

PRIPRAVA VZORCA IN ZAHTEVE ZA ANALITSKE METODE, KI SE UPORABLJAJO ZA URADNI NADZOR NAD VSEBNOSTJO SVINCA, KADMIJA, ŽIVEGA SREBRA IN 3-MCPD

1. Uvod

Osnovna zahteva je pridobitev reprezentativnega in homogenega laboratorijskega vzorca, ne da bi prišlo do sekundarnega onesnaženja.

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 CEN "Živila – Kvantitativno določanje elementov v sledeh – Izvedbena merila in splošna obravnava"^(a), so primerni, lahko pa se uporabljajo tudi drugi ustrezni postopki.

Pri vseh uporabljenih postopkih se upošteva naslednje:

– mehkužci, raki in majhne ribe: če se jedo celi, se za analizo zajame tudi drobovje,

– vrtnine: analizirajo se le užitni deli, pri čemer se upoštevajo zahteve Uredbe Komisije (ES) št. 466/2001.

3. Analitska metoda, ki jo uporablja laboratorij in zahteve za kontrolo kakovosti

3.1 Opredelitev pojmov

Laboratorij mora glede metod upoštevati:

r = meja ponovljivosti, vrednost manjša ali enaka absolutni razliki dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod ponovljivimi pogoji (t. j. isti vzorec, isti analitik, ista aparatura, isti laboratorij in kratek časovni razmik), za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95 % in zato je $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.

RSD_r = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, pri čemer je $\bar{x}$ povprečje rezultatov vseh vzorcev, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.

R = meja obnovljivosti, vrednost manjša ali enaka absolutni razliki dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod pogoji obnovljivosti (npr. identični material, različni izvajalci, različni laboratoriji, z uporabo različne metode), za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95 % in zato je $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

RSD_R = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$; pri čemer je $\bar{x}$ povprečje rezultatov vseh vzorcev, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

$HORRAT_r$ = ugotovljeni RSD_r , deljen z vrednostjo RSD_r , ki je ocenjena s Horowitzovo enačbo^(b), s predpostavko, da je $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = ugotovljena vrednost RSD_R , deljena z vrednostjo RSD_R , izračunano iz Horowitzove enačbe.

3.2 Splošne zahteve

Analitske metode, ki se uporabljajo v okviru uradnega zdravstvenega nadzora nad žvili, morajo biti v skladu z merili iz 1. in 2. točke priloge predpisa, ki ureja uradni zdravstveni nadzor nad žvili.

Za analizo svinca v vinu se uporabi metoda Skupnosti za analizo vina, ki je določena v 35. poglavju priloge Uredbe Komisije (EGS) št. 2676/90 z dne 17. septembra 1990 o določitvi metod Skupnosti za analizo vin (UL L št. 272 z dne 3.10.1990, z vsemi spremembami).

3.3 Specifične zahteve

3.3.1 Določitev vsebnosti 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 preglednice 3 te točke. Validacija naj vključuje uporabo certificiranih referenčnih materialov in sodelovanje v večjem številu medlaboratorijskih preskušanj.

Preglednica 3: Minimalne zahteve za analitske metode za določitev vsebnosti svinca, kadmija in živega srebra

Parameter	Vrednost/opomba
Uporaba	Živila, navedena v Uredbi Komisije (ES) št. 466/2001
Meja detekcije	Ne več kakor desetina vrednosti specifikacije iz Uredbe Komisije (ES) št. 466/2001, razen če je vrednost specifikacije za svinec manj kakor 0,1 mg/kg. Za slednje ne več kakor ena petina vrednosti specifikacije
Meja določanja	Ne več kakor ena petina vrednosti specifikacije iz Uredbe Komisije (ES) št. 466/2001, razen če je vrednost specifikacije za svinec manj kakor 0,1 mg/kg. Za slednje ne več kakor dve petini vrednosti specifikacije
Natančnost	Vrednosti $HORRAT_r$ ali $HORRAT_R$ manj kakor 1,5 v medlaboratorijskih primerjalnih shemah
Izkoristek	80-120 % (kakor je navedeno v medlaboratorijskih primerjalnih shemah)
Specifičnost	Brez matričnih ali spektralnih interferenc

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 preglednice 4^(c). Validacija naj vključuje uporabo certificiranih referenčnih materialov in sodelovanje v večjem številu medlaboratorijskih preskušanj.

Preglednica 4: Zahteve za analitske metode za določitev vsebnosti 3-MCPD

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

3.4 Ocena pravilnosti rezultata in izračun izkoristka

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

Upoštevajo naj se priporočila "Harmonizirane smernice za uporabo podatkov izkoristka pri analitskih meritvah"^(d), ki jih je pripravil IUPAC/ISO/AOAC. Pri izražanju rezultata je treba navesti, ali je pri izračunu upoštevan izkoristek ali ne.

3.5 Standardi kakovosti za laboratorije

Laboratoriji za določanje vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih morajo biti v skladu z zahtevami iz predpisa, ki ureja uradni zdravstveni nadzor nad živili.

Laboratoriji za določanje vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih živalskega izvora, v okviru uradnega nadzora iz 3. točke prvega odstavka 16. člena Zakona o zdravstveni ustreznosti živil in izdelkov ter snovi, ki prihajajo v stik z živili, morajo biti v skladu z zahtevami iz predpisa o pogojih, ki jih morajo izpolnjevati Nacionalni veterinarski inštitut in pooblaščen laboratoriji ter o postopku ugotavljanja izpolnjevanja pogojev.

3.6 Izražanje rezultatov

Rezultati se izražajo v enakih enotah kakor mejne vrednosti, določene v Uredbi Komisije (ES) št. 466/2001.

Viri

(a) Draft Standard prEN 13804, "Foodstuffs – Determination of Trace Elements – Performance Criteria and General Considerations", CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.

(b) W Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", Anal. Chem., 1982, No 54, 67A-76A.

(c) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (also available as "Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods").

(d) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, No 71, 337-348."