

## 9

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ZDROWIA<sup>1)</sup>

z dnia 22 grudnia 2004 r.

**zmieniające rozporządzenie w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności**

Na podstawie art. 9 ust. 4a ustawy z dnia 11 maja 2001 r. o warunkach zdrowotnych żywności i żywienia (Dz. U. Nr 63, poz. 634, z późn. zm.<sup>2)</sup>) zarządza się, co następuje:

§ 1. W rozporządzeniu Ministra Zdrowia z dnia 30 kwietnia 2004 r. w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności (Dz. U. Nr 120, poz. 1257) wprowadza się następujące zmiany:

1) odnośnik nr 2 otrzymuje brzmienie:

„<sup>2)</sup> Rozporządzenie wdraża postanowienia:

w § 2 ust. 2 i załączniku nr 1 do rozporządzenia:

a) rozdziału V część druga pkt 3 lit. Ab dyrektywy Rady Nr 91/493/EWG z dnia 22 lipca 1991 r. ustanawiającej warunki zdrowotne dotyczące produkcji i wprowadzania do obrotu produktów rybołówstwa — w zakresie

maksymalnych poziomów histaminy (Dz. Urz. WE L 268 z 24.09.1991),

b) dyrektywy Komisji 2001/22/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001),

w załączniku nr 2 do rozporządzenia:

c) dyrektywy Komisji 2002/26/WE z dnia 13 marca 2002 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002),

d) dyrektywy Komisji 2004/43/WE z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE i dyrektywę 2002/26/WE w odniesieniu do metod pobierania próbek oraz metod analiz do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyny i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci,

w załączniku nr 3 do rozporządzenia:

e) dyrektywy Komisji Nr 98/53/WE z dnia 16 lipca 1998 r. określającej metody pobierania próbek i metody analiz dla celów oficjalnej kontroli poziomów wybranych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 201 z 17.07.1998),

f) dyrektywy Komisji 2002/27/WE z dnia 13 marca 2002 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/EC ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analizy poziomu niektó-

<sup>1)</sup> Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej — zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 11 czerwca 2004 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. Nr 134, poz. 1439).

<sup>2)</sup> Zmiany wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2001 r. Nr 128, poz. 1408, z 2002 r. Nr 135, poz. 1145 i Nr 166, poz. 1362, z 2003 r. Nr 52, poz. 450, Nr 122, poz. 1144, Nr 130, poz. 1187, Nr 199, poz. 1938 i Nr 208, poz. 2020 oraz z 2004 r. Nr 33, poz. 288 i Nr 96, poz. 959.

rych zanieczyszczeń w urzędowej kontroli żywności (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002),

- g) dyrektywy Komisji 2003/121/WE z dnia 15 grudnia 2003 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/EC ustanawiającą metody pobierania próbek oraz metody analizy poziomu niektórych zanieczyszczeń w urzędowej kontroli żywności (Dz. Urz. WE L 332 z 19.12.2003),
- h) dyrektywy Komisji 2004/43/WE z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniającej dyrektywę 98/53/WE i dyrektywę 2002/26/WE w odniesieniu do metod pobierania próbek oraz metod analiz do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyny i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci (Dz. Urz. WE L 113 z 20.04.2004),

w załączniku nr 4 do rozporządzenia:

- i) dyrektywy Komisji 2003/78/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. ustanawiającej metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 203 z 12.08.2003),

w załączniku nr 5 do rozporządzenia:

- j) dyrektywy Komisji 2004/16/WE z dnia 12 lutego 2004 r. ustanawiającej metody pobierania próbek oraz metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów cyny w żywności w puszkach (Dz. Urz. WE L 42 z 13.02.2004).”;

2) § 1 otrzymuje brzmienie:

„§ 1. Na wszystkich etapach produkcji i obrotu żywności zawartość zanieczyszczeń musi być utrzymywana na najniższym, możliwym do uzyskania poziomie przy zastosowaniu zasad dobrej praktyki produkcyjnej (GMP) oraz przestrzeganiu dobrej praktyki higienicznej (GHP), szczególnie w przypadku środków spożywczych specjalnego przeznaczenia żywieniowego.”;

3) w § 2 ust. 1 otrzymuje brzmienie:

