn lub niekorzystnie oddziaływać na oznaczenie analityczne bądź spowodować niereprezentatywność próbki zbiorczej.

### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości, próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc obejmujących całą partię lub podpartię. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej i próbki laboratoryjnej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie próbek pierwotnych. Po

wymieszanu, próbka zbiorcza musi być podzielona na próbki laboratoryjne, zgodnie z zasadami podanymi w pkt 5.

Dla zapewnienia reprezentatywności próbki dla partii lub podpartii niezbędne jest jej wymieszanie.

### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane z homogenizowanej próbki laboratoryjnej, zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami.

### 3.7. Opakowywanie i transport próbek laboratoryjnych

Każda próbka laboratoryjna powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas transportu. Dla uniknięcia jakiegokolwiek zmiany składu próbki laboratoryjnej podczas transportu lub przechowywania należy zachować wszelką ostrożność.

### 3.8. Plombowanie i etykietowanie próbek laboratoryjnych

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznaczona w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi zasadami. Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane, tak aby można było jednoznacznie zidentyfikować każdą partię towaru; powinny zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

## 4. Zasady dodatkowe

### 4.1. Partie w zależności od rodzaju opakowań

Środki spożywcze mogą być w obrocie handlowym luzem, w kontenerach lub opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.). Zasady pobierania próbek mogą być zastosowane do wszystkich, różnorodnych form, w jakich artykuły są wprowadzane do obrotu.

Nie naruszając zasad podanych w pkt 5, następujący wzór może być użyty jako wytyczne dla pobierania próbek z partii towaru w opakowaniach jednostkowych (torby, worki, opakowania detaliczne itp.).

$$SF = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

— masa wyrażona w kg,

— SF — częstotliwość pobierania próbek: każdy n-ty worek lub torba, z której musi być pobrana próbka pierwotna (cyfry dziesiętne powinny być zaokrąglone do najbliższej liczby całkowitej).

**4.2. Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 300 g, chyba że pkt 5 podaje inaczej oraz z wyjątkiem przypraw, dla których masa próbki pierwotnej wynosi około 100 g. W przypadku partii towaru w opakowaniach detalicznych, masa próbki jest zależna od masy opakowania detalicznego.

**4.3. Liczba próbek pierwotnych dla partii mniejszych niż 15 ton**

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, zależy od masy partii i wynosi nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100, chyba że podano inaczej w pkt 5. Liczbę próbek pierwotnych podaje tabela 1.

Tabela 1

Liczba próbek przyrastających, które powinno się pobrać w zależności od ciężaru partii towaru

Ciężar partii towaru (tony)	Liczba próbek przyrastających
≤ 0,1	10
> 0,1 — ≤ 0,2	15
> 0,2 — ≤ 0,5	20
> 0,5 — ≤ 1,0	30
> 1,0 — ≤ 2,0	40
> 2,0 — ≤ 5,0	60
> 5,0 — ≤ 10,0	80
>10,0 — ≤ 15,0	100

**5. Zasady szczegółowe****5.1. Ogólny opis zasad pobierania próbek orzechów ziemnych, orzechów, owoców suszonych, przypraw i zboża**

Ogólne zasady podaje tabela 2.

Tabela 2

Dzielenie partii towaru na części partii w zależności od produktu i ciężaru partii towaru

Artykuł	Ciężar partii towaru (tony)	Ciężar lub liczba części partii towaru	Liczba próbek przyrastających	Próbka zbiorcza Ciężar (kg)
Suszone figi i inne suszone owoce	≥ 15	15—30 ton	100	30
	< 15	—	10—100 <sup>*)</sup>	< 30
Przyprawy	≥ 15	25 ton	100	10
	< 15	—	10— 100 <sup>*)</sup>	1—10
Orzechy arachidowe-ziemne, pistacje, orzechy brazylijskie i inne orzechy	≥ 500	100 ton	100	30
	> 125 i < 500	5 podpartii	100	30
	≥ 15 i ≤ 125	25 ton	100	30
	< 15	—	10—100 <sup>*)</sup>	≤ 30
Zboża	≥ 1 500	500 ton	100	30
	> 300 i < 1 500	3 podpartie	100	30
	≥ 50 i ≤ 300	100 ton	100	30
	< 50	—	10—100 <sup>*)</sup>	1—10

<sup>\*)</sup> W zależności od ciężaru partii towaru — patrz pkt 4.3 lub 5.3.

