



Съвет на
Европейския съюз

Брюксел, 29 януари 2015 г.
(OR. en)

5747/15
ADD 1

DENLEG 25
AGRI 43
SAN 32

ПРИДРУЖИТЕЛНО ПИСМО

От:	Европейската комисия
Дата на получаване:	29 януари 2015 г.
До:	Генералния секретариат на Съвета
№ док. Ком.:	D034437/03 - Приложение 1
Относно:	ПРИЛОЖЕНИЕ към РЕГЛАМЕНТ (ЕС) .../... НА КОМИСИЯТА за определяне на методи за вземане на проби и критерии за изпълнение за методите за анализ за целите на официалния контрол на количествата на ерукова киселина в храните и за отмяна на Директива 80/891/ЕИО на Комисията

Приложено се изпраща на делегациите документ D034437/03 - Приложение 1.

Приложение: D034437/03 - Приложение 1



ЕВРОПЕЙСКА
КОМИСИЯ

Брюксел, XXX г.
SANCO/11334/2014 ANNEX Rev. 1
(POOL/E3/2014/11334/11334R1-EN
ANNEX.doc) D034437/03
[...](2014) XXX draft

ANNEX 1

ПРИЛОЖЕНИЕ

КЪМ

РЕГЛАМЕНТ (ЕС) .../... НА КОМИСИЯТА

за определяне на методи за вземане на проби и критерии за изпълнение за
методите за анализ за целите на официалния контрол на количествата на ерукова
киселина в храните и за отмяна на Директива 80/891/ЕИО на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

ЧАСТ А: ОПРЕДЕЛЕНИЯ

За целите на настоящото приложение се прилагат следните определения:

„партида“:	определено количество от храна, която е доставена по едно и също време и за която от длъжностното лице са установени общи характеристики [като произход, разновидност, вид на опаковката, пакетиращо предприятие, доставчик или маркировка].
„подпартида“:	част от голяма партида, установена с оглед на прилагането на даден метод за вземане на проби върху тази избрана част. Всяка подпартида трябва да бъде физически обособена и определима
„точкова проба“:	количество материал, взет от едно и също място в партидата или подпартидата;
„съставна проба“:	комбинираното общо количество от всички точкови проби, взети от партидата или подпартидата; съставните проби се разглеждат като представителни за партидите или подпартидите, от които са взети;
„лабораторна проба“:	предназначена за лабораторията проба.

ЧАСТ Б: МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

Б.1. ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

Б.1.1. Персонал

Пробите се вземат от упълномощено лице, посочено от държавата членка.

Б.1.2. Материал, от който се вземат проби

От всяка партида или подпартида, подлежаща на анализ, се вземат отделни проби.

Б.1.3. Необходими предпазни мерки

При вземането на проби се вземат предпазни мерки с цел недопускане на каквито и да е промени, които биха могли да окажат влияние върху количествата на еруковата киселина, да повлияят неблагоприятно върху аналитичното определяне или да направят съставните проби непредставителни.

Б.1.4. Точкови проби

Доколкото е възможно, точковите проби се вземат от различни места, разпределени в рамките на цялата партида или подпартида. Всяко отклонение от тази процедура се отбелязва в протокола за вземане на проби съгласно точка Б.1.8. от настоящото приложение.

Б.1.5. Подготовка на съставната проба

Съставната проба се формира чрез обединяване на всички точкови проби.

Б.1.6. Проби за целите на официалния контрол, защитата или арбитража

Пробите за целите на правоприлагането, защитата и арбитража се вземат от хомогенизираната съставна проба, освен когато това е в разрез с правилата на държавите членки по отношение на правата на стопанските субекти в областта на храните.

Б.1.7. Пакетиране и предаване на пробите

Всяка проба се поставя в чист инертен съд, осигуряващ подходяща защита от замърсяване, от загуба на анализ вследствие на прилепване към вътрешната стена на съда, както и от повреда при транспортирането. По време на транспортиране или при съхранение се вземат всички необходими предпазни мерки за недопускане на промени в състава на пробите.

Б.1.8. Запечатване и маркиране на пробите

Всяка проба, взета за официална употреба, се запечатва на мястото, на което е взета, и се обозначава в съответствие с разпоредбите на държавите членки.

За всяка проба се съхранява протокол за вземане на проби, който позволява всяка партида или подпартида, от която е взета пробата, да бъде еднозначно идентифицирана. В протокола се вписва всичко изброено по-долу:

- i) номерът на партидата, от която е взета пробата;
- ii) датата и мястото на вземане на пробата;
- iii) всякаква допълнителна информация, която може да бъде от полза за извършващия анализа.

Б.2. ПЛАНОВЕ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

Б.2.1. РАЗДЕЛЯНЕ НА ПАРТИДИТЕ НА ПОДПАРТИДИ

Големите партии се разделят на подпартиди, при условие че подпартидата може да бъде физически отделена. Теглото или броят на подпартидите с продукти, търгувани в пратки в насипно състояние, трябва да отговарят на посоченото в таблица 1. Теглото или броят на подпартидите с продукти, търгувани в пратки в насипно състояние, трябва да отговарят на посоченото в таблица 2. Като се има предвид, че теглото на партидата невинаги е точно кратно число на теглото на подпартидите, теглото на подпартидата, посочено в таблици 1 и 2, може да бъде надвишено максимум с 20 %.

Б.2.2. Брой, ТЕГЛО И ОБЕМ НА ТОЧКОВИТЕ ПРОБИ

Съставната проба трябва да бъде поне 1 kg или 1 l, освен когато това не е възможно, например когато пробата се състои от една опаковка или единица.

Минималният брой точкови проби, които трябва да се вземат от партидата или подпартидата, е посочен в таблица 3.

При продукти в наливно състояние непосредствено преди вземането на пробата ръчно или с механични средства партидата или подпартидата се смесва оптимално, без да се нарушава качеството на продукта. В този случай се приема, че замърсителите са разпределени равномерно в рамките на дадената партида или подпартида. Следователно за получаването на съставната проба е достатъчно да се вземат три точкови проби от дадена партида или подпартида.

Точковите проби трябва да бъдат със сходно тегло или обем. Теглото или обемът на една точкова проба трябва да бъде поне 100 g или 100 ml, от които се получава съставна проба от поне 1 kg или 1 l. Всяко отклонение от тази процедура се отбелязва в протокола за вземане на проби съгласно точка Б.1.8 от настоящото приложение.

Таблица 1: Разделяне на партидите на подпартиди при продавани в насипно състояние продукти

Тегло на партидата (тон)	Тегло или брой на подпартидите
$\geq 1\,500$	500 тона
> 300 и < 1500	3 подпартиди
≥ 100 и ≤ 300	100 тона
< 100	-

Таблица 2: Разделяне на партидите на подпартиди при други продукти

Тегло на партидата (тон)	Тегло или брой на подпартидите
≥ 15	15 — 30 тона
< 15	-

Таблица 3: Минимален брой точкови проби, които трябва да бъдат взети от една партида или подпартида

Тегло или обем на партидата/подпартидата (в килограми или литри)	Минимален брой точкови проби, които трябва да бъдат взети
< 50	3
≥ 50 и ≤ 500	5
> 500	10

В случай че партидата или подпартидата се състои от отделни опаковки или единици, броят на опаковките или единиците, които трябва да се вземат за образуване на съставната проба, се определя съгласно таблица 4.

Таблица 4: Брой на опаковките или единиците от продукта (точкови проби), които се вземат за образуване на съставната проба, когато партидата или подпартидата се състои от отделни опаковки или единици

Брой опаковки или единици в партидата/подпартидата	Брой опаковки или единици за вземане
≤ 25	поне 1 опаковка или единица
26 — 100	около 5 %, поне 2 опаковки или единици
> 100	около 5 %, максимум 10 опаковки или единици

Ако вземането на проби по метода, описан в настоящата глава Б.2, би довело до неприемливи търговски последици (например поради начините на опаковане, увреждането на партидата и т.н.) или би било практически невъзможно, може да се приложи алтернативен метод за вземане на проби, при условие че той е достатъчно представителен за партидата или подпартидата, от които се взема пробата, и е напълно документиран в отчета, предвиден в точка Б.1.8.

