

Tento dokument je třeba brát jako dokumentační nástroj a instituce nenesou jakoukoli odpovědnost za jeho obsah

► **B**

► **M1** NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 333/2007

ze dne 28. března 2007,

kterým se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuti, anorganického cínu, 3-MCPD a polycyklických aromatických uhlovodíků v potravinách ◀

(Text s významem pro EHP)

(Úř. věst. L 88, 29.3.2007, s. 29)

Ve znění:

Úřední věstník

► **M1**

Nariadení Komise (EU) č. 836/2011 ze dne 19. srpna 2011

Č.	Strana	Datum
L 215	9	20.8.2011

▼B▼M1

NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 333/2007

ze dne 28. března 2007,

kterým se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuť, anorganického cínu, 3-MCPD a polycyklických aromatických uhlovodíků v potravinách

▼B

(Text s významem pro EHP)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 ze dne 29. dubna 2004 o úředních kontrolách za účelem ověření dodržování právních předpisů týkajících se krmiv a potravin a pravidel o zdraví zvířat a dobrých životních podmínkách zvířat⁽¹⁾, a zejména na čl. 11 odst. 4 uvedeného nařízení,

vzhledem k těmto důvodům:

- (1) Nařízení Rady (EHS) č. 315/93 ze dne 8. února 1993, kterým se stanoví postupy Společenství pro kontrolu kontaminujících látek v potravinách⁽²⁾, stanoví, že pro některé kontaminující látky musí být z důvodu ochrany veřejného zdraví stanoveny maximální limity.
- (2) Nařízení Komise (ES) č. 1881/2006 ze dne 19. prosince 2006, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách⁽³⁾, stanoví maximální limity olova, kadmia, rtuť, anorganického cínu, 3-MCPD a benzo[*a*]pyrenu v určitých potravinách.
- (3) Nařízení (ES) č. 882/2004 stanoví obecné zásady úředního dozoru nad potravinami. V některých případech jsou však nezbytná specifitější ustanovení, aby se zajistilo, že úřední kontroly probíhají ve Společenství harmonizovaným způsobem.
- (4) Metody odběru vzorků a metody analýzy, které budou použity pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuť, 3-MCPD, anorganického cínu a benzo[*a*]pyrenu v některých potravinách, jsou stanoveny ve směrnici Komise 2001/22/ES ze dne 8. března 2001, kterou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuť a 3-MCPD

⁽¹⁾ Úř. věst. L 165, 30.4.2004, s. 1. Nařízení ve znění nařízení Komise (ES) č. 1791/2006 (Úř. věst. L 363, 20.12.2006, s. 1).

⁽²⁾ Úř. věst. L 37, 13.2.1993, s. 1. Nařízení ve znění nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 (Úř. věst. L 284, 31.10.2003, s. 1).

⁽³⁾ Úř. věst. L 364, 20.12.2006, s. 5.

▼B

v potravinách⁽¹⁾, ve směrnici Komise 2004/16/ES ze dne 12. února 2004, kterou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu cínu v konzervovaných potravinách⁽²⁾, a ve směrnici Komise 2005/10/ES ze dne 4. února 2005, kterou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu benzo[*a*]pyrenu v potravinách⁽³⁾.

- (5) Četná ustanovení týkající se metod odběru vzorků a metod analýzy pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuti, anorganického cínu, 3-MCPD a benzo[*a*]pyrenu v potravinách jsou podobná. Proto je v zájmu jasnosti právních předpisů vhodné tato ustanovení sjednotit do jediného právního aktu.
- (6) Směrnice 2001/22/ES, 2004/16/ES a 2005/10/ES by proto měly být zrušeny a nahrazeny novým nařízením.
- (7) Opatření stanovená tímto nařízením jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potravinový řetězec a zdraví zvířat,

PŘIJALA TOTO NAŘÍZENÍ:

Článek 1

▼M1

1. Odběr vzorků a analýza pro úřední kontrolu limitů obsahu olova, kadmia, rtuti, anorganického cínu, 3-MCPD a polycyklických aromatických uhlovodíků („PAU“) uvedených v oddílech 3, 4 a 6 přílohy nařízení (ES) č. 1881/2006 se provádí v souladu s přílohou tohoto nařízení.

▼B

2. Odstavec 1 se použije, aniž jsou dotčena ustanovení nařízení (ES) č. 882/2004.

Článek 2

Směrnice 2001/22/ES, 2004/16/ES a 2005/10/ES se zrušují.

Odkazy na zrušené směrnice se považují za odkazy na toto nařízení.

Článek 3

Toto nařízení vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie*.

Použije se ode dne 1. června 2007.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 77, 16.3.2001, s. 14. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí 2005/4/ES (Úř. věst. L 19, 21.1.2005, s. 50).

⁽²⁾ Úř. věst. L 42, 13.2.2004, s. 16.

⁽³⁾ Úř. věst. L 34, 8.2.2005, s. 15.

▼ B*PŘÍLOHA*

ČÁST A

DEFINICE

Pro účely této přílohy se použijí následující definice:

- „šarže“: identifikovatelné množství potravinové komodity dodané ve stejném okamžiku, které má podle úředníka jednotné vlastnosti (jako jsou původ, druh, typ obalu, balírna, zasílatel nebo označení). U ryb musí být srovnatelná také velikost ryb;
- „část šarže“: určitá část velké šarže vyčleněná k tomu, aby z ní byl proveden odběr vzorků. Každá část šarže musí být fyzicky samostatná a identifikovatelná;
- „dílčí vzorek“: množství materiálu odebrané z jednoho místa šarže nebo části šarže;
- „souhrnný vzorek“: souhrn všech dílčích vzorků odebraných ze šarže nebo části šarže; souhrnné vzorky jsou považovány za reprezentativní pro šarže nebo části šarže, z nichž byly odebrány;
- „laboratorní vzorek“: vzorek určený pro laboratorní vyšetření.

ČÁST B

METODY ODBĚRU VZORKŮ

- B.1. **VŠEOBECNÁ USTANOVENÍ**
- B.1.1. **Pracovníci**
Odběr vzorků provádí oprávněný pracovník určený členským státem.
- B.1.2. **Materiál, který má být odebrán**
Každá šarže nebo část šarže, která má být analyzována, se vzorkuje samostatně.
- B.1.3. **Předběžná opatření**
Při odběru vzorků je třeba provést předběžná opatření s cílem zabránit jakýmkoliv změnám, které by mohly ovlivnit množství kontaminujících látek, nepříznivě ovlivnit analytické stanovení nebo znehodnotit reprezentativnost souhrnných vzorků.
- B.1.4. **Dílčí vzorky**
Dílčí vzorky se odeberou pokud možno z různých míst celé šarže nebo části šarže. Odchytky od tohoto postupu se zaznamenají v protokolu podle bodu B.1.8. této přílohy.
- B.1.5. **Příprava souhrnného vzorku**
Souhrnný vzorek se připravuje kombinací dílčích vzorků.

▼ B**B.1.6. Vzorky pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku, obhajoby nebo rozhodčího zkoušení**

Vzorky pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku, obhajoby nebo pro rozhodčí zkoušení se odeberou z homogenizovaného souhrnného vzorku, pokud tento postup není v rozporu s předpisy členských států týkajícími se práv provozovatele potravinářského podniku.

B.1.7. Balení a přeprava vzorků

Každý vzorek se uloží do čisté nádoby z inertního materiálu, která poskytuje dostatečnou ochranu před kontaminací, ztrátou analytu adsorpcí na vnitřních stěnách nádoby a před poškozením při přepravě. Budou přijata všechna nezbytná opatření s cílem zabránit změně složení vzorku, ke které může dojít při přepravě nebo skladování.

▼ M1

V případě odběru vzorků pro analýzu PAU je nezbytné se pokud možno vyhnout použití plastových nádob, neboť by mohly ovlivnit obsah PAU ve vzorku. Pokud je to možné, musí se použít skleněné nádoby z inertního materiálu bez obsahu PAU, které zaručují dostatečnou ochranu vzorku před světlem. Nebude-li toto z praktických důvodů možné, je nezbytné vyhnout se alespoň přímému kontaktu vzorku s plasty, např. v případě pevných vzorků tím, že budou před vložením do vzorkovací nádoby zabaleny do hliníkové fólie.

▼ B**B.1.8. Uzavření a označení vzorků**

Každý vzorek odebraný k úředním účelům se uzavře na místě odběru a označí se podle pravidel členských států.

O každém odběru vzorků se vystaví protokol umožňující jednoznačnou identifikaci šarže nebo části šarže (je třeba uvést odkaz na číslo šarže), v němž musí být uvedeny den a místo odběru vzorků, a další údaje, které mohou být pro analytika užitečné.