## 5.2. Orzechy ziemne, pistacje, orzechy brazylijskie

Suszone figi

Zboże (partie  $\geq 50$  ton), przyprawy

### 5.2.1. Zasady pobierania próbek

1. Jeżeli podpartia może być wyodrębniona fizycznie, to każda partia musi być podzielona na podpartie, zgodnie z tabelą 2. Nie zawsze można podzielić partię ściśle według podanych wskazań (masy podpartii mogą nie być wielokrotnościami masy partii), wtedy masa podpartii może przekraczać wymienioną wartość o 20 %.
2. Z każdej podpartii próbki muszą być pobrane osobno.
3. Liczba próbek pierwotnych powinna wynosić 100. W przypadku partii towaru o masie mniejszej niż 15 ton liczba próbek pierwotnych jest zależna od masy partii i wynosi nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100 (patrz pkt 4.3).
4. Próbka zbiorcza o masie 30 kg musi być wymieszana i podzielona przed rozdrobnieniem na trzy równe próbki laboratoryjne o masie 10 kg (podział na 3 próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku orzechów ziemnych, orzechów i owoców suszonych oraz kukurydzy przeznaczonych do dalszego sortowania lub innych zabiegów fizycznych mających na celu obniżenie zawartości aflatoksyn, wymaga to jednak wyposażenia umożliwiającego homogenizację 30 kg próbki). Jeżeli próbka zbiorcza waży mniej niż 10 kg, nie ma potrzeby dzielenia jej na 3 próbki laboratoryjne.
5. Próbka laboratoryjna: próbka powstała z podzielenia próbki zbiorczej o masie 10 kg (każda z próbek laboratoryjnych musi być drobno rozdrobniona i dokładnie wymieszana dla uzyskania homogenności).
6. Jeżeli pobranie próbek według powyższych wskazań jest niemożliwe z powodu handlowych konsekwencji zniszczenia partii (np. użyte opakowanie lub środek transportu), może być zastosowana inna metoda pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona tak reprezentatywna (jeżeli to możliwe) oraz całkowicie opisana i udokumentowana.

### 5.2.2. Ocena partii lub podpartii

1. Orzechy ziemne, orzechy, owoce suszone i kukurydza przeznaczone do sortowania lub innych zabiegów fizycznych mających na celu obniżenie zawartości aflatoksyn oraz przyprawy:
  - 1) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej lub

średniej z próbek laboratoryjnych są zgodne z przyjętymi tolerancjami po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

- 2) nie może być wprowadzona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej lub średniej z próbek laboratoryjnych przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

### 2. Orzechy ziemne, orzechy, suszone owoce i zboża przeznaczone bezpośrednio do konsumpcji oraz zboża, z wyłączeniem kukurydzy, przeznaczone do sortowania lub innych zabiegów fizycznych:

- 1) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania każdej z próbek laboratoryjnych są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;
- 2) nie może być wprowadzona do obrotu, jeżeli wyniki badania co najmniej jednej z próbek laboratoryjnych przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;
- 3) próbki zbiorcze o masie mniejszej niż 10 kg;
- 4) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;
- 5) nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

## 5.3. Orzechy inne niż orzechy ziemne, pistacje i orzechy brazylijskie

Owoce suszone inne niż figi

Zboże (partie o masie  $\leq 50$  ton)

### 5.3.1. Zasady pobierania próbek

Dla tych produktów mogą być stosowane zasady podane w pkt 5.2.1. Biorąc pod uwagę niewielką liczbę przypadków zanieczyszczenia wymienionych produktów i/lub nowe formy opakowań, w których produkty mogą być w obrocie handlowym, dopuszcza się prostsze metody pobierania próbek.

Dla partii zbóż, mniejszych niż 50 ton, może być stosowany plan pobierania próbek, polegający na pobraniu od 10 do 100 próbek pierwotnych, każda o masie 100 g, składających się na próbkę zbiorczą o masie od 1 do 10 kg. Ilość próbek

pierwotnych w zależności od masy partii podaje tabela 3.

#### 5.3.2. Ocena partii lub podpartii

Patrz pkt 5.2.2.

### 5.4. Mleko

#### 5.4.1. Zasady pobierania próbek

Zgodnie z obowiązującymi zasadami, przy czym:

- 1) liczba próbek pierwotnych nie mniej niż 5;
- 2) masa próbki zbiorczej nie mniej niż 0,5 kg lub 0,5 l.

#### 5.4.2. Ocena partii lub podpartii

1. Partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.
2. Nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

### 5.5. Przetwory, produkty złożone

#### 5.5.1. Produkty mleczne

##### 5.5.1.1. Zasady pobierania próbek

Zgodnie z obowiązującymi zasadami, przy czym liczba próbek pierwotnych nie mniej niż 5.