Б.3. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ПРИ ТЪРГОВИЯ С ХРАНИ НА ДРЕБНО

Проби от храни при търговия на дребно се вземат при възможност в съответствие с разпоредбите за вземане на проби, посочени в точка Б.2.2.

Ако вземането на проби по метода, описан в точка Б.2.2., би довело до неприемливи търговски последици (например поради начините на опаковане, увреждането на партидата и т.н.) или би било практически невъзможно, може да се приложи алтернативен метод за вземане на проби, при условие че той е достатъчно представителен за партидата или подпартидата, от които се взема пробата, и е напълно документиран в отчета, предвиден в точка Б.1.8.

ЧАСТ В: ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ И АНАЛИЗ

В.1. ЛАБОРАТОРНИ СТАНДАРТИ ЗА КАЧЕСТВО

Лабораториите трябва да отговарят на изискванията в разпоредбите на член 12 от Регламент (ЕО) № 882/2004.

Лабораториите трябва да участват в подходящи схеми за изпитвания за пригодност, които отговарят на 'International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories' („Международен

съгласуван протокол за изпитвания за пригодност за (химични) аналитични лаборатории“¹, разработен под егидата на IUPAC/ISO/AOAC.

Лабораториите трябва да могат да докажат, че разполагат с вътрешни процедури за контрол на качеството. Примери за такива процедури могат да бъдат намерени в ‘Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories’ („Ръководство за вътрешен контрол на качеството в лаборатории по аналитична химия“) на ISO/AOAC/IUPAC².

Доколкото е възможно, достоверността на анализа трябва да се оценява, като в анализа бъдат включени подходящи сертифицирани референтни материали.

В.2. ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ

В.2.1. Предпазни мерки и общи положения

Основното изискване е да бъде получена представителна и хомогенна лабораторна проба, без да се внася вторично замърсяване.

Цялото количество материал в пробата, получено от лабораторията, трябва да бъде използвано за подготовката на лабораторната проба.

Съответствието с максимално допустимите количества, определени в Регламент (ЕО) № 1881/2006, се установява въз основа на количествата, определени в лабораторните проби.

В.2.2. Обработка на пробата при получаването ѝ от лабораторията

Пълната съставна проба се смила фино (когато е целесъобразно) и се смесва оптимално чрез използване на процес, с който е доказано, че се постига пълно хомогенизиране.

В.3. КРИТЕРИИ ЗА ИЗПЪЛНЕНИЕ ЗА МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ

В.3.1. Определения

Прилагат се следните определения:

„r“ =	Повторяемост е стойността, под която може да се очаква, че абсолютната разлика между резултатите от отделни изследвания, получени в условия на повторяемост (т.е. едни и същи проба, лаборант, апаратура, лаборатория и кратък интервал от време), ще бъде в рамките на определена вероятност (обикновено 95 %), откъдето $r = 2,8 \times sr$.
„sr“ =	стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на повторяемост.
„RSDr“ =	относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на повторяемост $[(sr/x) \times 100]$.
„R“ =	Възпроизводимост е стойността, под която може да се очаква, че

¹ „The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories“, изготвен от M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145-196.

² Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

абсолютната разлика между резултатите от отделни изследвания, получени в условия на възпроизводимост (т.е. върху идентичен материал, получен от лаборанти в различни лаборатории, използващи стандартизирания метод за изследване), ще бъде в рамките на определена вероятност (обикновено 95 %); $R = 2,8 \times sR$.

„sR“ =	стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на възпроизводимост.
„RSDR“ =	относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на възпроизводимост $[(sR/\bar{x}) \times 100]$.
„LOD“ =	Граница на откриване е най-малкото измерено съдържание, от което е възможно да се заключи за наличието на анализа при разумна степен на статистическа сигурност. В цифрово изражение границата на откриване е равна на три пъти стандартното отклонение от средната стойност при контролните опити с празна проба ($n > 20$).
„LOQ“ =	Граница за количествено определяне е най-ниското съдържание на анализа, което може да бъде измерено при разумна степен на статистическа сигурност. Ако точността и прецизността на анализа са постоянни в концентрационния диапазон около границата на откриване, тогава в цифрово изражение границата на количествено определяне е равна на шест или десет пъти стандартното отклонение от средната стойност при контролните опити с празна проба ($n > 20$).
„u“ =	Комбинирана стандартна неопределеност на измерването, получена посредством използването на отделни стандартни неопределености на измерването, свързани с използваните количества в модел за измерване ³ .
„U“ =	Разширена неопределеност на измерването, използвайки фактор на покриване 2, което дава доверителна вероятност приблизително 95 % ($U = 2u$).
„Uf“ =	Максимална стандартна неопределеност на измерването.

В.3.2. Общи изисквания

Методите за анализ, използвани за целите на контрола върху храните, трябва да отговарят на изискванията в разпоредбите на приложение III към Регламент (ЕО) № 882/2004.

³

International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008. (Международен речник по метрология - Основни и общи понятия и свързани с тях термини (VIM), JCGM 200:2008.“).

В.3.3. Специфични изисквания

В.3.3.1. Критерии за изпълнение

Когато на равнището на Европейския съюз не са предвидени специфични методи за определяне на съдържанието на замърсители в храни, лабораториите могат да изберат всеки друг валидиран метод за анализ за съответната матрица, при условие че избраният метод отговаря на специфичните критерии за изпълнение, посочени в таблица 5.

Препоръчва се използването на изцяло валидирани методи (т.е. методи, валидирани посредством съвместно изпитване за съответната матрица), когато това е целесъобразно и възможно. Може да се използват и други подходящи валидирани методи (напр. вътрешно валидирани методи за съответната матрица), при условие че те отговарят на критериите за изпълнение, посочени в таблица 5.

Повече подробности са дадени в бележките към критериите за изпълнение съгласно посоченото в настоящата точка.

При възможност валидирането на вътрешно валидирани методи трябва да включва сертифициран референтен материал.

Таблица 5: Критерии за изпълнение за методите за анализ на ерукова киселина

Параметър	Критерий
Приложимост	Храните, посочени в Регламент (ЕО) № 1881/2006
Специфичност	Без матрично или спектрално пречене
Повторяемост (RSD_r)	0,66 пъти RSD_R , получена по (промененото) уравнение на Хорвиц
Възпроизводимост (RSD_R)	2 пъти стойността, получена по (промененото) уравнение на Хорвиц
Аналитичен добив	95 – 105 %
LOD	$\leq 1 \text{ g/kg}$
LOQ	$\leq 5 \text{ g/kg}$

Бележки към критериите за изпълнение:

Уравнението на Хорвиц⁴ (за концентрации $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) и промененото уравнение на Хорвиц⁵ (за концентрации $C < 1,2 \times 10^{-7}$)

⁴ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980, 63, 1344.

⁵ M. Thompson, Analyst, 2000, 125, 385-386.

представяват обобщени уравнения, свързани с прецизността, които, за повечето от рутинните методи на анализ, не зависят от анализа и матрицата, а единствено от концентрацията.

Променено уравнение на Хорвиц за концентрации $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSDR = 22 \%$$

където:

- RSDR е относителното стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на възпроизводимост $[(sR / \bar{x}) \times 100]$
- C е съотношението на концентрация (т.е. $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1000 \text{ mg/kg}$). Промененото уравнение на Хорвиц се прилага за концентрации $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Уравнение на Хорвиц за концентрации $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

$$RSDR = 2C(-0,15)$$

където:

- RSDR е относителното стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на възпроизводимост $[(sR / \bar{x}) \times 100]$
- C е съотношението на концентрация (т.е. $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1000 \text{ mg/kg}$). Уравнението на Хорвиц се прилага за концентрации $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