▼ M1**B.2. PLÁNY ODBĚRU VZORKŮ****B.2.1. Rozdělení šarží na části**

Velké šarže se rozdělí na části za podmínky, že části šarže lze fyzicky oddělit. Na produkty, s nimiž se obchoduje ve volně ložených zásilkách (např. obiloviny), se vztahuje tabulka 1. Na ostatní produkty se vztahuje tabulka 2. Vzhledem k tomu, že hmotnost šarže není vždy přesným násobkem hmotnosti částí šarže, může hmotnost částí šarže překročit uvedenou hmotnost nejvýše o 20 %.

B.2.2. Počet dílčích vzorků

Souhrnný vzorek je nejméně 1 kg nebo 1 litr, kromě případů, kdy to není možné, např. je-li vzorek tvořen jedním balením nebo jednotkou.

Minimální počet dílčích vzorků, který má být odebrán ze šarže nebo z části šarže, je uveden v tabulce 3.

V případě volně ložených kapalných produktů musí být šarže nebo část šarže těsně před odebráním vzorku manuálně nebo mechanicky důkladně promíchány, pokud je to možné a pokud tím není ovlivněna jakost produktu. V tomto případě lze předpokládat rovnoměrné rozložení kontaminujících látek v dané šarži nebo její části. Proto stačí z každé šarže nebo její části odebrat tři dílčí vzorky, které budou tvořit souhrnný vzorek.

▼ **M1**

Dílčí vzorky musí mít podobnou hmotnost/objem. Hmotnost/objem dílčího vzorku musí být alespoň 100 gramů nebo 100 mililitrů, což vede k hmotnosti/objemu souhrnného vzorku nejméně přibližně 1 kg nebo 1 litr. Odchylky od této metody se zaznamenají do protokolu podle bodu B.1.8 této přílohy.

Tabulka 1

Rozdělení šarží na části u produktů, s nimiž se obchoduje ve volně ložených zásilkách

Hmotnost šarže (tuny)	Hmotnost nebo počet částí šarže
$\geq 1\,500$	500 tun
> 300 a $< 1\,500$	3 části šarže
≥ 100 a ≤ 300	100 tun
< 100	—

Tabulka 2

Rozdělení šarží na části u ostatních produktů

Hmotnost šarže (tuny)	Hmotnost nebo počet částí šarže
≥ 15	15–30 tun
< 15	—

Tabulka 3

Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány ze šarže nebo z části šarže

Hmotnost nebo objem šarže / části šarže (v kg nebo litrech)	Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány
< 50	3
≥ 50 a ≤ 500	5
> 500	10

Sestává-li šarže nebo její část z jednotlivých balení nebo jednotek, je počet balení nebo jednotek, které musí být odebrány za účelem vytvoření souhrnného vzorku, uveden v tabulce 4.

Tabulka 4

Počet balení nebo jednotek (dílčích vzorků), které musí být odebrány za účelem vytvoření souhrnného vzorku, sestává-li šarže nebo její část z jednotlivých balení nebo jednotek

Počet balení nebo jednotek v šarži / části šarže	Počet balení nebo jednotek, které mají být odebrány
≤ 25	alespoň 1 balení nebo jednotka
26–100	přibližně 5 %, alespoň 2 balení nebo jednotky
> 100	přibližně 5 %, nejvýše 10 balení nebo jednotek

▼ M1

Maximální limity pro anorganický cín se vztahují na obsah každé konzervy, avšak z praktických důvodů je pro vyšetření nezbytné vytvořit souhrnný vzorek. Jestliže výsledek vyšetření pro souhrnný vzorek konzerv nepřekračuje maximální limit, avšak blíží se k maximálnímu limitu pro anorganický cín, a existuje-li podezření, že u jednotlivých konzerv může být maximální limit překročen, může být nezbytné provést další šetření.

Pokud není možné provést metodu odběru vzorků stanovenou v této kapitole z důvodu nepřijatelných hospodářských důsledků (např. kvůli formám obalů, poškození šarže apod.) nebo pokud je prakticky nemožné výše uvedenou metodu odběru vzorků použít, lze použít alternativní metodu odběru vzorků, za předpokladu že odběr vzorků bude pro vzorkovanou šarži nebo její část dostatečně reprezentativní a bude plně zdokumentován.