##### 5.5.1.2. Ocena partii lub podpartii

1. Może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.
2. Nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

#### 5.5.2. Inne przetwory, zawierające bardzo małe cząstki, np. mąka, pasta z fig, masło orzechowe z orzechów ziemnych (zanieczyszczenie aflatoksynami ma rozkład jednorodny)

##### 5.5.2.1. Zasady pobierania próbek

1. Liczba próbek pierwotnych powinna wynosić 100. Dla partii o masie poniżej 50 ton liczba próbek pierwotnych powinna być pomiędzy 10 a 100, w zależności od masy partii (patrz tabela 3).

2. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić ok. 100 g. W przypadku gdy partia składa się z opakowań detalicznych, masa próbki pierwotnej jest zależna od masy opakowania detalicznego.

##### 5.5.2.2. Liczba próbek

1. Liczba próbek zbiorczych, jaką należy pobrać, zależy od masy partii. Podział dużych partii na podpartie powinien być dokonany zgodnie z zasadami podanymi w pkt 5.2 dla zboża.
2. Dla każdej podpartii próbki muszą być pobrane osobno.

##### 5.5.2.3. Ocena partii lub podpartii

1. Może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.
2. Nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.

#### 5.6. Inne przetwory, zawierające duże cząstki (zanieczyszczenie aflatoksynami ma rozkład niejednorodny)

Zasady pobierania próbek i dopuszczenia do spożycia lub przetwórstwa takie same, jak podano w pkt 5.2 i 5.3.

### 6. Pobieranie próbek z obrotu detalicznego

Jeżeli to możliwe, pobieranie próbek środków spożywczych z obrotu detalicznego powinno być wykonane zgodnie z podanymi zasadami pobierania próbek. Jeżeli to niemożliwe, można zastosować inne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, zapewniając odpowiednią reprezentatywność dla ocenianej partii.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI AFLATOKSYN

### 1. Wstęp

#### 1.1. Uwaga

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

#### 1.2. Ustalanie udziału masy łupiny do jądra w całych orzechach

Przyjęte tolerancje dotyczą części jadalnych.

Poziom aflatoksyn w części jadalnej można badać:

- 1) w wyłuskanych jądrach i oznaczyć poziom aflatoksyn bezpośrednio w części jadalnej;
- 2) w homogenizowanych orzechach w łupinach. Należy ustalić udział jąder w próbce zbiorczej. Masa jąder powinna być szacowana po ustaleniu współczynnika masy łupin do jądra orzechów. Współczynnik ten jest używany do obliczenia masy jąder w próbkach w czasie ich pobierania i badania. Należy losowo pobrać ok. 100 orzechów z partii lub z każdej próbki zbiorczej. Współczynnik może być uzyskany, dla każdej próbki laboratoryjnej, poprzez zważenie całych orzechów, obłuskanie i powtórne zważenie łupin i jąder orzechów. Może być on ustalony przez laboratorium na podstawie oceny wielu próbek. Niemniej, jeżeli określona próbka laboratoryjna budzi jakiegokolwiek wątpliwości, współczynnik dla niej powinien być ustalony na podstawie zbadania 100 uprzednio zachowanych losowo wybranych orzechów.

## 2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium

Próbkę laboratoryjną należy drobno zmielić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

## 3. Podział próbek dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki laboratoryjnej, zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami.

## 4. Metody analiz stosowane w laboratorium

### 4.1. Definicje

Podawane parametry dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność.

- $r$  — powtarzalność — wartość, poniżej której powinna się znajdować różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach

powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstępek czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników;

$RSD_r$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/x) \times 100]$ , gdzie  $x$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

$R$  — odtwarzalność — wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczony przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/x) \times 100]$

### 4.2. Ogólne wymagania

Metody badania stosowane w urzędowej kontroli żywności muszą być zgodne z postanowieniami zawartymi w pkt 1 i 2 Aneksu do dyrektywy Rady nr 85/591/EWG w sprawie wprowadzenia wspólnotowych metod pobierania próbek i analizy do celów monitoringu środków spożywczych.

### 4.3. Wymagania szczegółowe

Wymagania szczegółowe podano w tabeli 3.

Tabela 3

Kryterium	Zakresy stężeń	Zalecana wartość	Maksymalna dopuszczalna wartość
Materiał wyjściowy	wszystkie	nieistotne	
Odzysk — Aflatoksyna M1	0,01—0,5 µg/L >0,05 µg/L	60—120 % 70—110 %	
Odzysk — Aflatoksyny B1, B2, G1, G2	<1,0 µg/L 1—10 µg/L >10 µg/L	50—120 % 70—110 % 80—110 %	
Dokładna wartość $RSD_R$	wszystkie	wartość wyprowadzona z równania Horwitza	2 x wartość wyprowadzona z równania Horwitza
Dokładną wartość $RSD_r$ można obliczyć, mnożąc razy 0,66 dokładną wartość $RSD_R$ przy stężeniu, którym jesteśmy zainteresowani			



#### 4.4. Obliczanie odzysku

Wynik oznaczenia powinien być poprawiony lub niepoprawiony w odniesieniu do wartości odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów o urzędowej kontroli żywności, wydanych na podstawie art. 48 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia.

