

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 1882/2006**z dnia 19 grudnia 2006 r.****ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomu azotanów w niektórych środkach spożywczych****(Tekst mający znaczenie dla EOG)**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regulami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt⁽¹⁾, w szczególności jego art. 11 ust. 4,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1881/2006 z dnia 19 grudnia 2006 r. ustanawiające najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w artykułach spożywczych⁽²⁾ określa maksymalną zawartość azotanów w szpinaku, sałacie, sałacie lodowej, żywności dla dzieci oraz przetworzonej żywności na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci.
- (2) Pobieranie próbek i procedury ich przygotowania mają duży wpływ na precyzję określania zawartości azotanów.
- (3) Konieczne jest ustalenie ogólnych kryteriów dotyczących metod analitycznych, aby zagwarantować, że laboratoria, które przeprowadzają kontrole, stosują metody analizy dające porównywalne wyniki.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich państwach członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 19 grudnia 2006 r.

W imieniu Komisji
Markos KYPRIANOU
Członek Komisji

- (4) Świeża sałata i szpinak to substancje, które bardzo łatwo się psują i w większości przypadków niemożliwe jest wstrzymanie ich wysyłki do czasu uzyskania wyników badań przeprowadzonych w ramach kontroli urzędowej. W związku z tym w takich przypadkach właściwe organy mogłyby uznać za stosowne i konieczne pobranie próbek w miejscu uprawy, na krótko przed rozpoczęciem zbiorów.
- (5) Środki przewidziane w tym rozporządzeniu są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Żywnościowego i Zdrowia Zwierząt,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

Pobieranie, przygotowanie i analizę próbek do celów urzędowej kontroli zawartości azotanów w środkach spożywczych wymienionych w sekcji 1 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006 przeprowadza się zgodnie z metodami określonymi w załączniku do niniejszego rozporządzenia.

Artykuł 2

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsze rozporządzenie stosuje się od dnia 1 marca 2007 r.

⁽¹⁾ Dz.U. L 165 z 30.4.2004, str. 1. Rozporządzenie zmienione rozporządzeniem Komisji (WE) nr 776/2006 (Dz.U. L 136 z 24.5.2006, str. 3).

⁽²⁾ Patrz: str. 5 niniejszego Dziennika Urzędowego.

ZAŁĄCZNIK

METODY POBIERANIA, PRZYGOTOWANIA I ANALIZY PRÓBEK DO CELÓW KONTROLI URZĘDOWYCH ZAWARTOŚCI AZOTANÓW W NIEKTÓRYCH ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH**A. PRZEPISY OGÓLNE**

Kontrole urzędowe są przeprowadzane zgodnie z postanowieniami rozporządzenia (WE) nr 882/2004. Bez uszczerbku dla postanowień rozporządzenia (WE) nr 882/2004 stosuje się następujące przepisy ogólne:

A.1. Zakres

Próbki przeznaczone do kontroli urzędowej zawartości azotanów w artykułach spożywczych wymienionych w sekcji 1 załącznika do rozporządzenia (WE) nr 1881/2006 pobiera się zgodnie z metodami opisanymi w niniejszym załączniku. Połączone próbki uzyskane w ten sposób bądź bezpośrednio z miejsca uprawy, bądź też z partii, uważa się za reprezentatywne dla danej partii.

Zgodność z maksymalnymi poziomami określa się na podstawie poziomów ustalonych w próbkach laboratoryjnych.

A.2. Definicje

Do celów niniejszego załącznika stosuje się następujące definicje:

- A.2.1. „partia” oznacza możliwą do zidentyfikowania ilość żywności, która została zebrana lub dostarczona w jednym terminie i co do której urzędnik stwierdził, że posiada takie wspólne właściwości, jak: pochodzenie, odmiana lub rodzaj gleby na obszarze o powierzchni maksymalnie 2 hektarów, rodzaj opakowania, pakowacz, nadawca lub oznakowania;
- A.2.2. „podpartia” oznacza część dużej partii wskazaną w celu zastosowania metody pobierania próbek na tej wskazanej części. Każda podpartia musi być fizycznie wyodrębniona i możliwa do zidentyfikowania;
- A.2.3. „próbka lub jednostka pierwotna” oznacza ilość materiału pobraną z jednego miejsca w partii lub podpartii. W tym przypadku może nią być główka sałaty lub szpinaku, wiązka drobnych liści (*baby leaf*) lub torebka ciętych liści;
- A.2.4. „próbka zbiorcza” oznacza całość stanowiącą połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub podpartii;
- A.2.5. „próbka laboratoryjna” oznacza próbkę przeznaczoną do celów laboratoryjnych;
- A.2.6. „obszar uprawy” oznacza określony obszar gruntu o tym samym typie gleby i rodzaju uprawy, obsadzony jedną odmianą sałaty lub szpinaku w tej samej fazie wzrostu. W metodzie pobierania próbek obszar uprawy może być także określany mianem „partii”;
- A.2.7. „obszar uprawy pod osłoną” oznacza określony obszar gruntu zabudowany szklarnią lub tunelem z tworzywa sztucznego (tunel lub szklarnia z plastyku lub polietylenu) obsadzony jedną odmianą sałaty lub szpinaku w tej samej fazie wzrostu i przeznaczoną do zbioru w tym samym czasie. W metodzie pobierania próbek „obszar uprawy pod osłoną” może być także określany mianem „partii”.

A.3. Postanowienia ogólne**A.3.1. Personel**

Próbki pobiera upoważniona i wykwalifikowana osoba wskazana przez państwo członkowskie.

A.3.2. Materiał, z którego pobiera się próbki

Z każdej partii, która ma być zbadana, próbki pobiera się oddzielnie. Duże partie (tj. partie o masie przekraczającej 30 ton lub o powierzchni przekraczającej 3 hektary) należy podzielić na części, z których próbki są pobierane oddzielnie.

A.3.3. Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania i przygotowywania próbek należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które:

- mogłyby mieć wpływ na zawartość azotanów, niekorzystnie wpłynąć na oznaczenie analityczne lub spowodować, że próbki zbiorcze nie będą reprezentatywne, np. obecność ziemi w sałacie lub w szpinaku podczas przygotowania próbki,

— mogłyby mieć wpływ na bezpieczeństwo żywności lub integralność partii, z których pobierane są próbki.

Należy również przedsięwziąć wszelkie środki zapewniające bezpieczeństwo osób pobierających próbki.

A.3.4. *Próbki pierwotne*

W miarę możliwości próbki pierwotne pobiera się z różnych miejsc w całej partii lub podpartii. Odstępstwo od tej procedury należy odnotować w rejestrze przewidzianym w części A.3.8. niniejszego załącznika.

A.3.5. *Przygotowanie próbki zbiorczej*

Próbkę zbiorczą tworzy się poprzez połączenie próbek pierwotnych.

A.3.6. *Kontrpróbki*

Próbki laboratoryjne do celów egzekwowania i obrony praw oraz arbitrażu pobiera się ze zbiorczej, zhomogenizowanej próbki, o ile nie koliduje to z przepisami państw członkowskich w zakresie praw podmiotu prowadzącego przedsiębiorstwo żywnościowe.

A.3.7. *Pakowanie i transport próbek*

Każdą próbkę umieszcza się w czystej, zamkniętej i zaplombowanej torebce foliowej, wykonanej z nieprzejrzystego, obojętnego materiału, zabezpieczającej przed utratą wilgoci oraz zapewniającej odpowiednią ochronę przed uszkodzeniem i zanieczyszczeniem.

Próbka powinna znaleźć się w laboratorium w ciągu 24 godzin od pobrania, a podczas transportu powinna być przechowywana w chłodnych warunkach. Jeśli nie jest to możliwe, próbkę należy zamrozić w ciągu 24 godzin i przechowywać w stanie zamrożonym (przez maksymalnie 6 tygodni).

Należy podjąć wszelkie dodatkowe niezbędne środki ostrożności, aby zapobiec zmianom w składzie próbki, jakie mogłyby wystąpić w trakcie transportu lub magazynowania.

A.3.8. *Plombowanie i etykietowanie próbek*

Każda próbka pobrana do celów urzędowych powinna być zaplombowana w miejscu jej pobrania oraz oznaczona zgodnie z przepisami państwa członkowskiego.

Przy każdym pobieraniu próbek prowadzi się rejestr, który pozwala jednoznacznie zidentyfikować każdą partię; urzędnik pobierający próbki zapisuje ich odmianę, nazwisko hodowcy, metodę produkcji, datę i miejsce pobrania próbek, nazwę podmiotu prowadzącego przedsiębiorstwo żywnościowe odpowiedzialnego za dostawę oraz wszystkie inne istotne informacje, jakie mogą być przydatne dla analityka.

A.4. **Różne rodzaje partii**

Żywność może być sprzedawana luzem bądź w pojemnikach zbiorczych, takich jak worki, torby lub skrzynki, bądź w indywidualnych opakowaniach detalicznych. Metodę pobierania próbek można stosować wobec wszelkich form, w jakich żywność jest wprowadzana na rynek.

B. METODA POBIERANIA PRÓBEK

W miarę możliwości próbki pierwotne pobiera się z różnych miejsc w całej partii lub podpartii.

B.1. **Pobieranie próbek w miejscu uprawy**

W przypadku gdy właściwe organy uznają, że konieczne jest pobranie próbek sałaty lub szpinaku w miejscu ich uprawy, pobieranie próbek odbywa się w następujący sposób:

Próbek pierwotnych nie pobiera się z miejsc, które wydają się niereprezentatywne dla obszaru uprawy lub obszaru uprawy pod osłoną. Obszary o różnych typach gleby, uprawiane w różny sposób, na których uprawia się różne odmiany sałaty lub szpinaku lub na których zbiory następują w różnych terminach, są traktowane jako oddzielne partie lub pola. Jeśli obszar uprawy przekracza 3 hektary, należy go podzielić na części o powierzchni 2 hektarów, a próbki z każdej z nich pobierać oddzielnie.

Próbki pierwotne należy pobierać, poruszając się po miejscu uprawy trasą w kształcie litery „W” lub „X”. Probki ze zbiorów uprawianych na wąskich polach lub pod osłoną należy pobierać, poruszając się trasą w kształcie litery „W” lub „X” przez kilka pól, a zebrane w ten sposób próbki łączy się w próbkę zbiorczą.

Rośliny należy ścinać na poziomie gruntu.

Próbka musi zawierać co najmniej 10 roślin, a zbiorcza próbka 10 roślin musi ważyć co najmniej 1 kg. Próbkowaniu podlegają tylko rośliny, które osiągnęły wielkość handlową ⁽¹⁾. Z każdej próbki należy usunąć ziemię oraz zewnętrzne niejadalne i uszkodzone liście.

B.2. Pobieranie próbek z partii szpinaku, sałaty, żywności dla dzieci i przetworzonej żywności na bazie zbóż przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci znajdującej się w obrocie rynkowym

Metoda pobierania próbek dotyczy partii o masie wynoszącej maksymalnie 25 ton.

W przypadku większych partii (o masie przekraczającej 30 ton) należy je podzielić na części o masie wynoszącej zasadniczo 25 ton, pod warunkiem że część taką można oddzielić fizycznie od partii. Mając na uwadze, że masa partii nie zawsze stanowi dokładną wielokrotność 25 ton, masa części partii może przekroczyć wspomnianą masę o maksymalnie 20 %. Oznacza to, że podpartia może ważyć od 15 do 30 ton. W przypadku gdy partia nie jest lub nie może być fizycznie podzielona na części, próbkę pobiera się z całej partii.

Próbka zbiorcza musi ważyć co najmniej 1 kg, z wyjątkiem przypadków, gdy nie jest to możliwe, np. gdy pobierana jest jedna główka lub opakowanie.

Minimalna liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, została podana w tabeli 1.

Tabela 1

Minimalna liczba próbek pierwotnych pobieranych z jednej partii

Masa partii (w kg)	Minimalna liczba pobieranych próbek pierwotnych	Minimalna masa próbki zbiorczej (w kg)
< 50	3	1
50–500	5	1
> 500	10	1

Jeśli partia składa się z opakowań jednostkowych, wówczas próbka zbiorcza powinna składać się z liczby opakowań podanej w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych) w próbce zbiorczej, w przypadku gdy partia składa się z opakowań jednostkowych

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba opakowań lub jednostek pobranych do próbki zbiorczej	Minimalna masa próbki zbiorczej (w kg)
1–25	1 opakowanie lub jednostka	1
26–100	Okolo 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki	1
> 100	Okolo 5 %, co najwyżej 10 opakowań lub jednostek	1

⁽¹⁾ Wielkość handlowa sałaty i endywii o karbowanych liściach i endywii szerokolistnej jest określona w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1543/2001 z dnia 27 lipca 2001 r. ustanawiającym normy handlowe w odniesieniu do sałaty i endywii o karbowanych liściach i endywii szerokolistnej (Dz.U. L 203 z 28.7.2001, str. 9), ostatnio zmienionym rozporządzeniem Komisji (WE) nr 6/2005 z dnia 4 stycznia 2005 r. (Dz.U. L 2 z 5.1.2005, str. 3).

Próbki w każdej partii lub podpartii sprawdzanej na zgodność muszą być pobierane osobno. Jednakże w przypadkach, gdy zastosowanie takiej metody pobierania próbek prowadziłoby do niedopuszczalnych konsekwencji handlowych spowodowanych uszkodzeniem partii (ze względu na format opakowań, stosowany środek transportu itp.), wówczas można zastosować inną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że zapewnia ona odpowiednią reprezentatywność próbki zbiorczej pobranej z danej partii oraz odpowiednie opisanie i udokumentowanie próbki zbiorczej. Miejsce pobierania próbek z partii powinno być wybierane losowo, jednak gdy nie jest to fizycznie możliwe, próbki należy pobrać z losowo wybranych miejsc w dostępnych fragmentach partii.

B.3. Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej

Pobieranie próbek środków spożywczych na etapie sprzedaży detalicznej odbywa się w miarę możliwości zgodnie z zasadami opisanymi w pkt B.2.

Jeśli nie jest to możliwe, można zastosować inną metodę pobierania próbek w miejscu sprzedaży detalicznej, pod warunkiem że zapewnia ona odpowiednią reprezentatywność próbki zbiorczej pobranej z danej partii oraz odpowiednie opisanie i udokumentowanie próbki zbiorczej⁽¹⁾.

B.4. Ocena zgodności partii lub podpartii z wymaganiami

- akceptacja: jeśli poziom w próbce laboratoryjnej jest zgodny z maksymalnym poziomem, z uwzględnieniem niepewności pomiaru i korekty o wartość odzysku,
- odrzucenie: jeśli poziom w próbce laboratoryjnej przewyższa ponad uzasadnioną wątpliwość maksymalny poziom, przy uwzględnieniu niepewności pomiaru i korekty o wartość odzysku (tj. punktem odniesienia dla oceny zgodności jest wynik pomiaru analitycznego z uwzględnieniem korekty o wartość odzysku i pomniejszony o rozszerzoną niepewność pomiaru).

C. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

- 1) W przypadku pobierania próbek ze świeżych produktów przygotowanie próbki odbywa się w miarę możliwości w ciągu 24 godzin od jej pobrania. Jeśli nie jest to możliwe, próbkę należy zamrozić (na maksymalnie 6 tygodni).
- 2) Z każdej jednostki należy usunąć ziemię i mocno zabrudzone liście oraz inne niejadalne i uszkodzone liście zewnętrzne. Niedozwolone jest mycie próbek, ponieważ może to spowodować obniżenie zawartości azotanów.
- 3) Kompletna próbka powinna być zhomogenizowana (dopuszczalne jest dodanie określonej ilości wody). Zależnie od rozmiaru stosowanego miksera, maceratora lub urządzenia rozdrabniającego, w celu homogenizacji próbki można połączyć kilka jednostek. Miksowanie próbki można ułatwić poprzez zamrożenie i posiekanie jednostki przed jej homogenizacją. Należy wykazać, że stosowany proces homogenizacji prowadzi do całkowitego ujednorodnienia. Dokładna homogenizacja jest niezbędna dla maksymalnej ekstrakcji i odzysku azotanów. W tej materii wszystkie próbki, niezależnie od tego, czy zostały pobrane w miejscu uprawy czy w miejscu sprzedaży detalicznej, powinny być traktowane jednakowo.
- 4) Do analizy pobiera się jedną lub więcej próbek analitycznych z połączonych zawiesin.

D. METODA ANALIZY, PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW ORAZ WYMOGI DOTYCZĄCE KONTROLI W LABORATORIUM

D.1. Definicje

Dla celów niniejszego załącznika zastosowanie mają następujące definicje:

r = powtarzalność – wartość, której z określonym prawdopodobieństwem (zazwyczaj 95 %) nie powinna przekraczać różnica bezwzględna pomiędzy wynikami dwóch odrębnych oznaczeń, otrzymanymi w warunkach powtarzalności, tzn. tej samej próbki, tego samego wykonawcy, tej samej aparatury, tego samego laboratorium i krótkiego odstępu czasu; $r = 2,8 \times s_r$,

s_r = odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach powtarzalności,

⁽¹⁾ W przypadku gdy część, z której ma być pobrana próbka, jest zbyt mała i nie jest możliwe uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, jej masa może być niższa. Również w przypadku pobierania próbek żywności dla dzieci oraz przetworzonej żywności na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci masa próbki zbiorczej może wynosić 0,5 kg.

RSD_r = względne odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach powtarzalności $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$,

R = odtwarzalność – wartość, której z określonym prawdopodobieństwem (zazwyczaj 95 %) nie powinna przekraczać różnica bezwzględna pomiędzy wynikami pojedynczego badania, otrzymanymi w warunkach odtwarzalności, tzn. z tego samego materiału, przez wykonawców w różnych laboratoriach, z zastosowaniem znormalizowanej metody oznaczania; $R = 2,8 \times s_R$,

s_R = odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach odtwarzalności,

RSD_R = względne odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

D.2. Wymagania ogólne

Metody analiz stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z przepisami pkt 1 i 2 załącznika III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

D.3. Wymagania szczególne

D.3.1. Procedura ekstrakcji

Szczególną uwagę należy zwrócić na stosowaną procedurę ekstrakcji. Skuteczną ekstrakcję azotanów gwarantuje kilka sprawdzonych metod, takich jak: ekstrakcja za pomocą gorącej wody lub roztworu metanolu i wody (w stosunku 30 do 70). Ekstrakcja zimną wodą jest dopuszczalna tylko, jeżeli próbka analityczna była wcześniej zamrożona.

D.3.2. Kryteria skuteczności

Kryteria skuteczności dla metod analitycznych stosowanych do kontroli zawartości azotanów wynoszą:

Kryterium	Zakres stężeń	Zalecana wartość	Maksymalna dopuszczalna wartość
Odzysk	< 500 mg/kg	60–120 %	
	≥ 500 mg/kg	90–110 %	
Precyzja RSD_R	Wszystkie	Obliczone z równania Horwitza	Dwukrotność wartości obliczonej za pomocą równania Horwitza

Precyzję RSD_r można wyliczyć jako 0,66 wartości precyzji RSD_R w danym stężeniu.

Uwagi do kryteriów skuteczności

— Zakresy stężeń nie są określone, ponieważ wartości precyzji oblicza się dla konkretnych stężeń

— Wartości precyzji oblicza się za pomocą równania Horowitza, tj.:

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

gdzie:

— RSD_R = względne odchylenie standardowe obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

— C to stężenie wyrażone jako stosunek (tj. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1 000 mg/kg)

D.4. Przedstawianie wyników, szacowanie niepewności pomiaru oraz obliczanie wielkości odzysku ⁽¹⁾

Wynik badania należy przedstawiać z uwzględnieniem lub bez uwzględnienia korekty o wartość odzysku. Należy opisać metodę przedstawiania wyników oraz poziom odzysku. Do sprawdzania zgodności stosuje się wyniki analityczne skorygowane o wartość odzysku.

Wynik badania analitycznego podaje się jako $x \pm U$, gdzie x to wynik analizy, a U to rozszerzona niepewność pomiaru.

U określa rozszerzoną niedokładność pomiaru z wykorzystaniem współczynnika pokrycia, równego 2, który daje poziom ufności wynoszący około 95 %.

Wynik badania analitycznego próbki w ramach kontroli urzędowej interpretuje się zgodnie z obecnie obowiązującymi zasadami interpretacji wyników analitycznych w zakresie dopuszczania lub odrzucania partii. W przypadku badań dla celów obrony lub arbitrażu obowiązują przepisy krajowe.

D.5. Laboratoryjne normy jakości

Laboratorium musi spełniać przepisy art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

⁽¹⁾ Więcej informacji na temat szacowania niepewności pomiaru oraz procedur oceny odzysku można znaleźć w sprawozdaniu pod tytułem „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” („Raport na temat relacji między wynikami analiz, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku a przepisami prawodawstwa UE dotyczącego żywności i paszy”) – http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf