



Rada
Európskej únie

V Bruseli 29. januára 2015
(OR. en)

5747/15
ADD 1

DENLEG 25
AGRI 43
SAN 32

SPRIEVODNÁ POZNÁMKA

Od:	Európska komisia
Dátum doručenia:	29. januára 2015
Komu:	Generálny sekretariát Rady
Č. dok. Kom.:	D034437/03 - Annex 1
Predmet:	PRÍLOHA k NARIADENIU KOMISIE (EÚ) č. .../..., ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a kritériá účinnosti metód analýzy na účely úradnej kontroly obsahu kyseliny erukovej v potravinách a ktorým sa zrušuje smernica Komisie 80/891/EHS

Delegáciám v prílohe zasielame dokument D034437/03 - Annex 1.

Príloha: D034437/03 - Annex 1



EURÓPSKA
KOMISIA

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

ANNEX 1

PRÍLOHA

k

NARIADENIU KOMISIE (EÚ) č. .../...,

**ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a kritériá účinnosti metód analýzy na účely
úradnej kontroly obsahu kyseliny erukovej v potravinách a ktorým sa zrušuje smernica
Komisie 80/891/EHS**

PRÍLOHA

ČASŤ A: VYMEDZENIE POJMOV

Na účely tejto prílohy sa uplatňuje toto vymedzenie pojmov:

„šarža (dávka)“:	identifikovateľné množstvo potravín, ktoré sú dodané naraz a ktoré sú úradne určené ako potraviny so spoločnými vlastnosťami (ako pôvod, odroda, typ balenia, baliareň, odosielateľ tovaru alebo označenie);
„čiasťková šarža“:	určená časť veľkej šarže na účely uplatnenia metódy odberu vzorky na takejto určenej časti. Každá čiasťková šarža musí byť fyzicky oddelená a identifikovateľná;
„čiasťková vzorka“:	množstvo materiálu, ktoré bolo odobrané z jedného miesta šarže alebo čiasťkovej šarže;
„súhrnná vzorka“:	vzorka vytvorená spojením a premiešaním všetkých čiasťkových vzoriek odobratých zo šarže alebo čiasťkovej šarže; súhrnné vzorky sa považujú za reprezentatívne pre šarže alebo čiasťkové šarže, z ktorých bol ich odber vykonaný;
„laboratórna vzorka“:	vzorka určená pre laboratórium.

ČASŤ B: METÓDY ODBERU VZORIEK

B.1. VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

B.1.1. Personál

Odber vzoriek vykonáva oprávnená osoba, ktorú určil členský štát.

B.1.2. Materiál, z ktorého sa má odobrať vzorka

Z každej šarže alebo čiasťkovej šarže, ktorá má byť preskúmaná, sa vzorka odoberá samostatne.

B.1.3. Preventívne opatrenia, ktoré sa majú prijať

V priebehu odberu vzoriek je nutné prijať preventívne opatrenia, ktoré zabránia akýmkoľvek zmenám, ktoré by ovplyvnili obsah kyseliny erukovej, nepriaznivo ovplyvnili analytické stanovenie, prípadne by zapríčinili stratu reprezentatívnosti súhrnných vzoriek.

B.1.4. Čiasťkové vzorky

Čiasťkové vzorky sa v čo najväčšej možnej miere odoberajú z rôznych miest rozložených v celej šarži alebo čiasťkovej šarži. Odchýlenie sa od uvedeného postupu sa zaznamenáva do protokolu podľa bodu B.1.8. tejto prílohy.

B.1.5. Príprava súhrnnej vzorky

Súhrnná vzorka sa získava zlúčením čiastkových vzoriek.

B.1.6. Vzorky na účely presadzovania, obhajoby a arbitráže

Odber vzoriek na účely presadzovania, obhajoby a arbitráže sa vykonáva z homogenizovanej súhrnnej vzorky za predpokladu, že takýto postup nie je v rozpore s predpismi členských štátov, pokiaľ ide o práva prevádzkovateľa potravinárskeho podniku.

B.1.7. Balenie a preprava vzoriek

Každá vzorka sa vkladá do čistej, inertnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred kontamináciou, pred stratou analytov v dôsledku adsorpcie na povrchu vnútornej steny nádoby a pred poškodením počas prepravy. S cieľom zabrániť akýmkoľvek zmenám v zložení vzorky, ktoré môžu nastať počas prepravy alebo skladovania, je nutné prijať všetky potrebné preventívne opatrenia.

