

Uradni list RS, št. 108/2002 z dne 12. 12. 2002

5323. Pravilnik o postopkih vzorčenja in analitskih metodah za določanje vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3 MCPD v živilih, stran 12942.

Na podlagi petega odstavka 16. člena zakona o zdravstveni ustreznosti živil in izdelkov ter snovi, ki prihajajo v stik z živil (Uradni list RS, št. 52/00 in 42/02), izdajata minister za zdravje in minister za kmetijstvo, gozdarstvo in prehrano

P R A V I L N I K

o postopkih vzorčenja in analitskih metodah za določanje vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih

1. člen

Ta pravilnik določa postopke vzorčenja živil in analitske metode, vključno s pripravo vzorca, s katerimi se pri opravljanju uradnega nadzora določa vsebnost svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih.

2. člen

Postopki vzorčenja morajo biti v skladu z zahtevami iz Priloge 1, ki je sestavni del tega pravilnika. Analitske metode morajo biti v skladu z zahtevami iz Priloge 2, ki je sestavni del tega pravilnika.

3. člen

Ta pravilnik začne veljati petnajsti dan po objavi v Uradnem listu Republike Slovenije.

Št. 220-28/2002

Ljubljana, dne 8. novembra 2002.

prof. dr. Dušan Keber, dr. med. l.

r.

Minister

za zdravje

mag. Franc But, univ. dipl. inž. l. r.

Minister

za kmetijstvo,

gozdarstvo in prehrano

PRILOGA I

POSTOPKI VZORČENJA ZA DOLOČITEV VSEBNOSTI SVINCA, KADMIJA, ŽIVEGA SREBRA IN 3-MCPD V ŽIVILIH

1. Namen in področje uporabe

Vzorčenje živil, ki je namenjeno ugotavljanju vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD, mora potekati v skladu s spodaj predpisanimi metodami.

Po teh postopkih pridobljeni sestavljeni vzorci in laboratorijski vzorci reprezentativno predstavljajo celotno pošiljko živila.

Skladnost z zgornjimi mejnimi vrednostmi (v nadaljnjem besedilu: ZMV) svinca, kadmija živega srebra in 3-MCPD v živilih, predpisanimi s posebnim predpisom, se določa v laboratorijskih vzorcih.

2. Definicije

Pošiljka celokupna količina živila, ki je prispela istočasno in ima enake lastnosti (vsaj po enem kriteriju) kot so npr.: poreklo oziroma proizvajalec, sorta oziroma vrsta, dobavitelj, embalažni material, oznake.

Podpošiljka Prepoznaven del večje pošiljke, v katerem se izvaja vzorčenje. Vsaka podpošiljka mora biti fizično ločena od preostalega dela pošiljke in prepoznavna.

Posamezni vzorec (v nadaljnjem besedilu: vzorec) najmanjši vzeti del celotne količine serije pošiljke ali podpošiljke

Sestavljeni vzorec vzorec, sestavljen iz več posameznih vzorcev, odvzetih iz pošiljke ali podpošiljke

Laboratorijski vzorec vzorec, poslan na analizo v laboratorij

3. Splošne določbe

3.1. Osebje

Vzorčenje izvajata zdravstveni inšpektor in uradni veterinar, v skladu s svojimi pristojnostmi.

3.2. Material za vzorčenje

Vsaka pošiljka, namenjena pregledu, mora biti vzorčena posebej.

3.3. Ukrepi, ki jih je potrebno upoštevati

Med vzorčenjem in pripravo laboratorijskih vzorcev je potrebno paziti, da ne pride do sprememb, ki bi lahko vplivale na vsebnost svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD in motile analitsko določitev ali bi lahko povzročile nereprezentativnost vzorcev.

3.4. Vzorci

Če je le mogoče, je potrebno vzorce odvzeti na različnih mestih, razporejenih v celotni pošiljki ali podpošiljki. Vsako odstopanje od tega postopka je potrebno evidentirati na način, predviden v točki 3.8 te priloge.

3.5. Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec naj tehta vsaj 1 kg, razen v primerih, ko iz praktičnih razlogov to ni smiselno (npr. če vzorčimo eno samo embalažno enoto).

3.6. Shranjevanje in prevoz sestavljenih laboratorijskih vzorcev

Vsak sestavljeni in laboratorijski vzorec je potrebno hraniti v čisti inerti embalaži, ki omogoča ustrezno zaščito pred kontaminacijo, izgubo analitov z adsorbcijo na notranje stene embalaže in pred poškodbami pri prevozu. Upoštevati je potrebno vse previdnostne ukrepe, da se prepreči sprememba sestave sestavljenih in laboratorijskih vzorcev med transportom ali skladiščenjem.

3.7. Zapiranje in označevanje sestavljenih in laboratorijskih vzorcev

Vsak odvzet vzorec se zapečati na mestu vzorčenja in označi v skladu s postopkom izvajanja uradnega nadzora.

O vsakem vzorčenju je potrebno voditi zapisnik, pri čemer je potrebno vsako pošiljko jasno označiti, navesti datum in kraj odvzema ter vse dodatne informacije, ki so lahko analitiku v pomoč.

4. Načrt vzorčenja

Vzorčenje se izvaja v točki, kjer živilo vstopa v prehransko verigo in je posamezno pošiljko možno opredeliti. Z uporabljenim postopkom vzorčenja je potrebno zagotoviti, da je sestavljeni vzorec reprezentativen del preiskusene pošiljke.

4.1. Število vzorcev

Pri tekočih proizvodih, kjer se lahko predpostavi, da je kontaminant v pošiljki razporejen homogeno, zadostuje odvzem enega vzorca na pošiljko. Ta vzorec je istočasno tudi sestavljeni vzorec. Številko te pošiljke je potrebno zabeležiti. Proizvode, ki vsebujejo hidrolizirane rastlinske proteine (HVP) ali tekočo sojino omako, je potrebno pred odvzemom vzorca dobro pretresti ali homogenizirati na drug ustrezen način.

Za druge proizvode je število vzorcev iz ene pošiljke navedeno v Tabeli 1 te priloge. Vzorci morajo imeti enako težo.

Odstopanje od tega postopka je potrebno evidentirati, kot je predvideno v točki 3.7. te priloge.

Tabela 1: Najmanjše število vzorcev na pošiljko

Masa pošiljke (kg)	Najmanjše število vzorcev
< 50	3
50 do 500	5
> 500	10

Tabela 2: Število embalažnih enot (vzorcev), ki jih je treba odvzeti za pripravo sestavljenega vzorca v primeru, da pošiljko sestavljajo posamezne embalažne enote

Število embalažnih enot ali primerkov v pošiljki	Število embalažnih enot ali primerkov za odvzem
1 do 25	1 embalažna enota ali primerek
26 do 100	Okrog 5% ali vsaj 2 embalažni enoti
> 100	ali primerka
	Okrog 5% ali vsaj 10 embalažnih enot ali primerkov

5. Skladnost pošiljke ali podpošiljke s specifikacijo

Preskusni laboratorij laboratorijski vzorec analizira z vsaj dvema neodvisnima analizama in izračuna povprečje rezultatov. Pošiljka je sprejemljiva, če je povprečje vsebnosti posameznega analita v skladu z zgornjo mejno vrednostjo, določeno v posebnem predpisu. Pošiljka je nesprejemljiva in se zavrne, če srednja vrednost presega mejno vrednost, določeno v posebnem predpisu.

PRIPRAVA VZORCA IN ZAHTEVE ZA METODE
PRESKUŠANJA VSEBNOSTI SVINCA, KADMIJA, ŽIVEGA
SREBRA IN 3-MCPD V ŽIVILIH ZA POTREBE URADNEGA
NADZORA

1. Uvod

Osnovna zahteva je pridobitev reprezentativnega in homogenega laboratorijskega vzorca brez možnosti sekundarne kontaminacije.

2. Specifični postopki priprave vzorca za svinec, kadmij in živo srebro

Obstaja več primernih specifičnih postopkov za pripravo vzorcev, ki se lahko uporabljajo za obravnavane proizvode. Postopki, opisani v predlogu standarda prEN 13804, so primerni, lahko pa se uporabljajo tudi drugi primerni postopki.

Pri vseh uporabljenih postopkih je treba upoštevati naslednje:

- mehkužci, raki in majhne ribe: če se jedo celi, je potrebno pri homogenizaciji vzorca za preskušanje zajeti tudi drobovje,
- vrtnine (zelenjava): analizirajo se le užitni deli.

3. Metoda preskušanja, ki jo uporablja laboratorij in zahteve za kontrolo kakovosti

3.1. Definicije

Laboratorij mora pri metodi preskušanja upoštevati naslednje zahteve:

r (b) Meja ponovljivosti, vrednost, manjša ali enaka absolutni razliki dveh rezultatov, dobljenih pod ponovljivimi pogoji (npr. isti vzorec, isti operator, ista naprava, isti laboratorij in kratek časovni razmak) za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95%, torej $r = 2,8 * sr$.

sr (b) standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti

RSDr (b) relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(sr/x) * 100]$, kjer je x povprečje rezultatov vseh vzorcev, dobljenih pri pogojih ponovljivosti

R(b) Meja obnovljivosti, vrednost, manjša ali enaka absolutni razliki dveh rezultatov, dobljenih pod pogoji obnovljivosti (npr. identični vzorec, v različnih laboratorijih, z različnimi izvajalci, z uporabo različne metode) za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95%; $R = 2,8 * sR$.

sR (b) standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti

RSDR (b) relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $\hat{S}(sR/x) \times 100$],], kjer je x povprečje rezultatov vseh vzorcev dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

HORRATr ugotovljeni RSDr, deljen z vrednostjo, ocenjeno s Horwitzovo enačbo, s predpostavko $r = 0,66 * R$

HORRATR ugotovljena vrednost RSDR, deljena z vrednostjo RSDr, izračunano iz Horwitzove enačbe (c).

3.2. Splošne zahteve

Metode preskušanja za nadzor nad živili morajo biti, kjer je le mogoče, v skladu s standardom SIST EN ISO/IEC 17025.

3.3. Specifične zahteve

3.3.1. Določitev svinca, kadmija in živega srebra

Specifične metode za določitev vsebnosti svinca, kadmija in živega srebra niso predpisane. Laboratoriji naj uporabljajo validirane metode, ki izpolnjujejo zahteve iz Tabele 3. Validacija naj vključuje uporabo certificiranega referenčnega materiala, ki se uporablja kot preskusni material v medlaboratorijskih preskušanjih.

Tabela 3: Minimalne zahteve za analitske metode za svinec, kadmij in živo srebro

Parameter	Vrednost/opomba
Uporaba	Živila, ki jih opredeljujejo predpisi, ki urejajo živila rastlinskega in živalskega izvora.

Meja zaznavnosti Ne več kot desetina vrednosti specifikacije iz predpisa o kontaminantih v živilih rastlinskega in živalskega

izvora, razen če je vrednost specifikacije za svinec manj kot 0,1 mg/kg; za slednje ne več kot ena petina vrednosti specifikacije.

Meja določanja Ne več kot ena petina vrednosti specifikacije iz predpisa o kontaminantih v živilih razen, če je vrednost specifikacije za svinec manj kot 0,1 mg/kg; za slednje ne več kot dve petini vrednosti specifikacije.

Natančnost Vrednost HORRATr ali HORRATR mora biti manjša kot 1,5.

Izkoristek 80-120% (ali kot je navedeno v posameznih medlaboratorijskih primerjalnih shemah)

Specifičnost Brez matričnih ali spektralnih intereferenc

3.3.2. Določitev vsebnosti 3-MCPD

Specifične metode za določitev vsebnosti 3-MCPD niso predpisane. Laboratoriji naj uporabljajo validirane metode, ki izpolnjujejo zahteve iz Tabele 4 te priloge. Validacija naj vključuje uporabo certificiranih referenčnih materialov in sodelovanje v večjem številu medlaboratorijskih preskušanj.

Tabela 4: Minimalne zahteve za metodo določitve vsebnosti 3-MCPD

Parameter	Priporočena vrednost	Koncentracija
Terenski slepi vzorec	manj kot meja zaznavnosti -	
Izkoristek	75-110%	Vse
Meja določljivosti	10 (ali manj) +g/kg izraženo na suho snov	-
Standardni odmik signala za terenski slepi vzorec	Manj kot 4 /kg -	
Hišne ocene natančnosti	< 4 mikrogram/kg	20 mikrogram/kg
- standardni odmik	< 6 mikrogram/kg	30 mikrogram/kg
ponovljenih	< 7 mikrogram/kg	40 mikrogram/kg
meritev pri različnih	< 8 mikrogram/kg	50 mikrogram/kg
koncentracijah	< 15 mikrogram/kg	100 mikrogram/kg

3.4. Ocena pravilnosti rezultata, dobljenega z uporabljen metodo preskušanja in izračun izkoristka

Kjer je mogoče, se pravilnost rezultata oceni z uporabo ustreznih certificiranih referenčnih materialov.

Upoštevajo naj se priporočila ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement (e).

Rezultat se lahko izrazi brez ali z upoštevanjem izkoristka. Pri izražanju rezultata je potrebno navesti, ali je pri izračunu upoštevan izkoristek ali ne. Navesti je potrebno tudi vrednost izkoristka.

3.5. Laboratorijski standardi kakovosti

3.5.1 Laboratorijski standardi kakovosti

Laboratoriji morajo izpolnjevati zahteve SIST EN ISO/IEC 17025

3.6. Izražanje rezultatov

Rezultati se izražajo v enakih enotah, kot so predpisane zgornje mejne vrednosti (ZMV) v posebnem predpisu, ki ureja kontaminante v živilih.