В.3.3.2. Подход „пригодност към целта“

За вътрешно валидираните методи може да се използва подходът „пригодност към целта“⁶ като алтернативно средство за оценка на тяхната пригодност за целите на официалния контрол. Методите, които са подходящи за целите на официалния контрол, трябва да дават резултати с комбинирана стандартна неопределеност на измерването (u), по-ниска от максималната стандартна неопределеност на измерването, изчислена по следната формула:

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

където:

- Uf е максималната стандартна неопределеност на измерването ($\mu\text{g/kg}$)
- LOD е границата на откриване на метода ($\mu\text{g/kg}$). LOD трябва да отговаря на критериите за изпълнение, установени в точка В.3.3.1 за концентрацията от значение;
- C е концентрацията от значение ($\mu\text{g/kg}$);

⁶

вж. М. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006 г., стр. 10 и 471-478.

- α е числен коефициент, използван в зависимост от стойността на C . Стойностите, които следва да се използват, са посочени в таблица 6.

Таблица 6: Числени стойности, които трябва да се използват за α като константа във формулата, определена в настоящата точка, в зависимост от концентрацията от значение

C ($\mu\text{g/kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1000	0,15
1001-10000	0,12
> 10000	0,1

ЧАСТ Г: ОТЧИТАНЕ И ТЪЛКУВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Г.1. Отчитане

Г.1.1. Представяне на резултатите

Резултатите трябва да бъдат представени в същите единици и със същия брой значещи цифри като определените в Регламент (ЕО) № 1881/2006 максимално допустими количества.

Г.1.2. Изчисляване на аналитичния добив

Ако при аналитичния метод е приложена фаза на екстракция, то изчисляването при аналитичния резултат се коригира за аналитичния добив. В този случай нивото на аналитичния добив трябва да бъде отчетено.

Ако при аналитичния метод не е приложена фаза на екстракция, резултатът може да бъде отчетен, без да се коригира за аналитичния добив, при условие че се предостави доказателство, в идеалния случай — чрез използването на подходящ сертифициран референтен материал, че сертифицираните стойности за концентрацията, които позволяват неопределеност на измерването, са постигнати (т.е. налице е голяма точност на измерването) и следователно методът не дава грешки. В случай че отчетените резултати не са коригирани за аналитичния добив, това следва да се отбележи.

Г.1.3. Неопределеност на измерването

Аналитичният резултат се отчита като $x \pm U$, където x е аналитичният резултат, а U — разширената неопределеност на измерването, използвайки фактор на покриване 2, който дава доверителна вероятност от около 95 % ($U = 2u$).

Извършващият анализа трябва да вземе под внимание ‘Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food and feed legislation’ („Доклад за връзката между аналитичните резултати, неопределеността на измерването, коефициентите на аналитичен добив и разпоредбите на законодателството на ЕС в областта на храните и фуражите“)⁷.

Г.2. ТЪЛКУВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Г.2.1. Приемане на партида или подпартида

Партидата или подпартидата се приема, ако аналитичният резултат от лабораторната проба не надвишава съответното максимално допустимо количество, посочено в Регламент (ЕО) № 1881/2006, като се има предвид разширената неопределеност на измерването и направените корекции на резултатите за аналитичния добив, ако при използвания аналитичен метод е приложена фаза на екстракция.

Г.2.2. Отхвърляне на партида или подпартида

Партидата или подпартидата се отхвърля, ако аналитичният резултат от лабораторната проба без съмнение надвишава съответното максимално допустимо количество, посочено в Регламент (ЕО) № 1881/2006, като се има предвид разширената неопределеност на измерването и направените корекции на резултатите за аналитичния добив, ако при използвания аналитичен метод е приложена фаза на екстракция.

Г.2.3. Приложимост

Правилата за тълкуване на резултатите, посочени в точки Г.2.1. и Г.2.2., се прилагат за аналитичния резултат, получен от пробата за целите на официалния контрол. При извършване на анализ с цел защита или арбитраж се прилагат националните правила.

⁷

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