B.1.8. Pečatenie a označovanie vzoriek

Každá vzorka odobratá na úradné účely sa zapečatí na mieste odberu vzorky a označí v súlade s predpismi príslušného členského štátu.

O každom odbere vzorky sa vedie protokol, ktorý umožní jednoznačnú identifikáciu každej šarže alebo čiastkovej šarže, z ktorých bola vzorka odobraná. Tento protokol musí obsahovať všetky tieto prvky:

- i) referenčné číslo šarže, z ktorej bola vzorka odobraná,
- ii) dátum a miesto odberu vzorky,
- iii) všetky ďalšie informácie, ktoré by mohli byť pre analytika užitočné.

B.2. PLÁNY ODBERU VZORIEK

B.2.1. ROZDELENIE ŠARŽÍ NA ČIASTKOVÉ ŠARŽE

Veľké šarže sa rozdelia na čiastkové šarže, ak sú čiastkové šarže fyzicky oddeliteľné. Hmotnosť alebo počet čiastkových šarží v prípade výrobkov, s ktorými sa obchoduje vo forme voľne ložených zásielok, sa uvádza v tabuľke 1. Hmotnosť alebo počet čiastkových šarží v prípade ostatných výrobkov sa uvádza v tabuľke 2. Vzhľadom na to, že hmotnosť šarže nie je vždy presným násobkom hmotnosti čiastkových šarží, možno hmotnosť čiastkovej šarže uvedenej v tabuľkách 1 a 2 presiahnuť najviac o 20 %.

B.2.2. POČET, HMOTNOSŤ A OBJEM ČIASTKOVÝCH VZORIEK

Súhrnná vzorka musí mať hmotnosť aspoň 1 kg alebo objem aspoň 1 l okrem prípadov, v ktorých to nie je možné, napr. ak vzorka pozostáva z jedného balenia alebo jednotky.

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo šarže alebo z čiastkovej šarže, sa uvádza v tabuľke 3.

V prípade voľne ložených tekutých produktov sa šarža alebo čiastková šarža bezprostredne pred odberom vzorky čo najdôkladnejšie manuálne alebo mechanicky premieša, a to spôsobom, ktorý neovplyvní kvalitu produktu. Predpokladá sa, že v tom prípade dôjde v danej šarži alebo čiastkovej šarži k homogénemu rozloženiu kontaminantov. Na vytvorenie súhrnnej vzorky preto zo šarže alebo čiastkovej šarže stačí odobrať tri čiastkové vzorky.

Hmotnosť alebo objem čiastkových vzoriek majú byť podobné. Hmotnosť alebo objem čiastkovej vzorky je najmenej 100 gramov alebo 100 mililitrov, takže hmotnosť alebo objem súhrnnej vzorky bude predstavovať približne 1 kg alebo 1 liter. Odchýlenie sa od tejto metódy je nutné zaznamenať do protokolu podľa bodu B.1.8. tejto prílohy.

Tabuľka 1: Rozdelenie šarží na čiastkové šarže v prípade produktov, s ktorými sa obchoduje vo forme voľne ložených zásielok

Hmotnosť šarže (v tonách)	Hmotnosť alebo počet čiastkových šarží
$\geq 1\,500$	500 ton
> 300 a $< 1\,500$	3 čiastkové šarže
≥ 100 a ≤ 300	100 ton
< 100	-

Tabuľka 2: Rozdelenie šarží na čiastkové šarže v prípade ostatných produktov

Hmotnosť šarže (v tonách)	Hmotnosť alebo počet čiastkových šarží
≥ 15	15 – 30 ton
< 15	-

Tabuľka 3: Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo šarže alebo čiastkovej šarže

Hmotnosť alebo objem šarže/čiastkovej šarže (v kg alebo l)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať
< 50	3
≥ 50 a ≤ 500	5
> 500	10

Počet balení alebo jednotiek, ktoré sa majú odobrať a zahrnúť do súhrnnej vzorky, v prípade, že šarža alebo čiastková šarža pozostávajú zo samostatných balení alebo jednotiek, sa uvádza v tabuľke 4.