„1. Zawartości zanieczyszczeń w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu żywności i napojach alkoholowych, przeznaczonych do obrotu lub do produkcji innych środków spożywczych, nie mogą przekraczać najwyższych dopuszczalnych poziomów ołowiu, kadmu, rtęci, cyny i 3-monochloropropan-1,2-diolu (3-MCPD), azotanów i azotynów, mikotoksyn: ochratoksyny A, aflatoksyn i patuliny, określonych w przepisach odrębnych<sup>4)</sup>.”;

4) odnośnik nr 4 otrzymuje brzmienie:

„<sup>4)</sup> Maksymalne poziomy zanieczyszczeń w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu żywności i napojach alkoholowych, przeznaczonych do obrotu

lub do produkcji innych środków spożywczych, określają:

- a) rozporządzenie Rady Nr 1576/89/EWG z dnia 29 maja 1989 r. ustanawiające ogólne zasady definiowania, opisu i prezentacji napojów spirytusowych, nowelizowane rozporządzeniem Rady Nr 3280/EWG z dnia 9 listopada 1992 r. i rozporządzeniem Rady Nr 3378/94/EWG z dnia 22 grudnia 1994 r. (Dz. Urz. WE L 160 z 12.06.1989),
- b) rozporządzenie Rady Nr 315/93/EWG z dnia 8 lutego 1993 r. określające obowiązujące w krajach Unii Europejskiej procedury dotyczące zanieczyszczeń żywności (Dz. Urz. WE L 37 z 13.02.1993),
- c) rozporządzenie Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalające maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001),
- d) rozporządzenie Komisji Nr 221/2002/WE z dnia 6 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 37 z 07.02.2002),
- e) rozporządzenie Komisji Nr 257/2002/WE z dnia 12 lutego 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 194/97 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych oraz rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 41 z 13.02.2002) w odniesieniu do aflatoksyn,
- f) rozporządzenie Komisji Nr 472/2002/WE z dnia 12 marca 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 75 z 16.03.2002) w odniesieniu do ochratoksyny A,
- g) rozporządzenie Komisji Nr 563/2002/WE z dnia 2 kwietnia 2002 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 ustalające najwyższe poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 86 z 03.04.2002),
- h) rozporządzenie Komisji Nr 1425/2003/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 w odniesieniu do patuliny (Dz. Urz. WE L 203 z 12.08.2003),
- i) rozporządzenie Komisji Nr 2174/2003/WE z dnia 12 grudnia 2003 r. zmieniające rozporządzenie (WE) Nr 466/2001 w odniesieniu do aflatoksyn (Dz. Urz. WE L 326 z 13.12.2003),
- j) rozporządzenie Komisji Nr 242/2004/WE z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniające rozporządzenie Nr 466/2001/WE w odniesieniu do cyny nieorganicznej w żywności (Dz. Urz. WE L 42 z 13.02.2004),

k) rozporządzenie Komisji Nr 455/2004/WE z dnia 11 marca 2004 r. zmieniające rozporządzenie 466/2001/WE w odniesieniu do patuliny (Dz. Urz. WE L 74 z 12.03.2004),

l) rozporządzenie Komisji Nr 683/2004/WE z dnia 13 kwietnia 2004 r. zmieniające rozporządzenie 466/2001/WE w odniesieniu do aflatoksyn i ochratoksyny A w żywności dla niemowląt i małych dzieci (Dz. Urz. WE L 74 z 12.03.2004).”;

5) po § 6 dodaje się § 6a w brzmieniu:

„§ 6a. Metody pobierania próbek oraz kryteria wyboru metod analitycznych stosowanych w urzędowej kontroli zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych określa załącznik nr 5 do rozporządzenia.”;

6) w załączniku nr 2 do rozporządzenia:

a) w części I:

— pkt 1 otrzymuje brzmienie:

#### „1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu ochratoksyny A w środkach spożywczych powinny być pobierane według niżej podanych zasad. Próbką zbiorczą otrzymana w niżej podany sposób powinna być w pełni reprezentatywna dla partii. Ocena zgodności z przyjętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, ze zm.) powinna być dokonana przez porównanie z wynikami uzyskanymi dla zbadanej próbki.”,

— pkt 4.6 otrzymuje brzmienie:

„4.6. Pobieranie próbek żywności przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci

Należy stosować zasady pobierania próbek zbóż i produktów zbożowych podane w pkt 4.5 niniejszego załącznika. Oznacza to, że liczba próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, wynosi od co najmniej 10 do nie więcej niż 100, tak jak podano w tabeli 2:

— masa próbki pierwotnej powinna wynosić około 100 gramów. W przypadku partii w opakowaniach detalicznych masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania detalicznego,

— masa próbki zbiorczej — 1 do 10 kg, wystarczająco wymieszanej.”,

— po pkt 4.6 dodaje się pkt 4.7 w brzmieniu:

„4.7. Pobieranie próbek z obrotu detalicznego

Pobieranie próbek z obrotu detalicznego należy wykonać, o ile to możliwe, zgodnie z zasadami podanymi powyżej. Jeżeli nie jest to możliwe, można zastosować inne, wydajne procedury pobierania próbek z obrotu detalicznego, zapewniając odpowiednią reprezentatywność dla ocenianej partii.”,

— pkt 5 otrzymuje brzmienie:

#### „5. Dopuszczenie partii lub podpartii

1) może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

2) nie może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.”,

b) w części II:

— pkt 2 otrzymuje brzmienie:

#### „2. Przygotowanie próbki do dostarczenia do laboratorium

Próbki należy drobno zmielić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

W przypadku gdy maksymalne poziomy dotyczą suchej masy, oznacza się ją w części zhomogenizowanej próbki, stosując procedurę, która zapewni dokładne oznaczenie suchej masy.”,

— pkt 4.4 otrzymuje brzmienie:

„4.4. Obliczenie odzysku i podawanie wyniku

Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane.

Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności (patrz pkt 5).

Wynik analizy powinien być podawany jako  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analizy, a  $U$  jest niepewnością pomiaru, przy zastosowaniu współczynnika 2 dla poziomu ufności około 95 %.”;

7) w załączniku nr 3 do rozporządzenia:

a) w części I:

— pkt 1 otrzymuje brzmienie:

#### „1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu aflatoksyn w środkach spożywczych powinny być pobierane zgodnie z podanymi niżej zasadami. Tak uzyskane próbki zbiorcze powinny być traktowane jako reprezentatywne dla partii.

Badania w kierunku zgodności z przyjętymi maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami podanymi w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanie-

czyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, ze zm.) powinny być wykonywane w próbkach laboratoryjnych uzyskanych w sposób podany poniżej.”,

— w pkt 4.3 tabela 1 otrzymuje brzmienie:

„Tabela 1

Liczba pobieranych próbek pierwotnych w zależności od masy partii

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
≤ 0,1	10
> 0,1 — ≤ 0,2	15
> 0,2 — ≤ 0,5	20
> 0,5 — ≤ 1,0	30
> 1,0 — ≤ 2,0	40
> 2,0 — ≤ 5,0	60
> 5,0 — ≤ 10,0	80
> 10,0 — ≤ 15,0	100”

— w pkt 5.1 tabela 2 otrzymuje brzmienie:

„Tabela 2

Zasady podziału partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (tony)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (kg)
Figi suszone i inne owoce suszone	≥ 15	15—30 ton	100	30
	< 15	—	10—100*	≤ 30
Orzechy arachidowe, pistacje, orzechy brazylijskie i inne orzechy	≥ 500	100 ton	100	30
	> 125 i < 500	5 podpartii	100	30
	≥ 15 i ≤ 125	25 ton	100	30
	< 15	—	10—100*	≤ 30
Zboża	≥ 1500	500 ton	100	30
	> 300 i < 1500	3 podpartie	100	30
	≥ 50 i ≤ 300	100 ton	100	30
	< 50	—	10—100*	1—10
Przyprawy	≥ 15	25 ton	100	10
	< 15	—	10—100*	1—10

\* W zależności od masy partii towaru — patrz pkt 4.3 lub 5.3.”,

— w pkt 5.2.1 ppkt 6 otrzymuje brzmienie:

„6. Jeżeli pobranie próbek według powyższych wskazań jest niemożliwe z powodu handlowych konsekwencji zniszczenia partii (np. użyte opakowanie lub środek transportu), może być zastosowana inna metoda pobierania próbek, pod warunkiem, że jest ona tak reprezentatywna jak to możliwe oraz w pełni opisana i udokumentowana.”,

kiem, że jest ona tak reprezentatywna jak to możliwe oraz w pełni opisana i udokumentowana.”,

— w pkt 5.2.2 ppkt 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Orzechy ziemne, orzechy, suszone owoce i zboża przeznaczone bezpośrednio do konsumpcji oraz zboża, z wyłączeniem

kukurydzy, przeznaczone do sortowania lub innych zabiegów fizycznych:

- 1) partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania każdej z próbek laboratoryjnych są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;
- 2) nie może być wprowadzona do obrotu, jeżeli wyniki badania co najmniej jednej z próbek laboratoryjnych przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

3) próbki zbiorcze o masie mniejszej niż 10 kg:

- partia może być dopuszczona, jeżeli wyniki badania próbki zbiorczej są zgodne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku,
  - nie może być dopuszczona do obrotu, jeżeli wyniki badania próbek zbiorczej przekraczają wartości maksymalne, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.”,
- w pkt 5.3.1 dodaje się tabelę 3 w brzmieniu:

„Tabela 3

Liczba pobieranych próbek pierwotnych zboża w zależności od masy partii

Masa partii (tony)	Liczba próbek pierwotnych
≤ 1	10
> 1 — ≤ 3	20
> 3 — ≤ 10	40
> 10 — ≤ 20	60
> 20 — ≤ 50	100”

— w pkt 5.5.2.2 ppkt 1 otrzymuje brzmienie:

„1. Liczba próbek zbiorczych, jaką należy pobrać, zależy od masy partii. Podział dużych partii na podpartie powinien być dokonany zgodnie z zasadami podanymi dla zboża w pkt 5.1 w tabeli 2.”,

— pkt 5.6 otrzymuje brzmienie:

„5.6. Inne przetwory, zawierające duże cząstki (zanieczyszczenie aflatoksynami ma rozkład niejednorodny)

Zasady pobierania próbek i dopuszczenia do spożycia lub przetwórstwa są takie same, jak podano w pkt 5.2 i 5.3 dla surowców rolnych.”,

— po pkt 5.6 dodaje się pkt 5.7, 5.7.1 i 5.7.2 w brzmieniu:

„5.7. Żywność przeznaczona dla niemowląt i matych dzieci

5.7.1. Należy stosować zasady pobierania próbek takie, jak dla mleka i produktów z niego otrzymanych oraz produktów złożonych, jak podano w pkt 5.4, 5.5 i 5.6.

5.7.2. Dopuszczenie partii:

- 1) może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej są zgo-

dne z przyjętymi tolerancjami, po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku;

- 2) nie może być dopuszczona, jeśli wyniki badania próbki zbiorczej przekraczają wartości maksymalne po uwzględnieniu niepewności pomiaru oraz odzysku.”,

b) w części II:

— pkt 2 otrzymuje brzmienie:

**„2. Przygotowanie próbek po dostarczeniu do laboratorium**

Próbki należy drobno zmielić i starannie wymieszać, stosując czynności, które zapewnią całkowitą homogenność.

W przypadku gdy maksymalne poziomy dotyczą suchej masy, oznacza się ją w części zhomogenizowanej próbki, stosując procedurę, która zapewni dokładne oznaczenie suchej masy.”,

— pkt 4.3 otrzymuje brzmienie:

**„4.3. Wymagania szczegółowe**

Wymagania szczegółowe określa tabela 4.

Tabela 4

## Kryteria dla metod analitycznych stosowanych w urzędowej kontroli

Parametr	Zakres stężeń	Wartość zalecana	Maksymalna dopuszczalna wartość
Próba ślepa	cały	pomijalnie mała	
Odzysk — aflatoksyna M <sub>1</sub>	0,01—0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60—120 % 70—110 %	
Odzysk — aflatoksyny B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> , G <sub>1</sub> , G <sub>2</sub>	< 1,0 µg/kg 1—10 µg/kg > 10 µg/kg	50—120 % 70—110 % 80—110 %	
Precyzja RSD <sub>R</sub>	cały	wynika z równania Horwitza	2 × wartość wynikająca z równania Horwitza
Precyzja RSD <sub>r</sub> może być obliczona jako 0,66 wartości RSD <sub>R</sub> dla odpowiedniego stężenia			

Wartości podane w tabeli 4 dotyczą zarówno aflatoksyny B<sub>1</sub>, jak i sumy aflatoksyn B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>.

Jeżeli będzie podawana suma aflatoksyn B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>, to odpowiedź każdej z nich w systemie analitycznym musi być znana lub równoważna.

Granica wykrywalności stosowanych metod nie musi być ustalana, jeżeli wartość precyzji jest dana dla odpowiedniego stężenia.

Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

— RSD<sub>R</sub> jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności [(S<sub>R</sub>/x) × 100],

— C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.”,

— pkt 4.4 otrzymuje brzmienie:

„4.4. Obliczanie odzysku

4.4.1. Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane.

4.4.2. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności (patrz pkt 5.2.2, 5.3.2, 5.4.2, 5.5.1.2 i 5.5.2.3).

4.4.3. Wynik analizy powinien być podawany jako x +/- U, gdzie x jest wynikiem analizy, a U jest niepewnością pomiaru, przy zastosowaniu współczynnika 2 dla poziomu ufności około 95 %.”;

8) w załączniku nr 4 do rozporządzenia w części II:

a) w pkt 4.3 ppkt 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

gdzie:

— RSD<sub>R</sub> jest względnym odchyleniem standardowym obliczonym z wyników uzyskanych w warunkach odtwarzalności [(S<sub>R</sub>/x) × 100],

— C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g; 0,001 = 1000 mg/kg).

Jest to ogólne równanie dla precyzji, które nie jest zależne od analitu oraz matrycy, lecz dla większości rutynowo używanych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.”,

b) pkt 4.4 otrzymuje brzmienie:

„4.4. Obliczenia odzysku

Wynik oznaczenia może być podany skorygowany lub nie o wartość odzysku. Sposób zapisu oraz wartość odzysku muszą być podane. Wynik analizy skorygowany o odzysk należy stosować do kontroli zgodności.

Wynik analizy powinien być podawany jako x +/- U, gdzie x jest wynikiem analizy, a U jest niepewnością pomiaru.”;

9) dodaje się załącznik nr 5 do rozporządzenia w brzmieniu określonym w załączniku do niniejszego rozporządzenia.

§ 2. Przepisy § 5 w zakresie pkt 5.7, 5.7.1 i 5.7.2 w części I załącznika nr 3 do rozporządzenia zmienianego w § 1, w brzmieniu nadanym niniej-

szym rozporządzeniem, stosuje się od dnia 10 maja 2005 r.

§ 3. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 7 dni od dnia ogłoszenia.

Minister Zdrowia: *M. Balicki*

Załącznik do rozporządzenia Ministra Zdrowia z dnia 22 grudnia 2004 r. (poz. 9)

## METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI ZAWARTOŚCI CYNY W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH ORAZ PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I KRYTERIA WYBORU METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI CYNY

### I. METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI ZAWARTOŚCI CYNY W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH

#### 1. Cel i zakres

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych powinny być pobierane zgodnie z opisanymi poniżej zasadami. Otrzymane w ten sposób próbki połączone uważa się za reprezentatywne dla partii. Ocena zgodności partii powinna być dokonana przez porównanie wyników uzyskanych dla zbadanych próbek laboratoryjnych z maksymalnymi dopuszczalnymi poziomami przyjętymi w rozporządzeniu Komisji Nr 242/2004/WE z dnia 12 lutego 2004 r. zmieniającym rozporządzenie Nr 466/2001/WE w odniesieniu do cyny nieorganicznej w żywności.

#### 2. Definicje

**Partia:** możliwa do zidentyfikowania ilość produktu spożywczego, dostarczona w jednym terminie, dla której urzędowo stwierdzono, że posiada te same wspólne cechy jak: pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakowacz, dostawca lub oznakowanie.

**Podpartia:** część partii wskazana w celu zastosowania metody pobierania próbek na tej wydzielonej części. Każda część partii musi być fizycznie wyodrębniona i możliwa do zidentyfikowania.

**Próbka pierwotna:** ilość materiału pobrana z jednego miejsca partii lub podpartii.

**Próbka połączona:** próbka otrzymana przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub podpartii.

**Próbka laboratoryjna:** próbka przeznaczona dla laboratorium.

#### 3. Postanowienia ogólne

##### 3.1. Personel

Próbki powinny być pobierane przez upoważniony i wykwalifikowany personel.

##### 3.2. Materiał

Z każdej partii, podlegającej badaniu, należy pobrać odrębne próbki.

##### 3.3. Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które mogą mieć wpływ na zawartość cyny, niekorzystnie oddziaływać na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki połączone nie będą reprezentatywne.

##### 3.4. Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne powinny być pobierane z różnych miejsc partii lub podpartii. Odstępstwo od tej zasady należy odnotować w protokole.

##### 3.5. Przygotowanie próbki połączonej

Próbka połączona powstaje przez połączenie i dokładne wymieszanie wszystkich próbek pierwotnych. Jest homogenizowana w laboratorium.

##### 3.6. Kontrpróbki

Kontrpróbki służące do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu wyodrębnia się z ujednorodnionej próbki połączonej, jeżeli nie koliduje to z przepisami państw członkowskich w zakresie pobierania próbek.

##### 3.7. Pakowanie i transport próbek

Każdą próbkę należy umieścić w czystym pojemniku wykonanym z chemicznie obojętnego materiału, zapewniającym odpowiednią ochronę przed zanieczyszczeniem oraz przed uszkodzeniem w czasie transportu. Należy podjąć wszelkie niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia zmian w składzie próbek, jakie mogłyby wystąpić podczas transportu lub przechowywania.

### 3.8. Pieczętowanie i etykietowanie próbek

Każdą próbkę przeznaczoną do urzędowej kontroli zamyka się i pieczętuje w miejscu pobrania próbek oraz etykietuje w sposób umożliwiający jej identyfikację zgodnie z obowiązującymi przepisami. Dla każdej pobranej próbki połączonej sporządza się protokół umożliwiający jednoznaczny identyfikację każdej partii, w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz ze wszystkimi informacjami, istotnymi dla wykonania analizy.

### 4. Plany pobierania próbek

Zastosowana metoda pobierania próbek powinna gwarantować, że próbka połączona jest reprezentatywna dla kontrolowanej partii.

#### 4.1. Liczba próbek pierwotnych

Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z danej partii, powinna być zgodna z tabelą 1. Próbki pierwotne pobrane z każdej puszkii powinny mieć zbliżoną masę i dawać w sumie próbkę połączoną (zgodnie z pkt 3.5).

Tabela 1 Liczba puszek (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu utworzenia próbki połączonej

Liczba puszek — w partii lub podpartii	Liczba puszek, które należy pobrać
1—25 26—100 > 100	co najmniej 1 puszkę co najmniej 2 puszkii 5 puszek

Uwaga: maksymalne dopuszczalne poziomy odnoszą się do zawartości każdego opakowania, ale w celu ułatwienia badania niezbędne jest stosowanie próbek połączonych. Jeżeli wynik oznaczenia zawartości cyny w próbce połączonej jest niższy, ale bliski maksymalnej dopuszczalnej zawartości i jeżeli istnieje obawa, że w poszczególnych opakowaniach poziom ten może być przekroczony, może być konieczne przeprowadzenie dalszych badań.

#### 4.2. Pobieranie próbek z obrotu

Pobieranie próbek środków spożywczych znajdujących się w obrocie powinno być zgodne, o ile to możliwe, z powyższymi zasadami. Jeżeli nie jest to możliwe, mogą zostać zastosowane inne obowiązujące procedury pobierania próbek z obrotu handlowego, pod warunkiem, że zapewniają one reprezentatywność próbek dla badanej partii.

### 5. Zgodność partii lub podpartii ze specyfikacją

Laboratorium kontrolne bada próbkę laboratoryjną pobraną w celu sprawdzenia zgodności z przepisami, wykonując co najmniej dwie niezależne analizy i obliczając średnią z uzyskanych wyników.

Partia lub podpartia zostaje przyjęta, jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników nie przekracza odpowiedniego maksymalnego dopuszczalnego poziomu określonego w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, ze zm.), biorąc pod uwagę niepewność wyniku i poprawkę na odzysk.

Partia lub podpartia jest niezgodna z wymaganiami (określonymi w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, ze zm.)), jeżeli średnia wartość uzyskanych wyników bez wątpliwości przekracza odpowiedni maksymalny dopuszczalny poziom zanieczyszczenia, przy uwzględnieniu niepewności wyniku i poprawki na odzysk.

## II. PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I KRYTERIA WYBORU METOD ANALITYCZNYCH STOSOWANYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI CYNY W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH W OPAKOWANIACH METALOWYCH

### 1. Środki ostrożności i ogólne wymagania dotyczące cyny

Podstawowym wymaganiem jest uzyskanie reprezentatywnej i jednorodnej próbki laboratoryjnej bez wprowadzenia wtórnych zanieczyszczeń.

Analitik powinien zapewnić, że próbki nie zostaną zanieczyszczone podczas ich przygotowywania do analizy. Gdziekolwiek to możliwe, urządzenia kontaktujące się z próbką powinny być wykonane z materiałów obojętnych, np. tworzyw sztucznych takich jak polipropylen, PTFE i in., i powinny zostać umyte w kwasie w celu zminimalizowania ryzyka zanieczyszczenia. Ostrza tnące mogą być wykonane ze stali nierdzewnej wysokiej jakości.

Wszystkie próbki otrzymane przez laboratorium zostają użyte do przygotowania materiału badanego. Jedynie bardzo dokładnie ujednorodnione próbki dają reprezentatywne wyniki.

Istnieje wiele odpowiednich specjalnych procedur przygotowania próbek, które mogą zostać zastosowane. Za zadowalające uznano procedury opisane w normie EN 13804:2002 Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria, General Consideration and Sample Preparation<sup>3)</sup>, ale inne mogą być równie odpowiednie.

<sup>3)</sup> EN 13804:2002: Artykuły żywnościowe — Oznaczenie pierwiastków śladowych — Kryteria wyboru metody, wymagania ogólne i przygotowanie próbek.



## 2. Postępowanie z otrzymaną próbką w laboratorium

Całkowitą próbkę połączoną należy dokładnie zmielić (jeżeli jest to wskazane) oraz dokładnie wymieszać, stosując sprawdzoną procedurę, prowadzącą do pełnego ujednorodnienia.

## 3. Wydzielenie kontrpróbek

Kontrpróbki służące do sprawdzenia zgodności z przepisami, dla potrzeb obrotu handlowego i arbitrażu należy pobrać z ujednorodnionej próbki połączonej, jeżeli nie koliduje to z przepisami państw członkowskich w zakresie pobierania próbek.

## 4. Metody analiz stosowane przez laboratorium i wymagania dotyczące ich kontroli w laboratorium

### 4.1. Definicje

Poniżej podano szereg najczęściej używanych definicji, które powinno stosować laboratorium:

- $r$  — granica powtarzalności, wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ta sama metoda, to samo laboratorium, ten sam wykonawca, przy użyciu tego samego wyposażenia, w krótkich odstępach czasu),  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- $s_r$  — odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników badania otrzymanych w spełnionych warunkach powtarzalności;
- $RSD_r$  — względne odchylenie standardowe powtarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności  $[(s_r/x) \times 100]$ , gdzie  $x$  jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek;
- $R$  — granica odtwarzalności; wartość, której z prawdopodobieństwem 95 % nie przekracza wartość bezwzględna różnicy między dwoma pojedynczymi wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach odtwarzalności (tj. dla identycznego materiału, tą samą

metodą, otrzymane w różnych laboratoriach, przez różnych wykonawców, przy użyciu różnego wyposażenia, w dłuższym przedziale czasu),  $R = 2,8 \times s_R$ ;

- $s_R$  — odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników badania uzyskanych w spełnionych warunkach odtwarzalności;
- $RSD_R$  — względne odchylenie standardowe odtwarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności  $[(s_R/x) \times 100]$ ;
- $HORRAT_r$  — współczynnik HORRAT dla powtarzalności; uzyskane  $RSD_r$  podzielone przez wartość  $RSD_r$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza przy założeniu, że  $r = 0,66R$ ;
- $HORRAT_R$  — współczynnik HORRAT dla odtwarzalności; uzyskane  $RSD_R$  podzielone przez wartość  $RSD_R$  oszacowaną na podstawie równania Horwitza;
- $U$  — niepewność rozszerzona, wyznaczana przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia  $k = 2$ , dla poziomu ufności około 95 %.

### 4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z wymaganiami określonymi w rozporządzeniu Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie specyfikacji, kryteriów czystości, wymagań dotyczących pobierania próbek i metod analitycznych stosowanych w trakcie urzędowej kontroli żywności do oznaczania parametrów właściwych dla poszczególnych dozwolonych substancji dodatkowych, poszczególnych substancji pomagających w przetwarzaniu oraz zawartości zanieczyszczeń (Dz. U. z 2003 r. Nr 59, poz. 530 oraz z 2004 r. Nr 94, poz. 934).

### 4.3. Wymagania szczegółowe

Na poziomie Wspólnoty nie zalecono dotąd określonych metod oznaczania zawartości cyny w środkach spożywczych w opakowaniach metalowych. Laboratoria mogą stosować każdą metodę zwalidowaną, pod warunkiem, że spełnia ona kryteria wyboru podane w tabeli 2. Walidacja powinna (o ile to możliwe) obejmować analizę certyfikowanego materiału odniesienia.

Tabela 2 Kryteria wyboru dla metod analizy cyny

Parametr charakterystyki	Wartość/Uwagi
1	2
Zakres stosowania	Środki spożywcze wymienione w rozporządzeniu Komisji Nr 466/2001/WE z dnia 8 marca 2001 r. ustalającym maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (Dz. Urz. WE L 77 z 16.03.2001, ze zm.)

1	2
Granica wykrywalności	Nie więcej niż 5 mg/kg
Granica oznaczalności	Nie więcej niż 10 mg/kg
Precyzja	Wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_R$ , uzyskane w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych w celu walidacji, powinny być poniżej 1,5
Odzysk %	80—105 (jak określono w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych)
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy i interferencji spektralnych

#### 4.3.1. Kryteria wyboru — niepewność

Podejście uwzględniające niepewność wyniku może być również zastosowane do oszacowania, czy dana metoda analizy jest odpowiednia do stosowania w laboratorium. Metoda stosowana w laboratorium powinna umożliwić otrzymywanie wyników mieszczących się w zakresie maksymalnej niepewności standardowej.

Maksymalną niepewność standardową można obliczyć, stosując następujący wzór:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2},$$

gdzie:

$U_f$  — maksymalna niepewność standardowa,

LOD — granica wykrywalności metody,

C — stężenie.

Jeżeli metoda analityczna umożliwia otrzymanie wyników z niepewnością mniejszą od maksymalnej niepewności standardowej, może być ona stosowana równoważnie z metodą spełniająca kryteria podane w tabeli 2.

#### 4.4. Obliczanie odzysku i podawanie wyników

Wynik oznaczenia analitycznego może zostać podany w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej o wartość odzysku. Sposób przedstawienia wyników i poziom odzysku musi zostać podany. Wynik analityczny skorygowany o wartość odzysku jest stosowany w celu sprawdzenia zgodności z wymaganiami.

Należy uwzględnić „Ujednolicone wytyczne dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych”<sup>4)</sup>, opracowane pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC. Zalecenia te są pomocne przy określaniu odzysku.

Wynik analizy podaje się w postaci  $x \pm U$ , gdzie  $x$  jest wynikiem analitycznym, a  $U$  niepewnością wyniku.

<sup>4)</sup> Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement, red. Michael Thompson, Steven L.R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willets i Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337—348.

#### 4.5. Normy jakości w laboratorium

Laboratoria muszą spełniać warunki określone w rozporządzeniu Ministra Zdrowia z dnia 28 kwietnia 2004 r. w sprawie przeprowadzania urzędowej kontroli żywności (Dz. U. Nr 104, poz. 1098).

#### 4.6. Inne wymagania dotyczące analizy

##### 4.6.1. Badania biegotości

Udział w odpowiednich programach badań biegotości, zgodnych z „Międzynarodowym zharmonizowanym protokołem dla badań biegotości w analitycznych laboratoriach chemicznych”<sup>5)</sup> opracowanym pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

Niektóre z tych programów specjalnie włączają oznaczanie zawartości cyny w środkach spożywczych i zalecany jest udział właśnie w takich badaniach, a nie w ogólnym programie oznaczania zawartości metali w żywności.

##### 4.6.2. Wewnętrzna kontrola jakości

Laboratoria powinny być w stanie wykazać, że stosują procedury wewnętrznej kontroli jakości. Ich przykłady są podane w „Przewodniku ISO/AOAC/IUPAC dotyczącym wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych”<sup>6)</sup>.

##### 4.6.3. Przygotowanie próbek

Należy zapewnić, aby cyna zawarta w próbce badanej znalazła się w całości w analizowanym roztworze. W szczególności, podkreśla się, że zastosowana procedura roztwarzania próbek musi zapewniać, aby nie wytrącały się zhydrolizowane związki  $SnIV$  (np. związki takie jak  $SnO_2$ ,  $Sn(OH)_4$ ,  $SnO_2 \cdot H_2O$ ).

Próbki przygotowane do analizy powinny być rozpuszczone w 5 mol/l HCl. Jednak  $SnCl_4$  jest lotny, więc roztworów nie należy gotować.

<sup>5)</sup> ISO/IUPAC/AOAC International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, red. M. Thompson i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123—2144 i AOAC International, 1993, 76, 926.

<sup>6)</sup> ISO/AOAC/IUPAC International Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, red. M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649—666.