B.2.3. Zvláštní ustanovení pro odběr vzorků z velkých ryb ve velkých šaržích

Pokud vzorkovaná šarže či její část obsahuje velké ryby (jednotlivé ryby o hmotnosti větší než přibližně 1 kg) a šarže či její část váží více než 500 kg, musí dílčí vzorek sestávat ze střední části ryby. Každý dílčí vzorek musí vážit alespoň 100 g.

B.3. ODBĚR VZORKŮ V MALOOBCHODNÍM PRODEJI

Odběr vzorků potravin v maloobchodním prodeji se provádí pokud možno podle ustanovení o odběru vzorků uvedených v bodě B.2.2 této přílohy.

Pokud není možné provést metodu odběru vzorků stanovenou v bodě B.2.2 z důvodu nepřijatelných hospodářských důsledků (např. kvůli formám obalů, poškození šarže apod.) nebo pokud je prakticky nemožné výše uvedenou metodu odběru vzorků použít, lze použít alternativní metodu odběru vzorků, za předpokladu že odběr vzorků bude pro vzorkovanou šarži nebo její část dostatečně reprezentativní a bude plně zdokumentován.

▼ B

ČÁST C

PŘÍPRAVA VZORKU A ANALÝZA

C.1. NORMY JAKOSTI PRO LABORATOŘE

Laboratoře budou v souladu s ustanoveními článku 12 nařízení (ES) č. 882/2004 ► **M1** ————— ◀.

Laboratoře se účastní vhodných programů zkoušení odborné způsobilosti, které jsou v souladu s Mezinárodním harmonizovaným protokolem pro zkoušení odborné způsobilosti (chemických) analytických laboratoří ⁽¹⁾ vypracovaným pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Laboratoře musí být schopny prokázat, že mají zavedeny vlastní interní postupy řízení jakosti. Příklady těchto postupů jsou uvedeny v Pokynech ISO/AOAC/IUPAC pro interní řízení jakosti v chemických analytických laboratořích ⁽²⁾.

Pokud je to možné, je třeba odhadnout správnost stanovení analýzou vhodného certifikovaného referenčního materiálu.

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

⁽²⁾ „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories“ vyd. M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.

▼ B

C.2. PŘÍPRAVA VZORKU

C.2.1. Předběžná opatření a všeobecné zásady

Základním požadavkem je získat reprezentativní a homogenní laboratorní vzorek, aniž by došlo k sekundární kontaminaci.

Veškerý materiál vzorku obdržený laboratoří bude použit k přípravě laboratorního vzorku.

Dodržení maximálních limitů stanovených v nařízení (ES) č. 1881/2006 se určuje na základě množství zjištěného v laboratorních vzorcích.

C.2.2. Specifické postupy přípravy vzorku

C.2.2.1. Specifické postupy pro olovo, kadmium, rtuť a anorganický cín

Analytik musí zajistit, aby při přípravě vzorků nedošlo k jejich kontaminaci. Pokud to bude možné, přístroje a pomůcky přicházející do styku se vzorkem nebudou obsahovat kovy, jejichž přítomnost se zjišťuje, a budou vyrobeny z inertních materiálů, např. z plastů jako polypropylen, polytetrafluorethylenu (PTFE) atd. Tyto by měly být vyčištěny kyselinou, aby se minimalizovalo riziko kontaminace. Rezné nástroje mohou být z vysoce kvalitní korozivzdorné oceli.

▼ M1

Existuje mnoho uspokojivých specifických postupů přípravy vzorku, které mohou být pro zkoumané produkty použity. Pro aspekty, které toto nařízení specificky neupravuje, se norma CEN „Potraviny – Stanovení stopových prvků – Pracovní charakteristiky, obecné požadavky a příprava vzorků“⁽¹⁾ ukázala jako uspokojivá, ale i jiné metody přípravy vzorků mohou být stejně validní.

▼ B

V případě anorganického cínu je třeba věnovat pozornost tomu, aby byl veškerý materiál převeden do roztoku, protože je známo, že snadno dochází ke ztrátám, obzvláště kvůli hydrolyze na nerozpustné hydrátované oxidy čtyřmocného cínu.

▼ M1

C.2.2.2. Specifické postupy pro polycyklické aromatické uhlovodíky

Analytik musí zajistit, aby při přípravě vzorků nedošlo k jejich kontaminaci. Nádoby musí být před použitím vypláchnuty acetonem nebo hexanem vysoké čistoty, aby se minimalizovalo riziko kontaminace. Přístroje a pomůcky přicházející do styku se vzorkem musí být pokud možno vyrobeny z inertních materiálů, např. z hliníku, ze skla nebo leštěné korozivzdorné oceli. Nelze používat plasty, jako například polypropylen nebo PTFE, protože analyty se mohou do těchto materiálů adsorbovat.

▼ B

C.2.3. Zpracování vzorku obdrženého laboratoří

Celý souhrnný vzorek se (podle potřeby) jemně rozemele a důkladně promísí postupem, u něhož je prokázáno, že jím lze dosáhnout úplné homogenizace.

⁽¹⁾ EN 13804:2002, „Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation“, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brusel.

▼ B**C.2.4. Vzorky pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku, obhajoby nebo rozhodčího zkoušení**

Vzorky pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku, obhajoby nebo pro rozhodčí účely se odeberou z homogenizovaného materiálu, pokud tento postup není v rozporu s předpisy o odběru vzorků členských států týkajícími se práv provozovatele potravinářského podniku.

C.3. METODY ANALÝZY**C.3.1. Definice**

Použijí se tyto definice:

„ r “ = opakovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek opakovatelnosti (tj. stejný vzorek, tentýž pracovník, tatáž aparatura, tatáž laboratoř, stanoveno krátce po sobě), tedy $r = 2,8 \times s_r$;

„ s_r “ = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti;

„ RSD_r “ = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$;

„ R “ = reprodukovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek reprodukovatelnosti (tj. hodnota pro stejný materiál získaná pracovníky různých laboratoří za použití standardizované zkušební metody); $R = 2,8 \times s_R$;

„ s_R “ = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků za podmínek reprodukovatelnosti;

„ RSD_R “ = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků za podmínek reprodukovatelnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$;

„ LOD “ = mez detekce, nejmenší měřitelný obsah, z něhož je možné usuzovat na přítomnost analytu s rozumnou mírou statistické jistoty. Detekční limit je číselně shodný s trojnásobkem směrodatné odchylky v průměru slepých zkoušek ($n > 20$);

„ LOQ “ = mez stanovitelnosti, nejnižší obsah analytu, který může být měřen s rozumnou mírou statistické jistoty. Jestliže jsou správnost a přesnost konstantní při koncentracích v okolí limitu detekce, potom mez stanovitelnosti je číselně rovna šestinásobku nebo desetinásobku směrodatné odchylky v průměru slepých zkoušek ($n > 20$);

▼ M1

„ $HORRAT$ (1) $_r$ “ = zjištěná hodnota RSD_r dělená hodnotou RSD_r odvozenou z (upravené) Horwitzovy rovnice (2) (srov. bod C.3.3.1 („Poznámky k pracovním charakteristikám“)) za předpokladu $r = 0,66 R$;

(1) Horwitz W. a Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095–1109.

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

▼ M1

„HORRAT ⁽¹⁾_R“ = zjištěná hodnota RSD_R dělená hodnotou RSD_R odvozenou z (upravené) Horwitzovy rovnice ⁽²⁾ (srov. bod C.3.3.1 („Poznámky k pracovním charakteristikám“));

„u“ = kombinovaná standardní nejistota měření získaná použitím individuálních standardních nejistot měření přidružených ke vstupním veličinám v modelu měření ⁽³⁾;

▼ B

„U“ = rozšířená nejistota měření za použití faktoru pokrytí 2, který odpovídá úrovni spolehlivosti přibližně 95 % ($U = 2u$);

„U_f“ = maximální standardní nejistota měření.

▼ M1**C.3.2. Obecné požadavky**

Metody analýzy použité pro účely kontroly potravin musí být v souladu s ustanoveními přílohy III nařízení (ES) č. 882/2004.

Metody pro analýzu celkového obsahu cínu jsou vhodné pro úřední kontrolu obsahu anorganického cínu.

Pro analýzu olova ve víně platí metody a pravidla stanovené OIV ⁽⁴⁾ v souladu s článkem 31 nařízení Rady (ES) č. 479/2008 ⁽⁵⁾.

▼ B**C.3.3. Zvláštní požadavky****▼ M1****C.3.3.1. Pracovní charakteristiky**

Nejsou-li na úrovni Evropské unie předepsány žádné specifické metody pro stanovení kontaminujících látek v potravinách, mohou laboratoře zvolit jakoukoli validovanou metodu analýzy pro příslušnou matici za předpokladu, že zvolená metoda splňuje zvláštní pracovní charakteristiky uvedené v tabulkách 5, 6 a 7.

Doporučuje se, aby byly používány plně validované metody (tj. metody pro příslušnou matici validované mezilaboratorní zkouškou), jsou-li vhodné a dostupné. Lze také použít další vhodné validované metody (např. interně validované metody pro příslušnou matici) za předpokladu, že splňují pracovní charakteristiky uvedené v tabulkách 5, 6 a 7.

⁽¹⁾ Horwitz W. a Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095–1109.

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

⁽³⁾ Mezinárodní metrologický slovník – Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM), JCGM 200:2008.

⁽⁴⁾ Mezinárodní organizace pro révu a víno (Organisation internationale de la vigne et du vin).

⁽⁵⁾ Nařízení Rady (ES) č. 479/2008 ze dne 29. dubna 2008 o společné organizaci trhu s vínem, o změně nařízení (ES) č. 1493/1999, (ES) č. 1782/2003, (ES) č. 1290/2005 a (ES) č. 3/2008 a o zrušení nařízení (EHS) č. 2392/86 a (ES) č. 1493/1999 (Úř. věst. L 148, 6.6.2008, s. 1).

▼ **M1**

Pokud je to možné, při validaci interně validovaných metod musí být použit certifikovaný referenční materiál.

- a) Pracovní charakteristiky metod analýzy pro olovo, kadmium, rtuť a anorganický cín

Tabulka 5

Parametr	Charakteristika		
Použitelnost	Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. 1881/2006		
Specifičnost	Bez matricových nebo spektrálních interferencí		
Opakovatelnost (RSD _T)	HORRAT _T méně než 2		
Reprodukovatelnost (RSD _R)	HORRAT _R méně než 2		
Výtěžnost	Použijí se ustanovení bodu D.1.2		
	Anorganický cín	Olovo, kadmium, rtuť	
		ML je < 0,100 mg/kg	ML je ≥ 0,100 mg/kg
LOD	≤ 5 mg/kg	≤ jedna pětina ML	≤ jedna desetina ML
LOQ	≤ 10 mg/kg	≤ jedna pětina ML	≤ jedna pětina ML

- b) Pracovní charakteristiky metod analýzy pro 3-MCPD

Tabulka 6

Parametr	Charakteristika
Použitelnost	Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. 1881/2006
Specifičnost	Bez matricových nebo spektrálních interferencí
Prázdná kolonka	Méně než LOD
Opakovatelnost (RSD _T)	0,66krát RSD _R , jak je odvozeno z (upravené) Horwitzovy rovnice
Reprodukovatelnost (RSD _R)	Jak je odvozeno z (upravené) Horwitzovy rovnice
Výtěžnost	75–110 %
LOD	≤ 5 µg/kg (na bázi sušiny)
LOQ	≤ 10 µg/kg (na bázi sušiny)

- c) Pracovní charakteristiky metod analýzy pro polycyklické aromatické uhlovodíky

Čtyři polycyklické aromatické uhlovodíky, na které se tyto charakteristiky vztahují, jsou benzo[*a*]pyren, benzo[*a*]anthracen, benzo[*b*]fluoranthen a chrysen.

▼ **M1**

Tabulka 7

Parametr	Charakteristika
Použitelnost	Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. 1881/2006
Specifičnost	Bez matricových nebo spektrálních interferencí, ověření pozitivní detekce
Opakovatelnost (RSD _T)	HORRAT _T méně než 2
Reprodukovatelnost (RSD _R)	HORRAT _R méně než 2
Výtěžnost	50–120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg pro každou ze čtyř látek
LOQ	≤ 0,90 µg/kg pro každou ze čtyř látek

d) Poznámky k pracovním charakteristikám:

Horwitzova rovnice ⁽¹⁾ (pro koncentrace $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) a upravená Horwitzova rovnice ⁽²⁾ (pro koncentrace $C < 1,2 \times 10^{-7}$) jsou zobecněné rovnice pro přesnost, které nejsou u většiny běžných metod analýzy závislé na analytu a matrici, ale pouze na koncentraci.

Upravená Horwitzova rovnice pro koncentrace $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

kde:

— RSD_R je relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C je poměr koncentrací (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Upravená Horwitzova rovnice platí pro koncentrace $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Horwitzova rovnice pro koncentrace $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

kde:

— RSD_R je relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C je poměr koncentrací (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Horwitzova rovnice platí pro koncentrace $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

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

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

▼ M1

C.3.3.2. Přístup založený na vhodnosti pro daný účel

U interně validovaných metod může být k hodnocení jejich vhodnosti pro úřední kontrolu jako alternativa použit přístup založený na vhodnosti pro daný účel⁽¹⁾. Metody vhodné pro úřední kontrolu musí poskytovat výsledky s kombinovanou standardní nejistotou měření (u) menší, než je maximální standardní nejistota měření vypočítaná pomocí následující rovnice:

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

kde:

- U_f je maximální standardní nejistota měření ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD je mez detekce metody ($\mu\text{g}/\text{kg}$). LOD musí splňovat pracovní charakteristiky stanovené v bodě C.3.3.1 pro příslušnou koncentraci,
- C je příslušná koncentrace ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- α je číselný faktor používaný v závislosti na hodnotě C . Hodnoty, které mají být použity, jsou uvedeny v tabulce 8.

Tabulka 8

Číselné hodnoty konstanty α závisící na příslušné koncentraci použitelné v rovnici uvedené v tomto bodě

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

Analytik vezme na vědomí „Zprávu o vztahu mezi výsledky analýz, nejistotou měření, faktory výtěžnosti a ustanoveními právních předpisů EU týkajícími se potravin a krmiv“⁽²⁾.

▼ B

ČÁST D

PODÁVÁNÍ ZPRÁV A INTERPRETACE VÝSLEDKŮ

D.1. PODÁVÁNÍ ZPRÁV

D.1.1. Vyjádření výsledků

Výsledky se vyjádří ve stejných jednotkách a stejným počtem platných číslic, jako maximální limity stanovené v nařízení (ES) č. 1881/2006.

D.1.2. Výpočet výtěžnosti

Pokud je v metodě analýzy použita extrakce, analytický výsledek se zkoriguje na výtěžnost. V tomto případě musí být uvedena hodnota výtěžnosti.

⁽¹⁾ M. Thompson a R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, s. 10 a 471–478.

⁽²⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼ M1

Pokud v metodě analýzy není použita extrakce (např. u kovů), výsledek může být uveden nekorigovaný na výtěžnost, pokud je doloženo, nejlépe využitím vhodného certifikovaného referenčního materiálu, že bylo dosaženo certifikované koncentrace beroucí v úvahu nejistotu měření (tzn. vysoká přesnost měření) a metoda tedy není ovlivněna chybou správnosti. Pokud je výsledek uváděn nekorigovaný na výtěžnost, je třeba toto uvést.

▼ B**D.1.3. Nejistota měření**

Analytický výsledek se oznámí ve tvaru „ $x \pm U$ “, kde x je výsledek analýzy a U je rozšířená nejistota měření, přičemž se použije faktor pokrytí 2, který odpovídá hladině spolehlivosti přibližně 95 % ($U = 2u$).

▼ M1

Analytik vezme na vědomí „Zprávu o vztahu mezi výsledky analýz, nejistotou měření, faktory výtěžnosti a ustanoveními právních předpisů EU týkajících se potravin a krmiv“⁽¹⁾.

▼ B**D.2. INTERPRETACE VÝSLEDKŮ****D.2.1. Přijetí šarže/části šarže**

Šarže nebo část šarže se přijme, nepřekračuje-li výsledek analýzy laboratorního vzorku příslušný maximální limit stanovený v nařízení (ES) č. 1881/2006, přičemž se zohlední rozšířená nejistota měření a také korekce na výtěžnost, pokud byla v metodě analýzy použita extrakce.

D.2.2. Zamítnutí šarže/části šarže

Šarže nebo část šarže se zamítne, je-li nepochybné, že výsledek analýzy laboratorního vzorku překračuje příslušný maximální limit stanovený v nařízení (ES) č. 1881/2006, přičemž se zohlední rozšířená nejistota měření a také korekce výsledku na výtěžnost, pokud byla v metodě analýzy použita extrakce.

D.2.3. Použitelnost

Uvedená pravidla interpretace se použijí pro analytické výsledky získané u vzorků pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku. U analýz pro účely obhajoby nebo rozhodčího zkoušení se použijí vnitrostátní pravidla.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analyses_2004_en.pdf