Tabuľka 4: Počet balení alebo jednotiek (čiastkových vzoriek), ktoré sa majú odobrať a zahrnúť do súhrnnej vzorky, v prípade, že šarža alebo čiastková šarža pozostávajú zo samostatných balení alebo jednotiek

Počet balení alebo jednotiek v šarži/čiastočnej šarži	Počet balení alebo jednotiek, ktoré sa majú odobrať
≤ 25	aspoň 1 balenie alebo jednotka
26 – 100	približne 5 %, aspoň 2 balenia alebo jednotky
> 100	približne 5 %, najviac 10 balení alebo jednotiek

Ak by odber vzoriek metódou stanovenou v kapitole B.2 viedol k neprijateľným obchodným dôsledkom (napr. kvôli formám obalov, poškodeniu šarže atď.) alebo by bol prakticky nemožný, možno uplatniť alternatívnu metódu odberu za predpokladu, že vzorka bude dostatočne reprezentatívna pre príslušnú šaržu alebo čiastkovú šaržu a odber bude plne zdokumentovaný v protokole podľa bodu B.1.8.

B.3. ODBER VZORIEK NA ÚROVNI MALOOBCHODU

Ak je to možné, odber vzoriek potravín na úrovni maloobchodu by sa mal realizovať v súlade s ustanoveniami o odbere vzoriek uvedenými v bode B.2.2.

Ak by odber vzoriek metódou stanovenou v bode B.2.2 viedol k neprijateľným obchodným dôsledkom (napr. kvôli formám obalov, poškodeniu šarže atď.) alebo by bol prakticky nemožný, možno uplatniť alternatívnu metódu odberu za predpokladu, že vzorka bude dostatočne reprezentatívna pre príslušnú šaržu alebo čiastkovú šaržu a odber bude plne zdokumentovaný v protokole podľa bodu B.1.8.

ČASŤ C: PRÍPRAVA VZORIEK A ANALÝZA

C.1. NORMY KVALITY LABORATÓRIÍ

Laboratóriá musia spĺňať ustanovenia článku 12 nariadenia (ES) č. 882/2004.

Laboratóriá sa musia zúčastňovať príslušných testov overovania spôsobilosti, ktoré sú v súlade s medzinárodným harmonizovaným protokolom na overovanie spôsobilosti (chemických) analytických laboratórií¹ a ktoré boli vypracované pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

¹ „Medzinárodný harmonizovaný protokol na overovanie spôsobilosti (chemických) analytických laboratórií“, M. Thompson, S.L.R. Ellison a R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145 – 196.

Laboratória musia byť schopné preukázať, že majú zavedené interné postupy kontroly kvality. Príklady postupov sa uvádzajú v usmerneniach ISO/AOAC/IUPAC o internej kontrole kvality v chemických analytických laboratóriách².

Pokiaľ je to možné, na základe zahrnutých vhodných certifikovaných referenčných materiálov sa vykoná odhad správnosti analýzy.

C.2. PRÍPRAVA VZORKY

C.2.1. Preventívne opatrenia a všeobecné úvahy

Základnou požiadavkou je získanie reprezentatívnej a homogénnej laboratórnej vzorky bez toho, aby došlo k sekundárnej kontaminácii.

Na prípravu laboratórnej vzorky sa využije celé množstvo vzorky, ktorú laboratórium prijalo.

Dodržanie maximálnych hodnôt stanovených v nariadení (ES) č. 1881/2006 sa určí na základe úrovni stanovených v laboratórnych vzorkách.

C.2.2. Spracovanie vzorky prijatej v laboratóriu

Úplná súhrnná vzorka sa jemne rozomelie (podľa potreby) a dôkladne premieša postupom, v prípade ktorého sa preukázalo, že sa ním dá dosiahnuť úplná homogenizácia.

C.3. KRITÉRIÁ ÚČINNOSTI ANALYTICKÝCH METÓD

C.3.1. Vymedzenie pojmov

Uplatňuje sa toto vymedzenie pojmov:

„r“ =	opakovateľnosť, hodnota, pod ktorou možno predpokladať, že absolútny rozdiel medzi jednotlivými výsledkami testu získanými za podmienok opakovateľnosti (t. j. rovnaká vzorka, ten istý obslužný pracovník, rovnaký prístroj, rovnaké laboratórium a krátky časový interval) sa nachádza v rámci danej pravdepodobnosti (obvykle 95 %), a preto $r = 2,8 \times s_r$;
„s _r “ =	smerodajná odchýlka, ktorá sa počíta z výsledkov získaných za podmienok opakovateľnosti;
„RSD _r “ =	relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok opakovateľnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$;
„R“ =	reprodukovateľnosť, hodnota, pod ktorou možno predpokladať, že absolútny rozdiel medzi jednotlivými výsledkami testu získanými za podmienok reprodukovateľnosti (t. j. rovnaký materiál získaný obslužnými pracovníkmi v rôznych laboratóriách pri použití štandardizovanej metódy testovania) sa nachádza v rámci určitej pravdepodobnosti (obvykle 95 %); $R = 2,8 \times s_R$;
„s _R “ =	smerodajná odchýlka, ktorá sa počíta z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti;

² Zostavili M. Thompson a R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649 – 666.

„RSD _R “ =	relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti $[(s_R/\bar{X}) \times 100]$;
„LOD“ =	detekčný limit (medza detekcie), najmenší meraný obsah, z ktorého možno vyvodiť prítomnosť analytu s primeranou štatistickou istotou. Detekčný limit sa číselne rovná trojnásobku smerodajnej odchýlky strednej hodnoty slepých pokusov ($n > 20$);
„LOQ“ =	kvantifikačný limit (medza stanovenia), najnižší obsah analytu, ktorý možno merať s primeranou štatistickou istotou. Ak sú správnosť a presnosť merania konštantné v rozsahu koncentrácie, ktorá sa približuje k detekčnému limitu, kvantifikačný limit sa číselne rovná šesťnásobku alebo desaťnásobku smerodajnej odchýlky strednej hodnoty slepých pokusov ($n > 20$);
„u“ =	kombinovaná štandardná neistota merania získaná z jednotlivých štandardných neistôt merania súvisiacich so vstupnými množstvami v modeli merania ³ .
„U“ =	rozšírená neistota merania s použitím koeficientu pokrytia 2, ktorý zodpovedá konfidencnej pravdepodobnosti približne 95 % ($U = 2u$);
„U _f “ =	maximálna štandardná neistota merania.

C.3.2. Všeobecné požiadavky

Metódy analýzy použité na účely kontroly potravín musia byť v súlade s ustanoveniami prílohy III k nariadeniu (ES) č. 882/2004.

C.3.3. Osobitné požiadavky

C.3.3.1. Kritériá účinnosti

V prípade, že na úrovni Európskej únie nie sú predpísané žiadne špecifické metódy zisťovania kontaminujúcich látok v potravinách, laboratória si môžu pre príslušnú maticu zvoliť akúkoľvek validovanú metódu analýzy za predpokladu, že zvolená metóda spĺňa osobitné kritériá účinnosti, ktoré sa uvádzajú v tabuľke 5.

Odporúča sa, aby sa používali úplne validované metódy (t. j. metódy pre príslušnú maticu validované v kruhovom teste), ak sú vhodné a dostupné. Ďalšie vhodné validované metódy (napr. interne validované metódy pre príslušnú maticu) možno takisto použiť za predpokladu, že spĺňajú kritériá účinnosti uvedené v tabuľke 5.

Ďalšie podrobnosti sa uvádzajú v poznámkach ku kritériám účinnosti, ako sa stanovuje v tomto bode.

Validácia interne validovaných metód zahŕňa, pokiaľ možno, certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka 5: Kritériá účinnosti analytických metód stanovovania kyseliny erukovej

³ Medzinárodný slovník metrologie – Základné a všeobecné pojmy a súvisiace termíny (VIM), JCGM 200:2008.

Ukazovateľ	Kritérium
Uplatniteľnosť	potraviny špecifikované v nariadení (ES) č. 1881/2006
Špecifickosť	bez maticových alebo spektrálnych interferencií
Opakovateľnosť (RSD _f)	0,66-krát RSD _R , ako sa odvodzuje z (upravenej) Horwitzovej rovnice
Reprodukovateľnosť (RSD _R)	2-x hodnota odvodená z (upravenej) Horwitzovej rovnice
Výťažnosť	95 – 105 %
LOD	≤ 1 g/kg
LOQ	≤ 5 g/kg

Poznámky ku kritériám účinnosti:

Horwitzova rovnica⁴ (pre koncentrácie $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) a upravená Horwitzova rovnica⁵ (pre koncentrácie $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sú zovšeobecnené rovnice pre presnosť, podľa ktorých pri väčšine bežných metód analýzy nezáleží na analyte a matrici, ale iba na koncentrácii.

Upravená Horwitzova rovnica pre koncentrácie $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSDR = 22 \%$$

kde:

- RSDR je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti $[(sR / \bar{x}) \times 100]$;
- C je koncentračný pomer (t. j. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Upravená Horwitzova rovnica sa vzťahuje na koncentrácie $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Horwitzova rovnica pre koncentrácie $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

kde:

- RSDR je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti $[(sR / \bar{x}) \times 100]$;

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

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

- C je koncentračný pomer (t. j. $1 = 100\text{g}/100\text{g}$, $0,001 = 1\,000\text{ mg/kg}$). Horwitzova rovnica sa vzťahuje na koncentrácie $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

C.3.3.2. Prístup pod názvom „vhodnosť na daný účel“

V prípade interne validovaných metód možno na posúdenie ich vhodnosti na úradnú kontrolu alternatívne použiť prístup „vhodnosť na daný účel“⁶. Metódy vhodné na úradnú kontrolu musia zabezpečovať výsledky s kombinovanou štandardnou neistotou merania (u) menšou, ako je maximálna štandardná neistota merania, ktorá sa počíta pomocou tohto vzorca:

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

kde:

- U_f je maximálna štandardná neistota merania ($\mu\text{g/kg}$);
- LOD je detekčný limit metódy ($\mu\text{g/kg}$). LOD musí spĺňať kritériá účinnosti stanovené v bode C.3.3.1 pre požadovanú koncentráciu;
- C je požadovaná koncentrácia ($\mu\text{g/kg}$);
- α je číselný koeficient, ktorý sa má použiť v závislosti od hodnoty C. Hodnoty, ktoré sa majú použiť, sa uvádzajú v tabuľke 6.

Tabuľka 6: Číselné hodnoty, ktoré sa majú použiť pre α ako konštantu vo vzorci uvedenom v tomto bode v závislosti od príslušnej koncentrácie

C ($\mu\text{g/kg}$)	α
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1 000	0,15
1 001 – 10 000	0,12
$> 10\,000$	0,1

ČASŤ D: PREZENTÁCIA A INTERPRETÁCIA VÝSLEDKOV

D.1. PREZENTÁCIA

D.1.1. Vyjadrenie výsledkov

Výsledky sa vyjadrujú v rovnakých jednotkách a s rovnakým počtom platných čísl ako maximálne hodnoty stanovené v nariadení (ES) č. 1881/2006.

⁶ M. Thompson a R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, 471 – 478.

D.1.2. Výpočty výťažnosti

Ak sa pri analytickej metóde využíva ako jeden z krokov extrakcia, analytický výsledok sa koriguje na výťažnosť. V tomto prípade je nutné uviesť hodnotu výťažnosti.

Ak sa pri analytickej metóde nevyužíva ako jeden z krokov extrakcia, výsledok sa nemusí korigovať na výťažnosť, ak sa predloží dôkaz, v ideálnom prípade využitím vhodného certifikovaného referenčného materiálu, že sa dosiahla certifikovaná koncentrácia s prihliadnutím na neistotu merania (napr. vysoká presnosť merania), a teda že metóda je objektívna. Ak sa výsledok uvádza nekorigovaný na výťažnosť, táto skutočnosť sa uvedie.

D.1.3. Neistota merania

Analytický výsledok sa uvádza v tvare $x \pm U$, kde x je analytický výsledok a U je rozšírená neistota merania s použitím koeficientu pokrytia 2, ktorý zodpovedá konfidenčnej pravdepodobnosti približne 95 % ($U = 2u$).

Je nutné, aby si analytik preštudoval správu „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation“ (Správa o vzťahu medzi analytickými výsledkami, neistotou merania, koeficientmi výťažnosti a ustanoveniami právnych predpisov EÚ o potravinách a krmivách)⁷.

D.2. INTERPRETÁCIA VÝSLEDKOV

D.2.1. Prijatie šarže alebo čiastkovej šarže

Šarža alebo čiastková šarža sa akceptuje, ak analytický výsledok laboratórnej vzorky nepresahuje príslušnú maximálnu hodnotu stanovenú v nariadení (ES) č. 1881/2006, pričom sa zohľadňuje rozšírená neistota merania a korekcia výsledku na výťažnosť, ak sa pri použitej analytickej metóde ako jeden z krokov využila extrakcia.

D.2.2. Zamietnutie šarže alebo čiastkovej šarže

Šarža alebo čiastková šarža sa zamietne, ak analytický výsledok laboratórnej vzorky nepochybne presahuje príslušnú maximálnu hodnotu stanovenú v nariadení (ES) č. 1881/2006, pričom sa zohľadňuje rozšírená neistota merania a korekcia výsledku na výťažnosť, ak sa pri použitej analytickej metóde ako jeden z krokov využila extrakcia.

D.2.3. Uplatniteľnosť

Pravidlá interpretácie stanovené v bodoch D.2.1. a D.2.2. sa vzťahujú na analytický výsledok získaný v prípade vzorky na účely presadzovania. V prípade analýzy na účely obhajoby alebo arbitráže sa uplatňujú vnútroštátne predpisy.

⁷

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