### Załącznik nr 4

## METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW PATULINY ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTTCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI PATULINY

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK WYBRANYCH ŚRODKÓW SPOŻYWCZYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW PATULINY

#### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu patuliny w środkach spożywczych powinny być pobierane według niżej podanych zasad. Próbka zbiorcza, otrzymana w niżej podany sposób, powinna być w pełni reprezentatywna dla partii. Ocena powinna być dokonana przez porównanie zgodności wyników dla zbadanej próbki z maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu Komisji 1425/2003/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. zmieniającym rozporządzenie (WE Nr 466/2001) w odniesieniu do patuliny.

#### 2. Definicje

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość środka spożywczego dostarczonego w jednym czasie, określona urzędowo jako posiadająca te same cechy charakterystyczne, takie jak: pochodzenie, odmiana, typ opakowania, jednostka paczkująca, dostawca i inne oznaczenia.

**Podpartia:** określona część partii umożliwiająca zastosowanie metody oddzielnego pobierania próbek. Każda podpartia musi być fizycznie wydzielona i możliwa do identyfikacji.

**Próbka pierwotna:** ilość produktu pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

**Próbka zbiorcza:** połączone wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii lub podpartii.

#### 3. Zasady ogólne

##### 3.1. Personel

Pobieranie próbek musi być dokonane przez upoważniony personel.

##### 3.2. Pobieranie próbek

Próbki z każdej partii muszą być pobierane oddzielnie.

##### 3.3. Środki ostrożności

W czasie pobierania i przygotowania próbek należy przedsięwziąć wszelkie środki ostrożności dla uniknięcia działań, które mogą mieć wpływ na zawartość patuliny lub niekorzystnie oddziaływać na przebieg analizy bądź spowodować, że próbka zbiorcza nie będzie reprezentatywna.

##### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości, próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub podpartii, obejmujących całość. Odstępstwa od tej zasady powinny być odnotowane w protokole.

##### 3.5. Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbka zbiorcza powstaje przez połączenie próbek pierwotnych. Powinna być nie mniejsza niż 1 kg, chyba że nie jest to wykonalne, tj. pobierana z jednego opakowania.

##### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki.

##### 3.7. Opakowanie i transport próbek

Każda próbka powinna być umieszczona w czystym, obojętnym chemicznie pojemniku, odpowiednio zabezpieczającym przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem podczas transportu. Należy zachować wszelkie środki ostrożności, aby uniknąć jakiegokolwiek zmiany składu próbki podczas transportu lub przechowywania.

##### 3.8. Plombowanie i oznaczenie próbek

Każda urzędowo pobrana próbka powinna być zaplombowana w miejscu pobrania i oznakowana w sposób umożliwiający jej identyfikację, zgodnie z obowiązującymi zasadami.

Dane dotyczące każdej próbki muszą być przechowywane w celu umożliwienia jednoznacznego zidentyfikowania każdej partii towaru; powinny one zawierać datę i miejsce pobrania wraz ze wszystkimi dodatkowymi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

#### 4. Plan pobierania próbek

Przyjęta metoda pobierania zapewnia, że próbka zbiorcza jest reprezentatywna dla całej kontrolowanej partii.

Liczba próbek pierwotnych

Próbka zbiorcza powinna być nie mniejsza niż 1 kg (pkt 3.5), z wyjątkiem przypadków, gdy nie jest to możliwe, np. jeżeli pobiera się próbkę pojedynczego opakowania.

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii powinna być zgodna z liczbą podaną w ta-

beli 1. W przypadku produktów płynnych, partia powinna być dokładnie wymieszana ręcznie lub mechanicznie bezpośrednio przed pobraniem próbki. W tym przypadku zakłada się jednorodny rozkład patuliny w danej partii. W związku z powyższym, do utworzenia próbki zbiorczej wystarczy pobrać z partii trzy próbki pierwotne.

Próbki pierwotne powinny mieć zbliżoną masę. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 100 g, natomiast próbki zbiorczej co najmniej 1 kg. Odstępstwo od podanej procedury musi być odnotowane w protokole.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z partii

Masa partii (w kg)	Minimalna liczba pobieranych próbek pierwotnych
< 50	3
50—500	5
> 500	10

Jeżeli partia składa się z opakowań jednostkowych, to liczba opakowań pobieranych dla utworzenia próbki zbiorczej jest podana w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych) pobieranych dla utworzenia próbki zbiorczej z partii składającej się z opakowań jednostkowych

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba pobieranych opakowań lub jednostek
1—25	1 opakowanie lub jednostka
26—100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki
>100	około 5 %, co najmniej 10 opakowań lub jednostek

#### 5. Zgodność partii lub podpartii z wymaganiami

Laboratorium kontrolne powinno wykonać powtórny analizę próbki laboratoryjnej w przypadku, jeżeli uzyskany wynik z pierwszej analizy wynosi mniej niż 20 % poniżej lub powyżej najwyższego dopuszczalnego poziomu, i wyliczyć średnią z wyników.

Partia jest dopuszczona, jeżeli wynik pierwszej analizy wynosi więcej niż 20 % poniżej maksymalnego dopuszczalnego poziomu, lub, gdy potrzebna była powtórna analiza, jeżeli średnia nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu ustanowionego w rozporządzeniu Komisji 1425/2003/WE zmieniającym rozporządzenie 466/2001/WE ustalające maksymalne poziomy zanieczyszczeń w środkach spożywczych.

Partia jest odrzucona, jeżeli średnia po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku przekracza

odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zgodnie z rozporządzeniem Komisji 1425/2003/WE zmieniającym rozporządzenie 466/2001/WE ustalające maksymalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I WYTYCZNE DLA METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI PATULINY

### 1. Uwaga

Uwzględniając, że rozkład patuliny w niektórych środkach spożywczych jest niejednorodny, próbki powinny być przygotowywane, a zwłaszcza homogenizowane, ze szczególną ostrożnością.

Cały materiał, który zostanie dostarczony do laboratorium, musi być wykorzystany do badań.

## 2. Przygotowanie próbki po dostarczeniu do laboratorium

Próbkę należy dokładnie rozdrobnić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

## 3. Podział próbek w celu potwierdzenia prawidłowości oznaczenia i arbitrażu

Kontrpróbki dla celów potwierdzenia prawidłowości oznaczenia, arbitrażu i jako materiał odniesienia powinny być pobrane ze zhomogenizowanej próbki, zgodnie z zasadami dotyczącymi pobierania próbek.

## 4. Metody analizy używane w laboratorium i wymagania dla laboratorium

### 4.1. Definicje

Poniżej podano niektóre z częściej stosowanych w laboratorium definicji.

Najczęściej używane dotyczą parametrów dla precyzji — powtarzalność i odtwarzalność.

$r$  — powtarzalność, wartość, poniżej której powinna znajdować się różnica pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami oznaczenia otrzymanymi w warunkach powtarzalności (tzn. ta sama próbka, ten sam wykonawca, ten sam aparat, to samo laboratorium, krótki odstęp czasu); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności;

$RSD_r$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/x) \times 100]$ , gdzie  $x$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;

$R$  — odtwarzalność, wartość, poniżej której powinna się znajdować całkowita różnica pomiędzy poszczególnymi wynikami uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (ten sam materiał oznaczany przez różnych wykonawców w różnych laboratoriach, stosujących tę samą metodę); spodziewana wartość może znajdować się dla określonego prawdopodobieństwa (typowo 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności;

$RSD_R$  — względne odchylenie standardowe, obliczone z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/x) \times 100]$ .

### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy używane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami, o których mowa w części II pkt 3.2 załącznika nr 1 do rozporządzenia.

### 4.3. Wymagania szczegółowe

Jeżeli nie podano określonych metod oznaczania poziomów patuliny w środkach spożywczych, laboratoria mogą wybrać każdą metodę spełniającą następujące kryteria:

### Charakterystyka metody dla patuliny

Poziom µg/kg	Patulina		
	$RSD_r$ (%)	$RSD_R$ (%)	Odzysk (%)
< 20	≤ 30	≤ 40	50—120
20—50	≤ 20	≤ 30	70—105
> 50	≤ 15	≤ 25	75—105

1. Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia.

2. Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

—  $RSD_R$  jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzy-

skanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/x) \times 100]$ ,

—  $C$  jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1 000 mg/kg).

### 4.4. Obliczenia odzysku

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.

Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapi-

su oraz wartość odzysku muszą być podane. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności.

Wynik analizy powinien być podawany jako  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analizy, a  $U$  jest niepewnością pomiaru.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą przestrzegać przepisów o urzędowej kontroli żywności, wydanych na podstawie art. 48 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia.