

V Ý N O S

Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky

z 25. novembra 2005 č. 3445/2005-100,

ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu niektorých kontaminantov v potravinách

Ministerstvo pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstvo zdravotníctva Slovenskej republiky podľa § 3 ods. 1 a § 30 ods. 1 zákona Národnej rady Slovenskej republiky č. 152/1995 Z. z. o potravinách ustanovujú:

P R V Á Č A S Ť

VYMEDZENIE ZÁKLADNÝCH POJMOV A SPÔSOB SKÚŠANIA POTRAVIN A TABAKOVÝCH VÝROBKOV

T R E T I A H L A V A

METÓDY ODBERU VZORIEK A ANALYTICKÉ METÓDY SKÚŠANIA NA ÚRADNÚ KONTROLU NIEKTORÝCH KONTAMINANTOV V POTRAVINÁCH

§ 1

Úvodné ustanovenia

(1) Táto hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky (ďalej len „potravinový kódex“) upravuje spôsob odberu a prípravy kontrolných vzoriek potravín alebo surovín určených na ich výrobu a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu obsahu kontaminantov v potravinách.

(2) Ak sa v tejto hlave potravinového kódexu neustanovuje inak, postupuje sa pri odbere a prí-

prave vzoriek jednotlivých výrobkov alebo surovín alebo komoditných skupín výrobkov alebo surovín podľa druhej hlavy prvej časti potravinového kódexu¹⁾.

§ 2

Vymedzenie pojmov

(1) Vzorkovaná dávka (*lot*) je vymedzené identifikovateľné množstvo potraviny alebo suroviny dodanej v rovnakom čase, pri ktorej úradná osoba (zamestnanec orgánu potravinového dozoru) na základe zistenia určí, že má spoločné charakteristiky, ako je pôvod, druh, typ balenia, obal, označenie a iné. Ak ide o ryby, musí byť porovnateľná aj ich veľkosť.

(2) Časť vzorkovanej dávky (*sublot*) je časť celej vzorkovanej dávky vymedzená za účelom použitia určitej metódy odberu vzoriek. Každá časť vzorkovanej dávky musí byť fyzicky oddelená a samostatne identifikovateľná.

(3) Čiastková vzorka (*incremental sample*) je množstvo potravín alebo surovín odobraté jedno-

¹⁾ Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 12. marca 2003 č. 451/2003-100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania zdravotnej neškodnosti a kvality potravín a tabakových výrobkov alebo surovín na ich výrobu (oznámenie č. 118/2003 Z. z.).

razovo z jedného miesta vzorkovanej dávky alebo jej časti.

(4) Súhrnná vzorka (*aggregated sample*) je vzorka zložená zo všetkých čiastkových vzoriek odobratých zo vzorkovanej dávky alebo jej časti.

(5) Laboratórna vzorka alebo podvzorka (*sub-sample*) je vzorka pripravená na laboratórne skúšanie.

(6) Pri posudzovaní vhodnosti analytických metód a vyhodnocovaní výsledkov analýz sa používajú najčastejšie tieto pojmy a skratky²⁾:

r - opakovateľnosť - hodnota, pod ktorou možno s určitou pravdepodobnosťou (obvykle 95 %) očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami jednotlivých skúšok, získanými v podmienkach opakovateľnosti (t. j. tá istá vzorka, ten istý pracovník, to isté prístrojové vybavenie, to isté laboratórium a krátky časový interval) je menšia ako táto hodnota; z toho vyplýva: $r = 2,8 \times s_r$,

s_r - smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti,

RSD_r - relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, kde \bar{x} je priemerná hodnota výsledkov zo všetkých laboratórií a vzoriek,

R - reprodukovateľnosť je hodnota, pod ktorou možno s určitou pravdepodobnosťou (obvykle 95 %) predpokladať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami skúšok získanými v podmienkach reprodukovateľnosti (t. j. výsledky na rovnakom materiáli získané pracovníkmi v rôznych laboratóriách pomocou normalizovanej skúšobnej metódy) je menšia ako táto hodnota; z toho vyplýva $R = 2,8 \times s_R$,

s_R - smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti.

RSD_R - relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$,

$HORRAT_r$ - zistená hodnota RSD_r , delená hodnotou RSD_r vypočítanou z Horwitzovej rovnice za predpokladu, že $r = 0,66 R$.

$HORRAT_R$ - zistená hodnota RSD_R , delená hodnotou RSD_R vypočítanou z Horwitzovej rovnice.

§ 3

Všeobecné ustanovenia

(1) Vzorky určené na úradnú kontrolu množstva kontaminantov v potravinách sa odoberajú metódami uvedenými v prílohe č. 1. Takto získané súhrnné vzorky sa považujú za reprezentatívne pre vzorkovanú dávku, z ktorej boli odobraté. Množstvá kontaminantov zistené v laboratórnych vzorkách sa porovnávajú s najvyššími prípustnými množstvami kontaminantov uvedenými v osobitnom predpise³⁾.

(2) Odber vzoriek na úradnú kontrolu vykonávajú zamestnanci orgánu potravinového dozoru, ktorí sú kvalifikovaní a odborne spôsobilí⁴⁾.

(3) Z každej vzorkovanej dávky sa musia odobrať vzorky samostatne; ak ide o veľké dávky, tieto sa podľa osobitných ustanovení pre jednotlivé kontaminanty v prílohe č. 1 rozdelia na časti vzorkovanej dávky, z ktorých sa odoberajú vzorky samostatne.

(4) Počas odberu vzorky sa musí zabrániť akýmkoľvek zmenám, ktoré by mohli ovplyvniť

²⁾ STN ISO 3534-1 (01 0216) z júla 1999: Štatistika. Slovník a značky. Časť 1: Pravdepodobnosť a všeobecné štatistické termíny.

³⁾ Nariadenie Komisie (ES) č. 466/2001 z 8. marca 2001, ustanovujúce najvyššie prípustné množstvá niektorých kontaminantov v potravinách v platnom znení (U. v. EÚ, L 077, 16. 3. 2001).

⁴⁾ Vyhláška Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 691/2002 Z. z. z 25. novembra 2002 o požiadavkách na kvalifikáciu a odbornú spôsobilosť a ďalšie vzdelávanie zamestnancov vykonávajúcich potravinový dozor.

množstvo kontaminantu, nepriaznivo ovplyvniť analytické stanovenie alebo spôsobiť, že súhrnné vzorky prestanú byť reprezentatívnymi.

(5) Ak je to možné, čiastkové vzorky sa odberajú na rôznych miestach rozložených v celej vzorkovanej dávke alebo jej časti. Nedodržanie tohto postupu sa musí uviesť v protokole¹⁾.

(6) Súhrnná vzorka sa pripraví spojením všetkých čiastkových vzoriek odobratých zo vzorkovanej dávky alebo jej častí. Po zmiešaní sa súhrnná vzorka rozdelí na rovnaké podvzorky.

(7) Každá súhrnná vzorka a laboratórna vzorka sa musí vložiť do čistej inertnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred znečistením a pred poškodením počas prepravy. Musia sa prijať všetky potrebné ochranné opatrenia, aby sa zabránilo zmenám zloženia súhrnných vzoriek a laboratórných vzoriek, ku ktorým by mohlo prísť počas ich prepravy alebo skladovania.

(8) Každá vzorka odobratá na úradnú kontrolu sa musí v mieste odberu zapečatiť a označiť. O každom odbere vzorky sa musí vypracovať protokol¹⁾, ktorý umožní jednoznačne identifikovať každú vzorkovanú dávku.

(9) V záujme uplatnenia práva, ochrany obchodu a potrieb arbitráže sa musia laboratórne vzorky určené na opakovanie analýzy odberať z homogenizovanej súhrnnej vzorky; laboratórne vzorky odobierané orgánmi potravinového dozoru musia byť dostatočne veľké na to, aby bolo možné analýzu opakovať.

(10) Pri úprave vzorky v laboratóriu je základnou požiadavkou získať reprezentatívnu homogénnu laboratórnu vzorku bez zanesenia sekundárnej kontaminácie.

(11) Na prípravu skúšobnej vzorky sa použije celá vzorka materiálu doručená do laboratória.

(12) Súhrnná vzorka sa jemne zomelie (ak je to vhodné) a dôkladne premieša za účelom do-

siahnutia úplnej homogenizácie. Dôkladná homogenizácia vzorky je podmienkou získania reprodukovateľných výsledkov. Na prípravu vzorky možno použiť postup podľa príslušnej technickej normy⁵⁾ alebo iné spoľahlivé postupy.

(13) Analytické metódy používané na úradnú kontrolu potravín musia, ak je to možné, spĺňať ustanovenia potravinového kódexu⁶⁾.

(14) Laboratória musia spĺňať požiadavky podľa osobitného predpisu⁷⁾.

(15) Pri analýze potravín na množstvo prítomných kontaminantov sa okrem všeobecných ustanovení podľa odsekov 1 až 14 postupuje, ak ide o

- a) olovo, kadmium, ortuť a 3-monochlórpropán-1,2-diol (3-MCPD) v niektorých potravinách, podľa prílohy č. 1 časť A,
- b) dioxíny a dioxínom príbuzné polychlórované bifenyly (PCB) v potravinách, podľa prílohy č. 1 časť B,
- c) cín v konzervovaných potravinách, podľa prílohy č. 1 časť C,
- d) benzo(a)pyrén v potravinách, podľa prílohy č. 1 časť D,
- e) aflatoxíny v niektorých potravinách, podľa prílohy č. 1 časť E,
- f) ochratoxín A v niektorých potravinách, podľa prílohy č. 1 časť F,
- g) patulín v niektorých potravinách, podľa prílohy č. 1 časť G,
- h) toxíny *Fusarium* v potravinách, podľa prílohy č. 1 časť H.

⁵⁾ Napr. STN EN 13804 Požívatiny. Stanovenie stopových prvkov – kritériá metód, všeobecné ustanovenia a príprava vzorky.

⁶⁾ § 11 ods. 2 a 3 výnosu Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 12. marca 2003 č. 451/2003-100 (oznámenie č. 118/2003 Z. z.).

⁷⁾ Čl. 12 nariadenia Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 z 29. apríla 2004 o úradných kontrolách uskutočňovaných za účelom zabezpečenia overenia dodržiavania potravinového a krmivového práva a predpisov o zdraví zvierat a o starostlivosti o zvieratá (Ú. v. EÚ, L 165, 30.4.2004).

§ 4

Transpozícia

Týmto výnosom sa preberajú právne akty Európskych spoločenstiev a Európskej únie uvedené v prílohe č. 2.

§ 5

Zrušovacie ustanovenie

Zrušujú sa § 3 ods. 7, príloha č. 3 a body 10 až 21 v prílohe č. 4 výnosu Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 15. marca 2004

**Minister zdravotníctva
Slovenskej republiky**

Rudolf Zajac, v. r.

č. 608/3/2004-100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca kontaminanty v potravinách, (oznámenie č. 241/2004 Z. z.), v znení výnosu č. 1907/2004–100 (oznámenie č. 476/2004 Z. z.), výnosu č. 3372/2004-100, (oznámenie č. 67/2005 Z. z.) a výnosu č. 2537/2005-100 (oznámenie č. 242/2005 Z. z.).

§ 6

Účinnosť

Tento výnos nadobúda účinnosť 1. januára 2006 okrem § 3 ods. 15 písm. h a prílohy č. 1 časť H, ktoré nadobúdajú účinnosť 1. júla 2006.

**Minister pôdohospodárstva
Slovenskej republiky**

Zsolt Simon, v. r.

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania niektorých kontaminantov
v potravinách

Časť A

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania pre úradnú kontrolu množstva olova,
kadmia, ortuti a 3-monochlórpropán-1,2-diolu v niektorých potravinách

I. Metódy odberu vzoriek pre úradnú kontrolu množstva olova, kadmia, ortuti a 3-monochlórpropán-1,2-diolu (3-MCPD) v niektorých potravinách

1. Plány odberu vzoriek

- 1.1. Vzorky je najvhodnejšie odberať na tom mieste, v ktorom daná potravina vstupuje do potravinového reťazca a v ktorom sa jednotlivá výrobná dávka stane identifikovateľnou. Použitá metóda odberu vzorky musí zabezpečiť, aby odobratá súhrnná vzorka bola reprezentatívna pre dávku, ktorú je potrebné kontrolovať.
- 1.2. Počet čiastkových vzoriek

Súhrnná vzorka má mať hmotnosť najmenej 1 kg, ak to nie je nepraktické, napr. ak sa odberá vzorka z jednotlivého balenia.

Ak ide o kvapalné výrobky, u ktorých možno predpokladať, že kontaminant je v dávke homogénne rozložený, stačí odobrať z jednej vzorkovanej dávky jednu čiastkovú vzorku, ktorá tvorí aj súhrnnú vzorku. Zároveň sa musí uviesť odkaz na označenie tejto vzorkovanej dávky. Kvapalné výrobky obsahujúce hydrolyzovanú rastlinnú bielkovinu (HRB) alebo tekutú sójovú omáčku sa musia pred odberom čiastkovej vzorky dôkladne premiešať alebo homogenizovať inými vhodnými spôsobmi. Pre ostatné výrobky je minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať z jednej vzorkovanej dávky uvedený v tabuľke č. 1. Čiastkové vzorky musia mať približne rovnakú hmotnosť. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do protokolu podľa § 3 ods. 5.

Tabuľka č. 1
Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať
z jednej vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (kg)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak sa vzorkovaná dávka skladá z jednotlivých balení, počet balení, ktoré sa musia odobrať, aby vytvorili súhrnnú vzorku, je uvedený v tabuľke č. 2.

Tabuľka č. 2

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať na vytvorenie súhrnnej vzorky, ak sa vzorkovaná dávka skladá z jednotlivých balení

Počet balení alebo jednotiek vo vzorkovanej dávke	Počet balení alebo jednotiek ktoré sa musia odobrať
1 až 25 26 až 100 > 100	1 balenie alebo 1 jednotka asi 5 %, najmenej 2 balenia alebo 2 jednotky asi 5 %, najviac 10 balení alebo 10 jednotiek

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Kontrolné laboratórium analyzuje laboratórnu vzorku na účely úradnej kontroly najmenej dvomi nezávislými analýzami a vypočíta priemernú hodnotu výsledkov.

Vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak priemerná hodnota nepresiahne príslušné najvyššie prípustné množstvo ustanovené v osobitnom predpise¹⁾ po zohľadnení neistoty merania a opravy (korekcie) výsledku vzhľadom na výtlačnosť,
- nevyhovujúca, ak priemerná hodnota jednoznačne presiahne príslušné najvyššie prípustné množstvo¹⁾ po zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výtlačnosť.

Uvedené pravidlá interpretácie výsledkov sú uplatniteľné na analytické výsledky získané zo vzorky odobratej na úradnú kontrolu.

Ak ide o analýzu na účel obhajoby alebo rozhodovacieho konania, uplatňujú sa vnútroštátne pravidlá.

II. Príprava laboratórnych vzoriek a kritériá analytických metód používaných na úradnú kontrolu množstva olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v niektorých potravinách

1. Úvod

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez toho, aby došlo k sekundárnej kontaminácii.

2. Špecifické postupy prípravy vzoriek na stanovenie olova, kadmia a ortuti

Existuje viacero špecifických postupov prípravy vzoriek na určovanie množstva olova, kadmia a ortuti, ktoré možno používať pre príslušné potraviny. Postupy podľa technickej normy²⁾ sa považujú za uspokojivé, ale aj iné metódy môžu byť rovnako vhodné.

Pre ďalej uvedené skupiny potravín platí

- ak ide o dvojchlopňové mäkkýše, kôrovce a malé ryby, ktoré sa za normálnych okolností konzumujú celé, analyzujú sa celé vrátane vnútorností,
- ak ide o zeleninu, analyzuje sa iba jedlá časť, ak tak ustanovuje osobitný predpis¹⁾.

¹⁾ Nariadenie Komisie (ES) č. 466/2001 z 8. marca 2001, ustanovujúce najvyššie prípustné množstvá niektorých kontaminantov v potravinách v platnom znení (U. v. EÚ, L 077, 16. 3. 2001).

²⁾ Napríklad STN EN 13804 Požívatiny. Stanovenie stopových prvkov – kritériá metód, všeobecné ustanovenia a príprava vzorky.

3. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

3.1. Všeobecné požiadavky

Metódy, ktorá sa majú používať na analýzu množstva olova vo víne ustanovuje osobitný predpis³⁾.

3.2. Osobitné požiadavky

3.2.1. Analýzy olova, kadmia a ortuti

Špecifické metódy stanovenia množstva olova, kadmia a ortuti nie sú predpísané. V laboratóriách by sa mala používať validovaná metóda, ktorá spĺňa kritériá uvedené v tabuľke č. 3. Ak je to možné, pri schvaľovaní musí byť medzi materiálmi používanými pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach aj certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka č. 3

Kritériá analytických metód na stanovenie množstva olova, kadmia a ortuti

Parameter	Hodnota/komentár
Aplikovateľnosť	potraviny uvedené v osobitnom predpise ¹⁾
Detekčný limit (medza dokázateľnosti)	najviac jedna desatina hodnoty ustanovenej v osobitnom predpise ¹⁾ okrem potravín, pre ktoré je hodnota ustanovená pre olovo menšia ako 0,1 mg/kg; vtedy najviac jedna pätina stanovenej hodnoty.
Kvantifikačný limit	najviac jedna pätina hodnoty ustanovenej v osobitnom predpise ¹⁾ , okrem potravín, pre ktoré je hodnota ustanovená pre olovo menšia ako 0,1 mg/kg; vtedy najviac dve pätiny hodnoty.
Presnosť (správnosť a zhodnosť)	pri validovaných spoločne vykonávaných skúškach sú hodnoty $HORRAT_r$ alebo $HORRAT_R$ menšie ako 1,5.
Výťažnosť	80 % až 120 % (podľa údajov uvedených pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach).
Špecifická	neexistuje matricová alebo spektrálna interferencia.

³⁾ Kapitola 35 prílohy k nariadeniu Komisie (ES) č. 2676/90, ktorým sa určujú metódy spoločenstva (Ú. v. ES, L 272, 3. 10. 1990).

3.2.2. Analýza 3-MCPD

Špecifické metódy stanovenia množstva 3-MCPD nie sú predpísané. V laboratóriách by sa mala používať schválená metóda, ktorá spĺňa kritériá uvedené v tabuľke č. 4. Ak je to možné, pri schvaľovaní musí byť medzi materiálmi používanými pri spoločne vykonávaných experimentálnych skúškach aj certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka 4
Kritériá na analytické metódy stanovenia obsahu 3-MCPD

Kritérium	Odporúčaná hodnota	Koncentrácia
Slepý pokus	menšia ako limit detekcie	–
Výťažnosť	75 % až 110 %	všetky
Kvantifikačný limit	najviac 10 µg/kg v sušine	–
Smerodajná odchýlka slepého pokusu	menej ako 4 µg/kg	–
Odhady internej (vlastnej) presnosti – smerodajná odchýlka opakovaných meraní pri rôznych koncentráciách	< 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

3.2.3. Kritéria spoľahlivosti – koncepcia neistoty

Vhodnosť metódy analýzy, ktorú používa laboratórium, možno posúdiť aj pomocou koncepcie neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálnu štandardnú neistotu možno vypočítať podľa vzorca:

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

v ktorom

U_f je maximálna štandardná neistota,

LOD je detekčný limit metódy,

C je príslušná koncentrácia,

α je numerický faktor závislý od hodnoty C ; jeho hodnoty, ktoré sa používajú, sú uvedené v tejto tabuľke:

C (µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1 000	0,15
1 001 – 10 000	0,12
$\geq 10 000$	0,1

U je rozšírená neistota merania pri použití koeficientu pokrytia 2, ktorý poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95 %.

Ak analytická metóda poskytuje výsledky s neistotou merania menšou ako maximálna štandardná neistota, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa vyššie uvedené kritériá spoľahlivosti.“.

3.3. **Odhad analytickej presnosti, výpočet výťažnosti a uvádzanie výsledkov**

Presnosť analýzy sa všade, kde je to možné, odhaduje zaradením vhodných certifikovaných referenčných materiálov do analýzy.

Analytický výsledok sa uvádza opravený (korigovaný) vzhľadom na výťažnosť alebo bez opravy vzhľadom na výťažnosť. Spôsob uvádzania výsledku a hodnota výťažnosti sa musia uviesť.

Pri analýzach sa odporúča prihliadať na „Správu Európskej komisie o vzťahu medzi analytickými výsledkami, neistotou merania, faktormi obnovy a ustanoveniami právnych predpisov EÚ v oblasti potravín“, 2004.

Analytický výsledok sa uvádza ako $x \pm U$, kde x je analytický výsledok a U je neistota merania.

3.4. Výsledky analýz sa vyjadrujú v tých istých jednotkách ako najvyššie prípustné hodnoty ustanovené v osobitnom predpise¹⁾.

Časť B

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva dioxínov a dioxínom príbuzných polychlórovaných bifenylov (PCB) v niektorých potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva dioxínov (PCDD/PCDF) a dioxínom príbuzných PCB v niektorých potravinách

1. Účel a rozsah platnosti

Vzorky určené na úradnú kontrolu množstva dioxínov (PCDD/PCDF) a dioxínom príbuzných PCB⁴⁾ v potravinách sa odoberajú metódami uvedenými v tejto časti. Takto získané súhrnné vzorky sa považujú za reprezentatívne pre celú vzorkovanú dávku alebo jej časť. Množstvo dioxínov (PCDD/PCDF) a dioxínom príbuzných PCB, zistené v laboratórnych vzorkách, sa porovná s najvyšším prípustným množstvom dioxínov (PCDD/PCDF) a dioxínom príbuzných PCB v osobitnom predpise¹⁾.

2. Plány odberu vzoriek

Kongenér	hodnota TEF	Kongenér	hodnota TEF
dibenzo-<i>p</i>-dioxíny (PCDD)		dioxínom príbuzné PCB: <i>non-orto</i>-PCB a <i>mono-orto</i>-PCB	
2,3,7,8-TCDD	1	<i>non-orto</i>-PCB	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
dibenzofurány (PCDF)		<i>mono-orto</i>-PCB	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Použitie skratky: T = tetra, Pe = penta, Hx = hexa, Hp = hepta, O = okta, CDF = chlórdibenzofurán, CB = chlórifenyl.

⁴⁾ Tabuľka hodnôt WHO TEF pre odhad rizika u ľudí na základe záverov konferencie Svetovej zdravotníckej organizácie v Štokholme, Švédsko, 15. - 18. júna 1997 (Van der Berg a kol. (1998), Faktory ekvivalencie toxicity (TEF) pre PCB, PCDD, PCDF pre ľudí a voľne žijúcu zver. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775.

2.1. Použitá metóda odberu vzoriek musí zabezpečiť, aby súhrnná vzorka bola reprezentatívna pre vzorkovanú dávku.

2.2. Počet čiastkových vzoriek

Ak ide o mlieko a oleje, u ktorých sa predpokladá homogénne rozptýlenie sledovaných kontaminantov vo vzorkovanej dávke, je postačujúci odber troch čiastkových vzoriek na každú vzorkovanú dávku, ktoré potom vytvárajú súhrnnú vzorku. Súhrnná vzorka sa musí označiť číslom vzorkovanej dávky. Pre iné potraviny je najmenší počet odoberaných čiastkových vzoriek uvedený v tabuľke č. 1.

Súhrnná vzorka vytvorená zo všetkých čiastkových vzoriek má mať hmotnosť najmenej 1 kg, okrem prípadov, ak je to nepraktické, napr. ak sa má skúšať jedno balenie. Čiastkové vzorky majú mať približne rovnakú hmotnosť. Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť najmenej 100 gramov. Hmotnosť čiastkových vzoriek závisí od veľkosti zložiek vzorkovanej dávky. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do protokolu podľa § 3 ods.5. Veľkosť vzorky slepačích vajec je podľa osobitného predpisu⁵⁾ najmenej 12 vajec (pre veľkoobjemové dodávky ako aj pre vzorkované dávky pozostávajúce z individuálnych balení, tabuľka 1 a 2).

Tabuľka č. 1

Najmenší počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať z jednej vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (kg)	Najmenší počet odoberaných čiastkových vzoriek
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak vzorkovaná dávka pozostáva z individuálnych balení, potom je počet balení, ktoré sa odoberú na vytvorenie súhrnnej vzorky, uvedený v tabuľke 2.

Tabuľka č. 2

Najmenší počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať na vytvorenie súhrnnej vzorky, ak sa vzorkovaná dávka skladá z jednotlivých balení

Počet balení alebo jednotiek vo vzorkovanej dávke	Počet odoberaných balení alebo jednotiek
1 až 25 26 až 100 > 100	1 balenie alebo 1 jednotka približne 5 %, najmenej 2 balenia alebo 2 jednotky približne 5 %, najviac 10 balení alebo 10 jednotiek

⁵⁾ Rozhodnutie Komisie 97/747/ES z 27. októbra 1997, ktorým sa určujú množstva a frekvencia odberu vzoriek, ustanovené v smernici rady 96/23/ES pre monitorovanie niektorých látok a ich reziduí v niektorých živočíšnych produktoch (Ú. v. ES, L 110, 6.11.1997).

- 2.3. Osobitné ustanovenia pre odber vzoriek z dávok obsahujúcich celé ryby
Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa odoberajú zo vzorkovanej dávky, je uvedený v tabuľke č. 1. Súhrnná vzorka, ktorá sa skladá zo všetkých čiastkových vzoriek, musí mať hmotnosť najmenej 1 kg, ak to nie je nepraktické, napr. ak sa má skúšať jedno balenie.
- 2.3.1. Ak vzorkovaná dávka, z ktorej sa má odobrať vzorka, obsahuje malé ryby (jednotlivé ryby o hmotnosti menej ako 1 kg), odoberá sa ako čiastková vzorka na vytvorenie súhrnnej vzorky celá ryba. Ak hmotnosť výslednej súhrnnej vzorky je viac ako 3 kg, čiastková vzorka o hmotnosti najmenej 100 g môže pozostávať zo strednej časti ryby, ktorá tvorí súhrnnú vzorku. Celá časť, na ktorú sa vzťahuje najvyššie prípustné množstvo, sa používa na homogenizáciu vzorky.
- 2.3.2. Ak vzorkovaná dávka, z ktorej sa má odobrať vzorka, obsahuje väčšie ryby (jednotlivé ryby o hmotnosti viac ako 1 kg), ako čiastková vzorka sa odoberá stredná časť ryby. Každá čiastková vzorka musí mať hmotnosť najmenej 100 g. Ak vzorkovaná dávka, z ktorej sa má odobrať vzorka, pozostáva z veľmi veľkých rýb (t.j. viac ako 6 kg) a odobratie kusa zo strednej časti ryby by spôsobilo závažnú hospodársku škodu, za dostatočné možno považovať odobratie troch čiastkových vzoriek, každá o hmotnosti najmenej 350 g, bez ohľadu na veľkosť dávky.

3. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak analytický výsledok jednotlivých analýz nepresahuje príslušné najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ pri zohľadnení neistoty merania,
- nevyhovujúca vzhľadom na najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾, ak analytický výsledok potvrdený opakovanou analýzou a vypočítaný ako priemerná hodnota najmenej dvoch nezávislých stanovení bez akýchkoľvek pochybností presahuje najvyššie prípustné množstvo pri zohľadnení neistoty merania.

Zohľadnenie neistoty merania možno vykonať týmito postupmi:

- výpočtom rozšírenej neistoty merania pri použití koeficientu pokrytia 2, ktorý poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95 %,
- zavedením rozhodovacieho limitu ($CC\alpha$) - podľa bodu 3.1.2.5 prílohy osobitného predpisu⁶⁾ (látka s ustanoveným povoleným limitom).

Uvedené pravidlá interpretácie výsledkov sú uplatniteľné na analytický výsledok získaný zo vzorky na úradnú kontrolu.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva dioxínov (PCDD/PCDF) a na stanovenie dioxínom príbuzných PCB v niektorých potravinách

1. Účel a oblasť použitia

Tieto požiadavky sa vzťahujú na analýzy potravín na účely úradnej kontroly množstva dioxínov (polychlóvaných dibenzo-*p*-dioxínov/PCDD/) a polychlóvaných dibenzofuránov /PCDF/) a na stanovenie dioxínom príbuzných PCB.

⁶⁾ Rozhodnutie Komisie 2002/657/ES z 12. augusta 2002, ktorým sa vykonáva smernica Rady 96/23/ES týkajúca sa vykonávania analytických metód a interpretácie výsledkov v platnom znení (Ú. v. ES L 221, 17.8.2002).

Monitorovanie prítomnosti dioxínov v potravinách sa môže uskutočňovať stratégiou zahŕňajúcou screeningovú (orientačnú) metódu na vyčlenenie takých vzoriek, v ktorých je množstvo dioxínov a dioxínom príbuzných PCB menej ako 30 až 40 % pod alebo nad najvyšším prípustným množstvom. Množstvo dioxínov vo vzorkách s významnými hladinami je potrebné stanoviť potvrdzujúcou (konfirmačnou) metódou.

Screeningové metódy sú metódy, ktoré sa používajú na priame zistenie prítomnosti dioxínov a dioxínom príbuzných PCB v sledovaných hladinách. Týmito metódami možno analyzovať veľký počet vzoriek, používajú sa na orientačné vyčlenenie potenciálne pozitívnych vzoriek. Sú osobitne navrhnuté tak, aby zabránili chybnému (falošnému) negatívnym výsledkom.

Konfirmačné metódy sú metódy poskytujúce úplnú alebo rozšírenú informáciu umožňujúcu, aby množstvo dioxínov a dioxínom príbuzných PCB bolo jednoznačne identifikované a kvantifikované.

2. Základy analýzy

Pretože environmentálne a biologické vzorky (vrátane vzoriek potravín) obsahujú vo všeobecnosti zložitú zmes rôznych dioxínom príbuzných látok, bol zavedený pojem faktorov ekvivalentnej toxicity (TEF) na umožnenie odhadu rizika. Hodnoty TEF boli zavedené na vyjadrenie množstva zmesi 2,3,7,8-substituovaných PCDD a PCDF a najnovšie aj niektorých *non-orto-* a *mono-orto-* chlóróm substituovaných PCB, ktoré majú dioxínom príbuznú aktivitu v ekvivalentoch toxicity (TEQ) s 2,3,7,8-TCDD⁴⁾.

Množstvá jednotlivých látok v danej vzorke sa vynásobia ich príslušnými hodnotami TEF a následne sčítajú, aby dali celkovú koncentráciu dioxínom príbuzných zlúčenín vyjadrených ako TEQ.

Koncepcia „hornej medze“ vyžaduje použitie hodnoty medze stanoviteľnosti (LOQ) pre podiel každého nekvantifikovaného kongeneru k TEQ.

Koncepcia „dolnej medze“ vyžaduje použitie nulového podielu každého nekvantifikovaného kongeneru k TEQ.

Koncepcia „strednej medze“ vyžaduje použitie polovičnej hodnoty medze stanoviteľnosti (LOQ) podielu každého nekvantifikovaného kongeneru k TEQ.

Len na účely tohto výnosu je akceptovanou špecifickou hranicou určenia jednotlivého kongeneru koncentrácia analytu v extrakte vzorky, ktorá spôsobuje reakciu meracieho prístroja na dvoch rozličných iónoch, ktoré sa musia sledovať s pomerom signál/šum 3 : 1 pri menej citlivom signále a ktorá spĺňa základné požiadavky, ako napr. retenčný čas a pomer izotopov v súlade s určením postupu, ako je to opísané v metóde EPA 1613 revízia B.

3. Záväzné požiadavky na zabezpečenie kvality pri príprave vzoriek

- 3.1. Musia byť prijaté opatrenia, ktoré zabránia krížovej kontaminácii v každom stupni odberu vzoriek a procesov analýzy.

- 3.2. Vzorky možno skladovať a prepravovať len v sklenených, hliníkových, polypropylénových alebo polyetylénových obaloch. Z obalov na vzorky sa musia odstrániť zvyšky prachu z papiera. Používané sklo sa oplachuje rozpúšťadlami, ktoré boli vopred testované na prítomnosť dioxínov.
- 3.3. Skladovanie a preprava vzorky sa musí uskutočňovať spôsobom, ktorý zachováva celistvosť potravinovej vzorky.
- 3.4. Ak je to možné, jemné rozomletie a dôkladné premiešanie každej laboratórnej vzorky sa uskutočňuje postupom, ktorý preukázateľne zabezpečí dokonalú homogenizáciu (napr. rozomlievanie do stupňa schopnosti prechodu 1 mm sitom); vzorky musia byť pred rozomlievaním vysušené, ak obsahujú príliš veľa vlhkosti.
- 3.5. Slepý pokus sa vykonáva tak, že z úplného postupu analýzy sa vynechá len prídanie vzorky.
- 3.6. Hmotnosť vzorky použitej na extrakciu musí byť dostatočná na splnenie požiadaviek so zreteľom na citlivosť.
- 3.7. Existuje veľa vyhovujúcich postupov (metód) na prípravu vzoriek s ohľadom na výrobok (matricu). Oprávnenosť postupov (metód) musí byť potvrdená v súlade s medzinárodne prijatými usmerneniami.

4. Požiadavky na laboratóriá

- 4.1. Laboratóriá preukazujú schopnosť uplatniť metódu v rozsahu najvyššieho prípustného množstva, napr. 0,5-, 1- a 2-násobku najvyššieho prípustného množstva s prijateľným variačným koeficientom na opakovanú analýzu. Podrobnosti o prijateľných kritériách sú uvedené v bode 5.
- 4.2. Medza stanoviteľnosti (LOQ) konfirmačnej metódy by mala byť v rozsahu približne okolo jednej pätiny najvyššieho prípustného množstva, aby bolo zaručené, že v rozsahu najvyššieho prípustného množstva sa získajú prijateľné hodnoty variačných koeficientov.
- 4.3. Na internú kontrolu kvality by sa mali pravidelne vykonávať analýzy bez vzorky (slepý pokus) a analýzy s prídavkom štandardov alebo analýzy kontrolných vzoriek (prednostne certifikovaných referenčných materiálov, ak sú dostupné).
- 4.4. Najlepší spôsob ako potvrdiť kompetentnosť laboratórií pre špecifické analýzy je ich úspešná účasť v medzilaboratórnych testoch, ktoré posúdia odbornosť laboratórií. Ale úspešná účasť v medzilaboratórnych testoch, napr. vzoriek pôdy alebo odpadových vôd, nepotvrdzuje nevyhnutne kompetentnosť aj v oblasti vzoriek potravín alebo krmív, v ktorých sú prítomné menšie množstvá kontaminantov. Preto je povinná trvalá účasť v medzilaboratórnych testoch stanovenia dioxínov a dioxínom príbuzných PCB v príslušných krmivových alebo potravinových matriciach.

5. Požiadavky na analytický postup pre dioxíny a dioxínom príbuzné PCB

Základné požiadavky pre prijateľnosť analytických postupov:

- 5.1. *Vysoká citlivosť a nízke medze detekcie.* Pre PCDD a PCDF musia byť detekovateľné množstvá v rozsahu pikogramov TEQ (10^{-12} g) z dôvodu extrémnej toxicity niektorých z týchto zlúčenín. Je

známe, že PCB sa vyskytujú vo vyšších množstvách ako PCDD a PCDF. Pre väčšinu kongenéro PCB je postačujúca medza detekcie už v nanogramoch (10^{-9} g). Na meranie toxickejších kongenéro dioxínom príbuzných PCB (najmä *non-orto*-substituovaných kongenéro) však musí byť dosiahnutá rovnaká medza dôkazu ako pre PCDD a PCDF.

- 5.2. *Vysoká selektivita (špecificita)*. Vyžaduje sa rozlíšenie PCDD, PCDF a dioxínom príbuzných PCB od iných látok, s ktorými sú spoločne extrahované a pravdepodobne interferujúce a ktoré sú prítomné v koncentráciách aj o niekoľko poriadkov vyšších ako tie, ktoré sú predmetom analýzy. Pre metódy plynovej chromatografie/hmotnostnej spektroskopie (GC/MS) je potrebná diferenciácia medzi rôznymi príbuznými látkami, tak ako medzi toxickými (napr. sedemnást' 2,3,7,8-substituovaných PCDD, PCDF a dioxínom príbuzných PCB) a ostatnými kongenérmi. Biotesty (bioassays) by mali byť schopné vyselektovať hodnoty TEQ ako súčet PCDD, PCDF a dioxínom príbuzných PCB.
- 5.3. *Vysoká spoľahlivosť (správnosť a presnosť merania)*. Stanovenie by malo poskytnúť spoľahlivý odhad skutočných koncentrácií vo vzorke. Je potrebné dosahovať vysokú spoľahlivosť (spoľahlivosť merania: blízkosť k zhode medzi výsledkom merania a meraním so skutočnou alebo určenou hodnotou z merania), aby sa predišlo odmietnutiu analytického výsledku vzorky na základe nízkej spoľahlivosti odhadu TEQ. Spoľahlivosť je vyjadrená správnosťou (rozdielom medzi priemernou hodnotou z merania analytu v certifikovanom materiáli a certifikovanou hodnotou, vyjadreným v percentách z tejto hodnoty) a presnosťou (presnosť je zvyčajne vypočítaná ako smerodajná odchýlka zahrňujúca opakovateľnosť a reprodukovateľnosť; indikuje blízkosť k zhode medzi výsledkami získanými viacnásobným aplikovaním experimentálneho postupu za predpísaných podmienok).

Screeningové metódy môžu zahŕňať biotesty a GC/MS metódy; konfirmačné metódy sú metódy vysokorozlišovacej plynovej chromatografie/vysokorozlišovacej hmotnostnej spektroskopie (HRGC/HRMS). Tieto kritéria musia byť v súlade s celkovou hodnotou TEQ:

Screeningové metódy		Konfirmačné metódy
Podiel chybné (falošne) negatívnych výsledkov	<1 %	
Správnosť		- 20 % až + 20 %
Variačný koeficient	< 30 %	< 15 %

6. Špecifické požiadavky na metódy GC/MS, aby boli vyhovujúce na screeningové a konfirmačné účely

- 6.1. Na začiatku analýzy sa musia pridať ^{13}C -označené 2,3,7,8-chlórs substituované interné štandardy PCDD/PCDF (a ^{13}C -označené interné štandardy dioxínom príbuzných PCB, ak majú byť stanovované dioxínom príbuzné PCB), napr. pred extrakciou, aby sa potvrdila platnosť analytického postupu. Pridaný musí byť najmenej jeden z kongenéro pre každú tetra- až oktachlórovanú homologickú skupinu pre PCDD/PCDF (a najmenej jeden z kongenéro pre každú homologickú

skupinu dioxínom príbuzných PCB, ak majú byť stanovované dioxínom príbuzné PCB); alternatívne musí byť pridaný najmenej jeden kongenér pre každý ión vybraný (vyselektovaný) hmotnostnou spektrometriou, využívaný pri monitorovaní PCDD/PCDF a dioxínom príbuzných PCB. Jednoznačne sa odporúča, najmä ak ide o konfirmačné metódy, použitie všetkých 17 ¹³C-označených 2,3,7,8-chlórs substituovaných interných štandardov PCDD/PCDF a všetkých 12 ¹³C-označených interných štandardov dioxínom príbuzných PCB (ak majú byť stanovované dioxínom príbuzné PCB).

Relatívne odozvové faktory majú byť stanovené tiež pre tie kongenéry, pre ktoré sa nepridali ¹³C-označené analógy, a to použitím zodpovedajúcich kalibračných roztokov.

- 6.2. Pridanie interných štandardov je povinné pred extrakciou, ak ide o potraviny rastlinného pôvodu a potraviny živočíšneho pôvodu obsahujúcich menej ako 10 % tuku. Ak ide o potraviny živočíšneho pôvodu obsahujúce viac ako 10 % tuku, môžu byť interné štandardy pridané buď pred extrakciou alebo po extrakcii tuku. Malo by sa uskutočniť primerané overenie účinnosti extrakcie v závislosti na štádiu, v ktorom sa pridávajú interné štandardy a na tom, či sa výsledky uvádzajú na hmotnosť vzorky alebo na tukový podiel.
- 6.3. Pred GC/MS analýzami sa musí pridať jeden štandard alebo dva štandardy na stanovenie výťažnosti.
- 6.4. Potrebná je kontrola výťažnosti štandardov. Pre konfirmačné metódy by výťažnosti jednotlivých interných štandardov mali byť v rozpätí od 60 % do 120 %. Nižšie alebo vyššie výťažnosti jednotlivých kongenérov, najmä niektorých hepta- alebo oktachlórovaných dibenzodioxínov a dibenzofuránov, sú akceptovateľné za podmienky, že ich podiel na hodnote TEQ nepresahuje 10 % z celkovej hodnoty TEQ (založenej len na PCDD/PCDF). Pre screeningové metódy by výťažnosť mala byť v rozpätí od 30 % do 140 %.
- 6.5. Oddelenie dioxínov od interferujúcich chlórovaných zlúčenín ako sú PCB a chlórované difenylétery sa má vykonávať vhodnými chromatografickými postupmi (pokiaľ možno s florisilovou, oxido-hlinitou kolónou a/alebo kolónou s aktívnym uhlím).
- 6.6. Rozdelenie izomérov pomocou plynovej chromatografie by malo byť postačujúce (< 25 % prekrytia píkovej medzi 1,2,3,4,7,8-HxCDF a 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- 6.7. Stanovenie sa má uskutočniť metódou EPA 1613, revízia B: tetra- až po oktachlórované dioxíny a furány pomocou izotopového zriedenia HRGC/HRMS alebo inou metódou s porovnateľnými kritériami účinnosti.
- 6.8. Rozdiel medzi hladinami obsahu pri koncepcii hornej medze a dolnej medze by nemal presiahnuť 20 %, ak ide o potraviny kontaminované dioxínmi okolo 1 pg WHO-TEQ/g tuku (založenej len na PCDD/PCDF). Ak ide o potraviny s nízkym obsahom tuku, musia sa uplatňovať rovnaké požiadavky na množstvo kontaminantov – okolo 1 pg WHO-TEQ/g produktu. Pre nižšie množstvá kontaminantov, napríklad 0,50 pg WHO-TEQ/g produktu, rozdiel medzi množstvom pri koncepcii hornej medze a dolnej medze by mal byť v intervale od 25 do 40 %.

7. Screeningové metódy analýzy

7.1. Úvod

Pri použití screeningovej metódy možno realizovať rozdielne analytické prístupy, a to screeningový prístup a kvantitatívny prístup.

7.1.1. Screeningový prístup

Výsledky zo vzoriek sa porovnávajú s výsledkami referenčnej vzorky. Vzorky s výsledkom nižším ako v referenčnej vzorke sa vyhlásia za negatívne; vzorky s výsledkom vyšším ako v referenčnej vzorke sa pokladajú za pozitívne.

Požiadavky:

Slepá vzorka a referenčná (kontrolná) vzorka musia byť zahrnuté do každej série testov, ktorá je extrahovaná a analyzovaná súčasne za rovnakých podmienok. Referenčná vzorka musí jasne preukázať vyšší výsledok v porovnaní so slepou vzorkou.

Môžu byť zahrnuté ďalšie referenčné vzorky s 0,5- a 2-násobným množstvom ako dôkaz zodpovedajúceho výkonu testu v rozsahu hodnoteného intervalu.

Pri testovaní iných matric musí byť preukázaná vhodnosť referenčnej vzorky/vzoriek, prednostne zahrnutím vzoriek, ktoré vykazujú podľa HRGC/HRMS hladiny TEQ okolo (blízke) hodnoty referenčnej vzorky alebo tiež, že slepá vzorka nevykazuje túto hladinu.

Keďže interné štandardy nemožno používať pri biotestoch, testy opakovateľnosti sú veľmi dôležité na získanie informácie o štandardnej odchýlke v rámci jednej série testov. Varičný koeficient by mal byť pod 30 %.

Pri biotestoch by sa pre stanovované zlúčeniny mali definovať možné interferencie a najvyššie tolerovateľné výsledky pre slepé pokusy.

7.1.2. Kvantitatívny prístup

Kvantitatívny prístup vyžaduje štandardne zriedené série, dvakrát až trikrát opakované čistenie a meranie, ako aj slepé pokusy a kontroly výťažnosti. Výsledok môže byť vyjadrený ako TEQ, vychádzajúc z predpokladu, že zlúčeniny zodpovedné za signál zodpovedajú TEQ princípu. Toto sa môže uskutočniť použitím TCDD (alebo dioxínovo-furánovej štandardnej zmesi) na vytvorenie kalibračnej krivky pre výpočet hladiny TEQ v extrakte a tým aj vo vzorke. Vypočítaná hodnota sa následne koriguje podľa hladiny TEQ vypočítanej pre slepý pokus (aby sa zahrnuli nečistoty z použitých rozpúšťadiel a chemikálií) a podľa výťažnosti (vypočítanej z hladiny TEQ vo vzorke na kontrolu kvality s hodnotou približne na sledovanej úrovni). Je dôležité poznamenať, že časť strát výťažnosti môže byť spôsobená matricovým efektom a/alebo rozdielmi medzi hodnotami TEF z biotestov a oficiálnymi hodnotami TEF podľa WHO.

7.2. Požiadavky na metódy analýzy používané na screeningové testovanie

7.2.1. Metódy GC/MS analýzy a biotesty možno používať na screeningové testovanie. Na metódy GC/MS sú požiadavky, ktoré majú byť splnené, uvedené v bode 6. Špecifické požiadavky pre bunkové biotesty sú uvedené v bode 7.3. a na biotesty pomocou súprav v bode 7.4.

7.2.2. Je potrebná informácia o počte falošne pozitívnych a falošne negatívnych výsledkov z veľkého súboru vzoriek pod a nad najvyššou prípustnou hladinou obsahu alebo účinkujúcou hladinou obsahu, v porovnaní s obsahom TEQ, aký bol stanovený konfirmačnou metódou analýzy. Bežný podiel falošne negatívnych výsledkov by mal byť pod 1 %. Podiel falošne pozitívnych výsledkov by mal byť dostatočne nízky, aby bolo výhodné používať danú screeningovú metódu.

7.2.3. Pozitívne výsledky musia byť vždy potvrdené konfirmačnou metódou analýzy (HRGC/HRMS). Okrem toho vzorky so širokým intervalom TEQ hodnôt by mali byť potvrdené HRGC/HRMS (približne 2 % až 10 % negatívnych vzoriek). Mala by byť dostupná informácia o vzájomnom súlade medzi biotestami a výsledkami HRGC/HRMS.

7.3. Špecifické požiadavky na bunkové biotesty

7.3.1. Pri uskutočňovaní biotestu každý vykonaný test vyžaduje sériu referenčných koncentrácií TCDD alebo dioxínovo-furánovej zmesi (krivka výsledkov s plnou dávkou s $R^2 > 0.95$). Ale na orientačné účely možno použiť krivku rozšírenú o časť s oblasťou nízkych hladín obsahu pre analýzu vzoriek s nízkou hladinou obsahu.

7.3.2. Na liste regulačných diagramov by mala byť uvedená referenčná koncentrácia TCDD (približne 3-násobok medze stanoviteľnosti) pre výstup testu za rovnaký časový úsek. Alternatívou môže byť relatívny výsledok referenčnej vzorky porovnaný s kalibračnou krivkou TCDD, pretože výsledok na bunkách môže závisieť od množstva faktorov.

7.3.3. Regulačné diagramy pre každý typ referenčného materiálu by sa mali zaznamenávať a overovať tak, aby sa zabezpečilo, že výsledky sú v súlade s určenými usmerneniami.

7.3.4. Ak ide o kvantitatívne výpočty, počiatková časť výsledkov na kalibračnej krivke, zodpovedajúca zriedeným vzorkám, musí dávať lineárnu závislosť. Vzorky, ktorých výsledky sú nad lineárnou časťou krivky, sa musia zriediť a znova testovať. Preto sa odporúča naraz testovať aspoň tri riedenia alebo viac rôznych riedení.

7.3.5. Percento štandardnej odchýlky by nemalo byť nad 15 % pri trojnásobnom stanovení pre každé zriedenie vzorky a nie nad 30 % medzi tromi nezávislými pokusmi.

7.3.6. Detekčný limit môže byť nastavený ako 3-násobok štandardnej odchýlky slepého pokusu s rozpúšťadlom alebo výsledku pozadia. Iný prístup využíva výsledok, ktorý je nad pozadím (počiatočný 5-násobný faktor oproti slepému pokusu s rozpúšťadlom), vypočítaný z dennej kalibračnej krivky. Medza stanoviteľnosti môže byť nastavená ako 5- až 6-násobok štandardnej odchýlky slepého pokusu s rozpúšťadlom alebo výsledku pozadia alebo uplatnením výsledku, ktorý je nad pozadím (počiatočný 10-násobný faktor oproti slepému pokusu s rozpúšťadlom), vypočítaný z kalibračnej krivky z daného dňa.

7.4. Špecifické požiadavky na biotesty so súpravou^(*)

^(*) Doteraz nebola zaznamenaná informácia o komerčne dostupnej súprave na biotesty, ktorá by mala dostatočnú medzu dôkazu a spoľahlivosť na použitie pre orientačné testovanie prítomnosti dioxínov vo vyžadovaných hladinách obsahu vo vzorkách potravín a krmív.

- 7.4.1. Musia sa dodržiavať pokyny výrobcu pre prípravu vzoriek a uskutočnenie analýz.
- 7.4.2. Testovacie súbory sa nemajú používať po dátume expirácie.
- 7.4.3. Materiály alebo súčasti určené na použitie v iných súpravách sa nesmú používať.
- 7.4.4. Testovacie súbory sa musia uchovávať pri odporúčaných skladovacích podmienkach (napr. teplota, vlhkosť, tmavá miestnosť a pod.) a používať pri odporúčaných pracovných podmienkach.
- 7.4.5. Detekčný limit pre imunologické skúšky je stanovený ako 3-násobok štandardnej odchýlky, odvodený z 10 opakovaní analýz slepej vzorky, vydelenej hodnotou smernice lineárnej regresnej závislosti.
- 7.4.6. Na testy v laboratóriách by sa mali používať referenčné štandardy na overenie, či citlivosť k štandardu je v rámci prijateľného intervalu.

8. Správa o výsledku

Pokiaľ to použité analytické postupy umožňujú, analytické výsledky by mali obsahovať hladiny obsahu jednotlivých PCDD/PCDF a PCB príbuzných látok a mali by byť uvedené podľa koncepcie dolnej, hornej a strednej medze, aby zahŕňali čo najviac informácií pri dokladovaní výsledkov a aby tým umožňovali interpretáciu (výklad) výsledkov podľa špecifických požiadaviek.

Správa by mala tiež obsahovať informáciu o obsahu tukov vo vzorke, rovnako ako o metóde použitej na extrakciu tukov.

Údaje o výťažnosti jednotlivých interných štandardov musia byť prístupné, ak ich hodnoty ležia mimo intervalu uvedeného v bode 6, pri presiahnutí najvyšších prípustných množstiev a na požiadanie aj v ostatných prípadoch.

Časť C

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva cínu v konzervovaných potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva cínu v konzervovaných potravinách

1. Plány odberu vzoriek

Použitá metóda odberu vzoriek musí zabezpečiť, že súhrnná vzorka je reprezentatívna pre kontrolovanú dávku.

1.1. Počet čiastkových vzoriek.

Najmenší počet čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať z konzerv z jednej vzorkovanej dávky musí zodpovedať údaju v tabuľke č. 1. Čiastkové vzorky odobraté z každej konzervy musia mať približne rovnakú hmotnosť a vytvárať spolu súhrnnú vzorku.

Tabuľka č. 1

Počet konzerv (čiastkových vzoriek), ktoré sa musia odobrať na vytvorenie súhrnnej vzorky

Počet konzerv v dávke alebo jej časti	Počet konzerv, ktoré sa musia odobrať
1 až 25 26 až 100 > 100	najmenej 1 konzerva najmenej 2 konzervy 5 konzerv

Najvyššie prípustné množstva cínu uvedené v osobitnom predpise¹⁾ sa vzťahujú na obsah každej konzervy, ale na uľahčenie skúšky je treba pracovať so súhrnnou vzorkou. Ak je výsledok skúšky pre súhrnnú vzorku nižší, ale tesne pod najvyššou hodnotou a ak je podozrenie, že jednotlivé konzervy môžu presiahnuť najvyššiu hodnotu, potom možno požadovať ďalšie vyšetrenia.

1.2. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja sa vykonáva, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami na odber vzoriek. Ak to nie je možné, v štádiu maloobchodného predaja možno použiť iný účinný postup odberu vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť odoberanej vzorky.

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Kontrolné laboratórium analyzuje laboratórnu vzorku na účely úradnej kontroly najmenej v dvoch paralelných analýzach a vypočíta priemernú hodnotu výsledkov.

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak priemerná hodnota výsledkov nepresiahla príslušnú najvyššiu hodnotu ustanovenú v osobitnom predpise¹⁾ po zohľadnení neistoty merania a po korekcii na výtlačnosť,
- nevyhovujúca, ak priemer výsledkov, po zohľadnení neistoty merania a po korekcii na výtlačnosť, presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva cínu v konzervovaných potravinách

1. Preventívne opatrenia a všeobecné opatrenia

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez zanesenia sekundárnej kontaminácie.

Zamestnanec vykonávajúci analýzu zabezpečí, aby sa vzorky počas ich prípravy nekontaminovali. Prístroje prichádzajúce do kontaktu so vzorkou musia byť podľa možnosti vyrobené z inertných materiálov, napríklad z plastov, ako sú polypropylén, polytetrafluóretylén (PTFE), ktoré sú očistené kyselinou, aby sa minimalizovalo riziko kontaminácie. Na otváranie konzerv sa používajú nástroje z vysokokvalitnej nehrdzavejúcej ocele.

Celá vzorka materiálu doručená do laboratória sa použije na prípravu skúšobnej vzorky. Dôkladná homogenizácia vzorky je podmienkou získania reprodukovateľných výsledkov.

2. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

2.1. Osobitné požiadavky

Ak na úrovni Spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy na stanovenie cínu v konzervovaných potravinách, laboratória si môžu vybrať akúkoľvek validovanú metódu, ak táto spĺňa kritéria spoľahlivosti uvedené v tabuľke č. 2. Ak je to možné, validácia má zahŕňať aj certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka č. 2
Kritériá spoľahlivosti metód analýzy pre cín

Parameter	Hodnota/poznámka
Použiteľnosť	potraviny bližšie určené v nariadení (ES) č. 242/2004
Limit detekcie	najviac 5 mg/kg
Limit kvantifikácie	najviac 10 mg/kg
Presnosť	hodnoty HORRAT _r alebo HORRAT _R menej ako 1,5 pri validácii
Výťažnosť	80 % až 105 % (ako je uvedené vo výsledkoch validačného procesu)
Špecifickosť	nezávislé od matrice alebo bez spektrálnych interferencií

2.1.1. Kritériá spoľahlivosti – koncepcia neistoty

Vhodnosť metódy analýzy, ktorú používa laboratórium, možno posúdiť aj pomocou koncepcie neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálnu štandardnú neistotu možno vypočítať podľa tohto vzorca:

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

kde:

U_f je maximálna štandardná neistota

LOD je limit detekcie metódy

C je príslušná koncentrácia

Ak analytická metóda poskytne výsledky s neistotou merania nižšou ako je maximálna štandardná neistota, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v tabuľke č. 2.

2.2. Výpočet výtlačnosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa uvádza opravený (korigovaný) na výtlačnosť alebo bez korekcie na výtlačnosť. Musí sa uviesť spôsob uvedenia výsledku a hodnota výtlačnosti. Pri kontrole zhody sa používa analytický výsledok korigovaný na výtlačnosť. Odporúča sa postupovať podľa „Zosúladeného usmernenia na použitie výtlačnosti pri analytickom meraní“⁽⁷⁾.

Výsledok analýzy sa uvádza vo forme $x \pm U$, pričom x je výsledok analýzy a U je neistota merania.

2.3. Ostatné faktory, ktoré sa zohľadňujú pri analýze

Skúška spôsobilosti

Spôsobilosť laboratória na vykonávanie analýz možno posudzovať podľa účasti vo vhodných skúškach spôsobilosti⁽⁸⁾.

Niektoré z týchto programov sú osobitne orientované najmä na stanovenie cínu v potravinách a účasť na takomto programe sa odporúča prednostne pred uplatnením všeobecného programu stanovovania kovov v potravinách.

Interná kontrola kvality

Laboratória musia byť schopné preukázať, že využívajú interné postupy na kontrolu kvality.

Príprava vzorky

Pri príprave vzorky treba zabezpečiť, aby sa do roztoku na analýzu dostal všetok cín zo vzorky.

Postup rozpúšťania vzorky musí prebiehať tak, aby sa nevyzrážali žiadne hydrolyzované zlúčeniny SnIV (t.j. druhy, ako napr. oxid cíničitý SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Prípravené vzorky sa musia uchovávať v roztoku HCl o koncentrácii 5 mol/l. Vzhľadom na to, že SnCl_4 je ľahko prchavý, nemali by sa roztoky variť.

⁷⁾ 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.

⁸⁾ Napríklad ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (uverejnené v J. AOAC International, 1993, 76, 926).

Časť D

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva benzo(a)pyrénu v potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva benzo(a)pyrénu v potravinách

1. Plány odberu vzoriek

Použitá metóda odberu vzoriek musí zabezpečiť, že súhrnná vzorka je reprezentatívna pre kontrolovanú dávku.

1.1. Počet čiastkových vzoriek.

Ak ide o oleje, u ktorých možno predpokladať homogénne rozloženie benzo(a)pyrénu vo vzorkovanej dávke, stačí na vytvorenie súhrnnej vzorky odobrať z každej vzorkovanej dávky tri čiastkové vzorky, pričom sa musí uviesť odkaz na číslo vzorkovanej dávky. Ďalšie informácie o odbere vzoriek z olivového oleja a olivových výliskov sú uvedené v osobitnom predpise⁹⁾.

Pre ostatné výrobky sú minimálne počty čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo vzorkovanej dávky, uvedené v tabuľke č. 1. Čiastkové vzorky musia mať približne rovnakú hmotnosť, každá najmenej 100 g, z ktorých vznikne súhrnná vzorka s hmotnosťou najmenej 300 g.

Tabuľka č. 1

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (kg)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak vzorkovanú dávku tvoria jednotlivé balenia, počet balení, ktoré sa musia odobrať na vytvorenie súhrnnej vzorky, je uvedený v tabuľke č. 2.

Tabuľka č. 2

Počet balení (čiastkových vzoriek), ktorý sa musí odobrať do súhrnnej vzorky, ak vzorkovanú dávku tvoria jednotlivé balenia

Počet balení alebo jednotiek vo vzorkovanej dávke alebo v jej časti	Počet balení alebo jednotiek ktoré sa majú odobrať
1 až 25 26 až 100 > 100	1 balenie alebo jednotka približne 5 %, najmenej 2 balenia alebo 2 jednotky približne 5 %, najviac 10 balení alebo 10 jednotiek

⁹⁾ Nariadenie Komisie (ES) č. 1989/2003 zo 6. novembra 2003, ktorým sa mení a dopĺňa nariadenie (EHS) č. 2568/91 o charakteristikách olivového oleja a zvyškového olivového oleja a o príslušných analytických metódach (Ú. v. EÚ, L 295, 13.11.2003).

1.2. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja sa vykonáva, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami o odbere vzoriek. Ak to nie je možné, v štádiu maloobchodného predaja možno použiť iné účinné postupy odberu vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť odoberanej vzorky.

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Kontrolné laboratórium vykoná analýzu laboratórnej vzorky na účely úradnej kontroly najmenej dvojmo vtedy, ak výsledok prvej analýzy je menej ako 20 % pod alebo nad najvyšším prípustným množstvom a vypočíta priemernú hodnotu výsledku.

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- a) vyhovujúca, ak výsledok prvej analýzy alebo priemerná hodnota výsledku v prípade, ak bola potrebná dvojitá analýza, nepresiahne príslušné najvyššie prípustné množstvo ustanovené v osobitnom predpise¹⁾ po zohľadnení neistoty merania a po korekcii na výťažnosť,
- b) nevyhovujúca, ak výsledok prvej analýzy alebo priemerná hodnota výsledku, ak bola potrebná aj druhá analýza, po zohľadnení neistoty merania a po korekcii na výťažnosť, presahuje najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ bez akýchkoľvek pochybností.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva benzo(a)pyrénu v potravinách

1. Preventívne opatrenia a všeobecné opatrenia

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez zanesenia sekundárnej kontaminácie.

Zamestnanec vykonávajúci analýzu zabezpečí, aby sa vzorky počas ich prípravy nekontaminovali. Nádoby sa pred použitím vypláchnu acetónom alebo hexánom vysokej čistoty (p.a., stupňa HLPC alebo rovnocenného stupňa), aby sa minimalizovalo riziko kontaminácie. Prístroje prichádzajúce do kontaktu so vzorkou musia byť podľa možnosti vyrobené z inertných materiálov, napr. hliníka, skla alebo vysokokvalitnej nehrdzavejúcej ocele. Plasty, ako sú polypropylén, PTFE a i., by sa nemali používať, pretože analyzovaná látka môže do seba tieto materiály absorbovať.

Celá vzorka materiálu doručená do laboratória sa použije na prípravu skúšobnej vzorky. Dôkladná homogenizácia vzorky je podmienkou získania reprodukovateľných výsledkov.

2. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

2.1. Osobitné požiadavky

Ak na úrovni Spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy na stanovenie benzo(a)pyrénu v potravinách, laboratória si môžu vybrať akúkoľvek validovanú metódu, ak táto spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v tabuľke č. 2. Ak je to možné, validácia má zahŕňať aj certifikovaný referenčný materiál.

Tabuľka č. 2
Kritériá spoľahlivosti metód analýzy benzo(a)pyrénu

Parameter	Hodnota/poznámka
Použiteľnosť	potraviny bližšie určené v nariadení (ES) č. 208/2005
Limit detekcie	najviac 0,3 µg/kg
Limit kvantifikácie	najviac 0,9 µg/kg
Presnosť	hodnoty HORRAT _r alebo HORRAT _R menej ako 1,5 pri validácii
Výťažnosť	50 % až 120 %
Špecifickosť	nezávislé od matrice alebo bez spektrálnych interferencií, overovanie pozitívnou detekciou

2.1.1. Kritériá spoľahlivosti – koncepcia neistoty

Vhodnosť metódy analýzy, ktorú používa laboratórium, možno posúdiť aj pomocou koncepcie neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálnu štandardnú neistotu možno vypočítať podľa tohto vzorca:

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

kde:

U_f je maximálna štandardná neistota

LOD je limit detekcie metódy

C je príslušná koncentrácia

Ak analytická metóda poskytne výsledky s neistotou merania nižšou ako je maximálna štandardná neistota, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v tabuľke č. 2.

2.2. Výpočet výťažnosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa uvádza opravený (korigovaný) na výťažnosť alebo bez korekcie na výťažnosť. Musí sa uviesť spôsob uvedenia výsledku a hodnota výťažnosti. Pri kontrole zhody sa používa analytický výsledok korigovaný na výťažnosť.

Pri analýzach sa odporúča zohľadniť „Správu Európskej komisie o vzťahu medzi analytickými výsledkami, neistotou merania, faktormi obnovy a ustanoveniami právnych predpisov EÚ v oblasti potravín“, 2004.

Výsledok analýzy sa uvádza vo forme $x \pm U$, pričom x je výsledok analýzy a U je neistota merania.

2.3. Ostatné faktory, ktoré sa zohľadňujú pri analýze

Skúška spôsobilosti

Spôsobilosť laboratória na vykonávanie analýz možno posudzovať podľa účasti vo vhodných skúškach spôsobilosti ⁸⁾.

Interná kontrola kvality

Laboratória musia byť schopné preukázať, že využívajú interné postupy na kontrolu kvality.

Časť E

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva aflatoxínov v niektorých potravinách

I. Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva aflatoxínov v niektorých potravinách

1. Plány odberu vzoriek

1.1. Vzorky je najvhodnejšie odoberať na tom mieste, v ktorom potravina vstupuje do potravinového reťazca a v ktorom sa jednotlivá vzorkovaná dávka stane identifikovateľnou. Použitá metóda odberu vzorky musí zabezpečiť, aby bola táto súhrnná vzorka reprezentatívna pre dávku, ktorú je potrebné kontrolovať. Postup odberu vzoriek sa môže uplatňovať pri všetkých formách, v ktorých sa jednotlivé druhy potravín uvádzajú do obehu.

Bez toho, aby boli dotknuté osobitné ustanovenia uvedené v bode 2, ako návod na odber vzoriek zo vzorkovaných dávok, s ktorými sa obchoduje v jednotlivých baleniach (vrecká, iné maloobchodné balenia a pod.), možno používať tento vzorec:

$$\text{Frekvencia odberu vzoriek (FOV)} = \frac{\text{hmotnosť vzorkovanej dávky} \times \text{hmotnosť čiastkovej vzorky}}{\text{hmotnosť súhrnnej vzorky} \times \text{hmotnosť jednotlivého balenia}}$$

[*Sampling frequency (SF)*]

Hmotnosť sa vyjadruje v kg.

Frekvencia odberu vzoriek (FOV) je každé n-té jednotlivé balenie, z ktorého sa musí odobrať čiastková vzorka (desatinné čísla sa zaokrúhľujú na najbližšie celé číslo).

1.2. Hmotnosť čiastkovej vzorky

Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť asi 300 g, ak nie je v bode 2 uvedené inak a ak ide o koreniny, hmotnosť čiastkovej vzorky má byť asi 100 g. Ak sa odoberajú vzorky z maloobchodných balení, závisí hmotnosť čiastkovej vzorky od hmotnosti maloobchodného balenia.

1.3. Počet čiastkových vzoriek pre vzorkované dávky menšie ako 15 ton

Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať, závisí od hmotnosti vzorkovanej dávky, a to v počte najmenej 10 a najviac 100, ak v bode 2 nie je uvedené inak. Na určenie počtu čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať, možno použiť údaje uvedené v tabuľke č. 1.

Tabuľka č. 1
Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (v tonách)	Počet čiastkových vzoriek
≤ 0,1	10
> 0,1 a ≤ 0,2	15
> 0,2 a ≤ 0,5	20
> 0,5 a ≤ 1,0	30
> 1,0 a ≤ 2,0	40
> 2,0 a ≤ 5,0	60
> 5,0 a ≤ 10,0	80
> 10,0 a ≤ 15,0	100

2. Osobitné ustanovenia

- 2.1. Všeobecný prehľad o postupe pri odbere vzoriek arašidov, orechov, sušeného ovocia, korenín a obilia
 Rozdelenie vzorkovanej dávky do častí vzorkovanej dávky v závislosti od potraviny a hmotnosti dávky je uvedené v tabuľke č. 2.

Tabuľka č. 2
Rozdelenie vzorkovanej dávky do častí dávky v závislosti od potraviny a hmotnosti vzorkovanej dávky

Potravina	Hmotnosť vzorkovanej dávky (v t)	Hmotnosť alebo počet častí vzorkovanej dávky	Počet čiastkových vzoriek	Hmotnosť súhrnnej vzorky (v kg)
sušené figy a iné sušené ovocie	≥ 15	15 až 30 t	100	30
	< 15	–	10 až 100 (*)	≤ 30
arašidy, pistácie, brazílske orechy a iné orechy	≥ 500	100 t	100	30
	> 125 a < 500	5 častí dávky	100	30
	≥ 15 a ≤ 125	25 t	100	30
	< 15	–	10 až 100 (*)	≤ 30
obilie	≥ 1 500	500 t	100	30
	> 300 a < 1 500	3 časti dávky	100	30
	≥ 50 a ≤ 300	100 t	100	30
	< 50	–	10 až 100 (*)	1 až 10
koreniny	≥ 15	25 t	100	10
	< 15	–	10 až 100 (*)	1 až 10
(*) v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky, ako je uvedené v bode 1.3 alebo v bode 2				

- 2.2. Arašidy, pistácie, brazílske orechy
- Sušené figy
- Obilie (vzorkované dávky ≥ 50 ton)
- Koreniny

2.2.1. Postup pri odbere vzoriek

- 2.2.1.1. Ak časť vzorkovanej dávky možno fyzicky oddeliť, musí sa každá dávka rozdeliť do častí dávky podľa tabuľky č. 2. Keďže hmotnosť vzorkovanej dávky nie je vždy presným násobkom hmotnosti jej častí, môže hmotnosť každej časti vzorkovanej dávky uvedenú hmotnosť presiahnuť najviac o 20 %.
- 2.2.1.2. Z každej časti vzorkovanej dávky sa musí odobrať vzorka osobitne.
- 2.2.1.3. Počet čiastkových vzoriek je 100. Ak ide o vzorkovanú dávku do 15 t, závisí počet odoberaných čiastkových vzoriek od hmotnosti vzorkovanej dávky, a to v počte najmenej 10 a najviac 100 (bod 1.3).
- 2.2.1.4. Hmotnosť súhrnnej vzorky je 30 kg, ktorá sa musí zmiešať a rozdeliť pred zomletím na tri rovnaké podvzorky o hmotnosti 10 kg; ak ide o arašidy, orechy, sušené ovocie a kukuricu, určené na ďalšie triedenie alebo inú fyzikálnu úpravu, nie je toto rozdelenie na tri podvzorky nutné, avšak závisí to od dostupnosti zariadenia schopného homogenizovať 30 kg vzorky. Ak súhrnná vzorka má hmotnosť do 10 kg, nesmie sa rozdeliť na tri podvzorky. Ak ide o koreniny, je hmotnosť súhrnnej vzorky najviac 10 kg a delenie na podvzorky nie je nutné.
- 2.2.1.5. Laboratórna vzorka je podvzorka vážiaca 10 kg; každá podvzorka musí byť samostatne jemne zomletá a dôkladne zmiešaná, aby sa dosiahla úplná homogenizácia podľa bodu II tejto časti.
- 2.2.1.6. Ak nie je možné uplatniť horeuvedenú metódu odberu vzoriek z dôvodu ekonomickej ujmy vyplývajúcej z poškodenia vzorkovanej dávky (formy balenia, dopravné prostriedky a pod.), možno použiť alternatívnu metódu odberu vzoriek za predpokladu, že táto je čo najreprezentatívnejšia a úplne opísaná a zdokumentovaná.

2.2.2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

- 2.2.2.1. Ak ide o arašidy, orechy, sušené ovocie a kukuricu určené na triedenie alebo inú fyzikálnu úpravu alebo o koreniny, vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako
 - a) vyhovujúca, ak súhrnná vzorka alebo priemer podvzoriek spĺňa najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy (korekcie) výsledku vzhľadom na výťažnosť,
 - b) ako nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka alebo priemer podvzoriek presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
- 2.2.2.2. ak ide o arašidy, orechy, sušené ovocie a obilie určené na priamu ľudskú spotrebu s výnimkou kukurice určenej na triedenie alebo inú fyzikálnu úpravu, vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako
 - a) vyhovujúca, ak žiadna z čiastkových vzoriek nepresahuje najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,

- b) nevyhovujúca, ak jedna alebo viac podvzoriek presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
- c) ak súhrnná vzorka má hmotnosť menej ako 10 kg, vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako
- vyhovujúca, ak súhrnná vzorka je v súlade s najvyšším prípustným množstvom pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
 - nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť.

2.3. Orechy okrem arašidov, pistácií a brazílskych orechov Sušené ovocie okrem fig Obilie (dávky do 50 t)

2.3.1. Postup pri odbere vzoriek

Pre tieto potraviny možno uplatniť metódu odberu vzoriek podľa bodu 2.2.1. Ak sa berie do úvahy nízky výskyt kontaminácie týchto potravín alebo novšie formy obalov, v ktorých sa potraviny uvádzajú do obehu, možno uplatňovať jednoduchšie metódy odberu vzoriek.

Ak ide o vzorkované dávky obilia do 50 t, možno použiť plán odberu vzoriek v závislosti od hmotnosti dávky pozostávajúci z 10 až 100 čiastkových vzoriek, pričom každá má hmotnosť 100 g; získa sa súhrnná vzorka o hmotnosti 1 kg až 10 kg. Údaje v tabuľke č. 3 možno použiť na určenie počtu čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať.

Tabuľka č. 3
Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky obilia

hmotnosť vzorkovanej dávky (v t)	počet čiastkových vzoriek
≤ 1	10
> 1 a ≤ 3	20
> 3 a ≤ 10	40
> 10 a ≤ 20	60
> 20 a ≤ 50	100

2.3.2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti Postupuje sa podľa bodu 2.2.2.

2.4. Mlieko

2.4.1. Postup pri odbere vzoriek

Odber vzoriek sa vykonáva podľa osobitných predpisov¹⁰⁾, pričom

- a) počet čiastkových vzoriek je najmenej 5,
- b) hmotnosť súhrnnej vzorky je najmenej 0,5 kg alebo 0,5 litra.

¹⁰⁾ Rozhodnutie Komisie 91/180/EHS zo 14. februára 1991, ktoré ustanovuje určité analytické metódy a testovanie surového mlieka a tepelne upraveného mlieka, (Ú. v. L 93, 13.4.1991).

- 2.4.2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti
Vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako
- vyhovujúca, ak súhrnná vzorka je v súlade s najvyšším prípustným množstvom pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
 - nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť.

2.5. Upravené potraviny a zmesné potraviny

2.5.1. Výrobky z mlieka

2.5.1.1. Postup pri odbere vzoriek

Odber vzoriek sa vykonáva podľa osobitného predpisu¹¹⁾, pričom počet čiastkových vzoriek je najmenej 5.

Pre ostatné výrobky z mlieka sa použije ekvivalentná metóda odberu vzoriek.

2.5.1.2. Prevzatie dávky alebo jej časti

Vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak súhrnná vzorka je v súlade s najvyšším prípustným množstvom pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
- nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť.

2.5.2. Ostatné odvodené výrobky s veľmi malou hmotnosťou častíc, ako sú napr. múka, figová pasta, orieškové maslo (homogénne rozloženie kontaminácie aflatoxínmi)

2.5.2.1. Postup odberu vzoriek

2.5.2.1.1. Počet čiastkových vzoriek je 100; ak ide o dávky do 50 t počet čiastkových vzoriek má byť 10 až 100 v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky (tabuľka č. 3).

2.5.2.1.2. Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť asi 100 g; ak ide o potraviny v maloobchodných baleniach, hmotnosť čiastkovej vzorky závisí od hmotnosti maloobchodného balenia.

2.5.2.1.3. Hmotnosť súhrnnej vzorky je 1 kg až 10 kg, musí byť dobre premiešaná.

2.5.2.1.4. Počet súhrnných vzoriek, ktoré sa majú odobrať, závisí od hmotnosti vzorkovanej dávky; veľké dávky sa musia rozdeliť na časti tak, ako je to uvedené pri obilí v tabuľke č. 2.

2.5.2.1.5. Z každej časti vzorkovanej dávky sa musí odobrať vzorka osobitne.

2.5.2.2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Vzorkovaná dávka alebo jej časť sa posúdi ako

¹¹⁾ Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 9. septembra 2004 č. 2264/2004-100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu SR upravujúca zahustené mlieko, sušené mlieko, kazeíny a kazeináty (oznámenie č. 531/2004-100 Z. z.).

- a) vyhovujúca, ak súhrnná vzorka je v súlade s najvyšším prípustným množstvom pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť,
 - b) nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka presahuje bez akýchkoľvek pochybností najvyššie prípustné množstvo pre príslušnú potravinu pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť.
- 2.6. Ostatné odvodené výrobky s pomerne veľkými rozmermi častíc (heterogénne rozloženie kontaminácie aflatoxínmi)
Postup pri odbere vzoriek a ich vyhodnotenie sa vykonáva podľa bodov 2.2 a 2.3.
- 2.7. Potraviny určené pre dojčatá a malé deti
- 2.7.1. Postup odberu vzoriek
Použije sa postup odberu vzoriek ako pre mlieko, upravené a zmesné potraviny a odvodené výrobky podľa bodov 2.4. až 2.6.
- 2.7.2. Prevzatie dávky
Vzorkovaná dávka sa posúdi ako
- a) vyhovujúca, ak súhrnná vzorka je v súlade s najvyšším prípustným množstvom pri zohľadnení neistoty merania a opravy (korekcie) výsledku vzhľadom na výťažnosť,
 - b) nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka bez akýchkoľvek pochybností presahuje najvyššie prípustné množstvo pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výťažnosť.

3. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja sa vykonáva, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami o odbere vzoriek. Ak to nie je možné, v štádiu maloobchodného predaja možno použiť iné účinné postupy odberu vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť odberanej vzorky.

II. Príprava laboratórnych vzoriek a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva aflatoxínov v niektorých potravinách

1. Úvod

- 1.1. Opatrenia na ochranu vzoriek
Počas prípravy a spracovania laboratórnych vzoriek je potrebné čo najviac vylúčiť denné svetlo, pretože aflatoxín sa postupne vplyvom ultrafialového svetla rozkladá. Vzhľadom na nerovnomerné rozloženie aflatoxínu, vzorky sa pripravujú dôslednou homogenizáciou.
Všetok materiál, ktorý laboratórium obdrží, sa použije na prípravu testovacieho materiálu.
- 1.2. Výpočet podielu škrupiny alebo jadra z celých orechov
Najvyššie prípustné množstvá aflatoxínov, ustanovené v osobitnom predpise¹⁾, sa vzťahujú na jedlú časť.
Množstvo aflatoxínov v jedlej časti možno stanoviť dvomi spôsobmi:

- 1.2.1. vylúpaním vzoriek orechov v škrupine – v laboratóriu sa orechy vylúpu a množstvo aflatoxínov sa stanoví priamo v jedlej časti,
- 1.2.2. homogenizovaním orechov v škrupine pričom sa musí pred zhomogenizovaním vzoriek odhadnúť hmotnosť orechového jadra v súhrnnej vzorke. Hmotnosť orechového jadra v súhrnnej vzorke sa odhadne po stanovení vhodného faktora pre podiel orechovej škrupiny k orechovému jadrú v celom orechu. Tento podiel sa používa na stanovenie množstva jadra v súhrnnej vzorke odobratej prostredníctvom prípravy vzoriek a analytického postupu. Približne 100 celých orechov sa náhodne jednotlivo odoberie zo vzorkovanej dávky, alebo sa oddelí od každej súhrnnej vzorky. Podiel je možné pre každú laboratórnu vzorku získať vážením celých orechov, vylúpaním a opätovným vážením podielu škrupiny a jadra. Pre odhad podielu škrupiny k jadrú možno použiť aj zistenia z predchádzajúcich stanovení, ak ide o rovnaký druh alebo odrodu, a ten sa môže používať v budúcej analytickej práci; ak sa však pri takomto stanovení zistí presiahnutie najvyššieho prípustného množstva, musí sa pre túto vzorku stanoviť podiel s využitím približne 100 orechov, ktoré sa na tento účel odložili.

2. Úprava vzorky

Každá laboratórna vzorka sa pripraví jemným zomletím a dôkladným premiešaním postupom, ktorým sa preukázateľne dosiahne jej úplná homogenizácia.

Ak sa najvyššie prípustné množstvo vzťahuje na sušinu, stanoví sa obsah sušiny v časti zhomogenizovanej vzorky, pričom sa použije postup stanovenia sušiny, ktorý je pre tento typ materiálu preukázateľne presný.

3. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

3.1. Osobitné požiadavky

Ak nie sú predpísané osobitné metódy na stanovenie aflatoxínov v potravinách na úrovni spoločenstva, môžu si laboratóriá zvoliť ktorúkoľvek metódu, ak zvolená metóda spĺňa tieto kritériá:

Kritérium	Medze koncentrácie	Odporúčaná hodnota	Najvyššia povolená hodnota
slepé pokusy	Všetky	Zanedbateľná	
Výťažnosť – aflatoxín M1	0,01 - 0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 % až 120 % 70 % až 110 %	
Výťažnosť – aflatoxíny B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 µg/kg 1 - 10 µg/kg > 10 µg/kg	50 % až 120 % 70 % až 110 % 80 % až 110 %	
Presnosť RSD _R	Všetky	odvodené z Horwitzovej rovnice	2 x hodnota odvodená z Horwitzovej rovnice
Presnosť RSD _R možno vypočítať ako 0,66 krát presnosť RSD _R pri koncentrácii, s ktorou sa pracuje.			

Poznámky:

Hodnoty sa vzťahujú aj na B₁, aj na súčet B₁+B₂+G₁+G₂.

Ak sa oznámi súčet jednotlivých aflatoxínov B₁+B₂+G₁+G₂, potom odpoveď každého do analytického systému musí byť buď známa alebo rovnaká.

Detekčné hranice použitých metód sa neuvádzajú, keďže hodnoty presnosti sú uvedené pri koncentráciách, s ktorými sa pracuje.

Hodnoty presnosti sa vypočítajú z Horwitzovej rovnice, t. j. $RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$

kde

- RSD_R je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(S_R/\bar{x}) \times 100]$
- C je pomer koncentrácie (t. j. $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1 \text{ 000 mg}/\text{kg}$).

Toto je zovšeobecnená rovnica presnosti, ktorá sa považuje za nezávislú od analytu a matrice, ale výhradne závislú od koncentrácie pre väčšinu bežných analytických metód.

3.3. Výpočet výťažnosti

Analytický výsledok sa uvádza opravený vzhľadom na výťažnosť alebo bez opravy vzhľadom na výťažnosť. Spôsob uvádzania výsledku a hodnota výťažnosti sa musia uviesť.

Pri kontrole zhody sa používa analytický výsledok korigovaný na výťažnosť.

Výsledok analýzy sa uvádza vo forme $x \pm U$, pričom x je výsledok analýzy a U je rozšírená neistota merania pri použití faktora pokrytia 2, ktorý poskytuje stupeň spoľahlivosti približne 95 %.

Časť F

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva ochratoxínu A v niektorých potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva ochratoxínu A v niektorých potravinách

1. Plány odberu vzoriek

1.1. Vzorky je najvhodnejšie odberať na tom mieste, v ktorom daná potravina vstupuje do potravinového reťazca a v ktorom sa jednotlivá výrobná dávka stane identifikovateľnou. Použitá metóda odberu vzorky musí zabezpečiť, aby bola táto súhrnná vzorka reprezentatívna pre dávku, ktorú je potrebné kontrolovať. Postup odberu vzoriek sa môže uplatňovať pri všetkých formách, v ktorých sa jednotlivé druhy potravín uvádzajú do obehu.

Bez toho, aby boli dotknuté ustanovenia uvedené v bodoch 1.3 až 1.5, ako návod na odber vzoriek zo vzorkovaných dávok, s ktorými sa obchoduje v jednotlivých baleniach (vrecká, iné maloobchodné balenia a pod.), možno používať tento vzorec:

$$\text{Frekvencia odberu vzoriek (FOV)} = \frac{\text{hmotnosť vzorkovanej dávky} \times \text{hmotnosť čiastkovej vzorky}}{\text{hmotnosť súhrnnej vzorky} \times \text{hmotnosť jednotlivého balenia}}$$

[*Sampling frequency (SF)*]

Hmotnosť sa vyjadruje v kg.

Frekvencia odberu vzoriek (FOV) je každé n-té jednotlivé balenie, z ktorého sa musí odobrať čiastková vzorka (desatinné čísla sa zaokrúhľujú na najbližšie celé číslo).

1.2. Hmotnosť súhrnnej vzorky

Hmotnosť čiastkovej vzorky musí byť približne 100 g, ak nie je v tejto prílohe uvedené inak. Ak ide o dodávky v spotrebiteľských obaloch, hmotnosť čiastkovej vzorky závisí od hmotnosti spotrebiteľského balenia.

1.3. Všeobecný prehľad postupu odberu vzoriek obilia, sušených hrozienok a praženej kávy

Tabuľka č. 1
**Rozdelenie vzorkovanej dávky na časti dávky v závislosti od potraviny (výrobku)
a hmotnosti vzorkovanej dávky**

Skupina potravín	Hmotnosť vzorkovanej dávky (t)	Hmotnosť alebo počet častí dávky	Počet čiastkových vzoriek	Hmotnosť súhrnnej vzorky(kg)
Obilie a výrobky z obilia	≥ 1 500	500 t	100	10
	> 300 a < 1 500	3 časti dávky	100	10
	≥ 50 a ≤ 300	100 t	100	10
	<50	—	3–100(*)	1–10
Sušené hrozienka (korintky, hrozienka a sultánky)	≥ 15	15–30 t	100	10
	<15	—	10–100 (**)	1–10
Pražená káva, mletá pražená káva a rozpustná káva	≥ 15	15–30 t	100	10
	<15	—	10–100 (**)	1–10
(*) Podľa hmotnosti dávky – pozri tabuľku č. 2 tejto časti.				
(**) Podľa hmotnosti dávky – pozri tabuľku č. 3 tejto časti.				

- 1.4. Postup odberu vzoriek obilia, výrobkov z obilia (dávky ε 50 t), praženej kávy, mletej praženej kávy, rozpustnej kávy a sušených hrozienok (dávky ε 15 t)
- 1.4.1. Ak časti vzorkovanej dávky možno fyzicky oddeliť, každá dávka sa rozdelí na časti dávky podľa tabuľky č. 1. Keďže hmotnosť vzorkovanej dávky nie je vždy presným násobkom hmotností jej častí, hmotnosť časti vzorkovanej dávky sa môže odchyľovať od uvedenej hmotnosti najviac o 20 %.
- 1.4.2. Vzorky sa musia odoberať z každej časti dávky samostatne.
- 1.4.3. Počet čiastkových vzoriek je 100.
- 1.4.4. Hmotnosť súhrnnej vzorky je 10 kg.
- 1.4.5. Ak nemožno uplatniť horeuvedený postup odberu vzoriek z dôvodu ekonomických dôsledkov vyplývajúcich z poškodenia dávky (vzhľadom na spôsoby balenia, spôsoby prepravy atď.), možno uplatniť alternatívny postup odberu za predpokladu, že tento je čo najreprezentatívnejší a podrobne opísaný a zdokumentovaný.
- 1.5. Odber vzoriek obilia, výrobkov z obilia (dávky < 50 t), praženej kávy, mletej praženej kávy, rozpustnej kávy a sušených hrozienok (dávky < 15 t)
Ak ide o dávky obilia menšie ako 50 t a dávky praženej kávy, mletej praženej kávy, rozpustnej kávy a sušených hrozienok menšie ako 15 t, použije sa odberový plán s 10 až 100 čiastkovými vzorkami v závislosti od hmotnosti dávky, ktorého výsledkom bude súhrnná vzorka o hmotnosti 1 kg až 10 kg.

Ak ide o veľmi malé dávky obilia a výrobkov z obilia (δ0,5 t) možno odobrať menej čiastkových vzoriek, ale v takomto prípade súhrnná vzorka, ktorá vznikne spojením všetkých čiastkových vzoriek, musí mať hmotnosť najmenej 1 kg.

Pri stanovení počtu čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať, možno postupovať podľa tabuľky č. 2.

Tabuľka č. 2

Odporúčaný počet čiastkových vzoriek v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky obilia a výrobkov z obilia

Hmotnosť vzorkovanej dávky (t)	Počet čiastkových vzoriek
≤ 0,05	3
> 0,05 a ≤ 0,5	5
> 0,5 a ≤ 1	10
> 1 a ≤ 3	20
> 3 a ≤ 10	40
> 10 a ≤ 20	60
> 20 a ≤ 50	100

Tabuľka č. 3

Odporúčaný počet čiastkových vzoriek v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky praženej kávy, mletej praženej kávy, rozpustnej kávy a sušených hrozienok

Hmotnosť vzorkovanej dávky (t)	Počet čiastkových vzoriek
≤ 0,1	10
> 0,1 a ≤ 0,2	15
> 0,2 a ≤ 0,5	20
> 0,5 a ≤ 1,0	30
> 1,0 a ≤ 2,0	40
> 2,0 a ≤ 5,0	60
> 5,0 a ≤ 10,0	80
> 10,0 a ≤ 15,0	100

1.6. Postup pri odbere vzoriek potravín určených pre dojčatá a malé deti

Pri odbere vzoriek sa použije postup ako pre obilie a výrobky z obilia uvedený v bode 1.5. Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať, je v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky najmenej 10 a najviac 100 podľa tabuľky č. 2 v bode 1.5.

Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť asi 100 g. Ak ide o potraviny v maloobchodnom balení, závisí hmotnosť čiastkovej vzorky od hmotnosti maloobchodného balenia.

Hmotnosť dôkladne premiešanej súhrnnej vzorky je 1kg až 10 kg.“.

1.7. Postup pri odbere vzoriek vína a hroznovej šťavy

Súhrnná vzorka musí mať najmenej 1 kg okrem prípadov, keď to nie je možné, napr. keď vzorkou je jedna fľaša.

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať zo vzorkovanej dávky, musí byť v súlade s tabuľkou č. 4. Počet čiastkových vzoriek závisí od formy, v akej sa príslušné výrobky dodávajú. Ak ide o tekuté výrobky v nádobách, treba dávku tesne pred odberom vzorky dôkladne premiešať ručne alebo mechanicky tak, aby nedošlo k poškodeniu kvality výrobku. V takomto prípade možno predpokladať homogénne rozptýlenie ochratoxínu A v rámci vzorkovanej dávky. Preto stačí zo vzorkovanej dávky odobrať tri čiastkové vzorky a z nich vytvoriť súhrnnú vzorku.

Čiastkové vzorky, ktorými môžu byť fľaša alebo balenie, musia mať približne rovnakú hmotnosť. Hmotnosť jednej čiastkovej vzorky musí byť najmenej 100 gramov, pričom súhrnná vzorka musí mať najmenej 1 kg. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do protokolu podľa § 3 ods. 5.

Tabuľka č. 4

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať zo vzorkovanej dávky

Forma obchodného balenia	Vzorkovaná dávka (l)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať
Veľkoobjemové balenie - hroznová šťava, víno	...	3
Fľaše/balenia - hroznová šťava	≤ 50	3
Fľaše/balenia - hroznová šťava	50 až 500	5
Fľaše/balenia - hroznová šťava	> 500	10
Fľaše/balenia - víno	≤ 50	1
Fľaše/balenia - víno	50 až 500	2
Fľaše/balenia - víno	> 500	3

1.8. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja sa vykonáva, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami na odber vzoriek. Ak to nie je možné, v štádiu maloobchodného predaja možno použiť iný účinný postup odberu vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť odoberanej vzorky.

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak súhrnná vzorka spĺňa najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ pri zohľadnení neistoty merania a opravy (korekcie) výsledku vzhľadom na výťažnosť,
- nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka bez akýchkoľvek pochybností presahuje najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ pri zohľadnení neistoty merania a oprave výsledku vzhľadom na výťažnosť.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva ochratoxínu A v určitých potravinách

1. Preventívne opatrenia

Vzhľadom na nerovnomerné rozloženie ochratoxínu A, vzorky sa pripravujú dôslednou homogenizáciou.

Súhrnná vzorka, ktorú laboratórium obdrží, sa použije na prípravu laboratórnej vzorky.

2. Úprava vzorky

Každá laboratórna vzorka sa pripraví jemným zomletím a dôkladným premiešaním postupom, ktorým sa preukázateľne dosiahne jej úplná homogenizácia.

Ak sa najvyššie prípustné množstvo vzťahuje na sušinu, stanoví sa obsah sušiny v časti zhomogenizovanej vzorky, pričom sa použije postup stanovenia sušiny, ktorý je pre tento typ materiálu preukázateľne presný.

3. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

3.1. Osobitné požiadavky

Ak na úrovni spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy stanovovania hladín ochratoxínu A v potravinách, laboratória si môžu vybrať ľubovoľnú metódu, ak zvolená metóda spĺňa tieto kritériá:

Pracovné charakteristiky stanovovania množstva ochratoxínu A v potravinách

hladina µg/kg	ochratoxín A		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	návratnosť (%)
< 1	≤ 40	≤ 60	50 až 120
1-10	≤ 20	≤ 30	70 až 110

Medze stanoviteľnosti použitých metód sa neuvádzajú, nakoľko presné hodnoty sú uvedené pre stanovované koncentrácie.

Presné hodnoty sa vypočítajú pomocou Horwitzovej rovnice:

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

pričom

RSD_R je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$,

C je pomer koncentrácií (t. j. 1 = 100g/100g), 0,001 = 1,000 mg/kg).

Je to zovšeobecnená presná rovnica, v ktorej sa zistilo, že je nezávislá od stanovovanej zložky a od základnej látky, ale je závislá výhradne od koncentrácie vo väčšine bežných analytických metód.

3.2. Výpočet výťažnosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa uvádza opravený vzhľadom na výťažnosť alebo bez opravy vzhľadom na výťažnosť. Spôsob uvádzania výsledku a hodnota výťažnosti sa musia uviesť. Ak ide o úradnú

kontrolu zhody s predpismi, použije sa analytický výsledok opravený vzhľadom na výťažnosť (časť I bod 2).

Výsledok analýzy sa uvádza ako $x \pm U$, pričom x je výsledok analýzy a U je rozšírená neistota merania.

U je rozšírená neistota merania pri použití faktora pokrytia 2, ktorý poskytuje stupeň spoľahlivosti približne 95 %.

Časť G

Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva patulínu v niektorých potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva patulínu v niektorých potravinách

1. Plány odberu vzoriek

- 1.1. Použitá metóda odberu vzoriek musí zabezpečiť, aby súhrnná vzorka bola reprezentatívna pre dávku, ktorú je potrebné kontrolovať.
- 1.2. Počet čiastkových vzoriek.
Súhrnná vzorka má mať hmotnosť najmenej 1 kg okrem prípadov, kedy to nie je možné, napr. ak sa odberá vzorka ako jednotlivé balenie.

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo vzorkovanej dávky, je uvedený v tabuľke č. 1. Ak ide o kvapalné produkty, dávka sa musí dôkladne premiešať, ak je to možné, manuálnymi alebo mechanickými prostriedkami bezprostredne pred odberom vzorky. V takomto prípade možno predpokladať homogénne rozloženie patulínu v rámci vzorkovanej dávky. Preto na vytvorenie súhrnnej vzorky stačí z dávky odobrať tri čiastkové vzorky.

Čiastkové vzorky majú mať približne rovnakú hmotnosť. Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť aspoň 100 g, čoho výsledkom je súhrnná vzorka s hmotnosťou najmenej 1 kg. Nedodržanie tohto postupu sa musí zaznamenať do protokolu podľa § 3 ods. 5.

Tabuľka č. 1

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať z jednej vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (kg)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak sa dávka skladá z jednotlivých balení, počet balení, ktoré sa musia odobrať, aby vytvorili súhrnnú vzorku, je uvedený v tabuľke č. 2.

Tabuľka č. 2

Počet balení (čiastkových vzoriek), ktoré treba odobrať na vytvorenie súhrnnej vzorky, ak sa vzorkovaná dávka skladá z jednotlivých balení

Počet balení alebo jednotiek vo vzorkovanej dávke	Počet balení alebo jednotiek, ktoré sa musia odobrať
1 až 25	1 balenie alebo 1 jednotka
26 až 100	asi 5 %, najmenej 2 balenia alebo 2 jednotky
> 100	asi 5 %, najviac 10 balení alebo 10 jednotiek

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Kontrolné laboratórium vykoná analýzu laboratórnej vzorky dvojmo (paralelne) v prípade, ak výsledok prvej analýzy je menej ako 20 % pod alebo nad najvyšším prípustným množstvom a vypočíta priemernú hodnotu výsledku.

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak výsledok prvej analýzy je viac ako 20 % pod najvyšším prípustným množstvom alebo v prípade, ak bola potrebná dvojitá analýza, ak priemerná hodnota výsledku nepresiahla príslušné najvyššie prípustné množstvo ustanovené v osobitnom predpise¹⁾ po zohľadnení neistoty
- nevyhovujúca, ak priemer, po zohľadnení neistoty merania a po korekcii na výtťažnosť, presahuje najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ bez akýchkoľvek pochybností.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva patulínu v niektorých potravinách

1. Preventívne opatrenia

Rozloženie patulínu v niektorých potravinách môže byť nerovnomerné, vzorky sa pripravujú dôslednou homogenizáciou. Súhrnná vzorka, ktorú laboratórium obdrží, sa použije na prípravu laboratórnej vzorky.

2. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

2.1. Osobitné požiadavky

Ak na úrovni Spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy na stanovenie patulínu v potravinách, laboratória si môžu vybrať akúkoľvek metódu za predpokladu, že zvolená metóda spĺňa tieto kritériá:

Charakteristiky spoľahlivosti pre patulín

Hladina µg/kg	Patulín		
	RSD _r %	RSD _R %	Výtťažnosť %
< 20	≤ 30	≤ 40	50-120
20-50	≤ 20	≤ 30	70-150
> 50	≤ 15	≤ 25	75-105

Medze stanoviteľnosti použitých metód sa neuvádzajú, nakoľko presné hodnoty sú uvedené pre stanovované koncentrácie.

Presné hodnoty sa vypočítajú pomocou Horwitzovej rovnice:

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

RSD_R je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$,

C je pomer koncentrácií (t. j. 1 = 100g/100g), 0,001 = 1,000 mg/kg).

Je to zovšeobecnená presná rovnica, v ktorej sa zistilo, že je nezávislá od stanovovanej zložky a od základnej látky, ale vo väčšine bežných analytických metód je závislá výhradne od koncentrácie.

2.2. Výpočet výt'aznosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa uvádza upravený (korigovaný) na výt'aznosť alebo bez korekcie na výt'aznosť. Musí sa uviesť, akým spôsobom je výsledok uvádzaný a hladina výt'aznosti. Ak ide o úradnú kontrolu zhody, používa sa analytický výsledok korigovaný na výt'aznosť (časť I, bod 2).

Analytický výsledok sa oznamuje vo forme $x \pm U$, kde x je analytický výsledok a U je neistota merania.

Časť H
Metódy odberu vzoriek a analytické metódy skúšania na úradnú kontrolu množstva toxínov *Fusarium* v potravinách

I. Metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu množstva toxínov *Fusarium* v niektorých potravinách

1. Osobitné ustanovenia

1.1. Rôzne typy vzorkovaných dávok

S potravinovými komoditami možno obchodovať vo veľkoobjemovom balení, v kontajneroch (nádobách) alebo v jednotlivých baleniach, napr. vo vreckách, taškách alebo iných maloobchodných baleniach. Proces odoberania vzoriek možno uplatňovať na všetky rôzne formy, ktorými sa tovar uvádza na trh.

Bez toho, aby boli dotknuté ustanovenia uvedené v bodoch 1.3 až 1.5, ako návod na odber vzoriek zo vzorkovaných dávok, s ktorými sa obchoduje v jednotlivých baleniach (vrecká, iné maloobchodné balenia a pod.), možno používať tento vzorec:

$$\text{Frekvencia odberu vzoriek (FOV)} = \frac{\text{hmotnosť vzorkovanej dávky} \times \text{hmotnosť čiastkovej vzorky}}{\text{hmotnosť súhrnnej vzorky} \times \text{hmotnosť jednotlivého balenia}}$$

[Sampling frequency (SF)]

Hmotnosť sa vyjadruje v kg.

Frekvencia odberu vzoriek (FOV) je každé n-té jednotlivé balenie, z ktorého sa musí odobrať čiastková vzorka (desatinné čísla sa zaokrúhľujú na najbližšie celé číslo).

1.2. Hmotnosť čiastkovej vzorky

Hmotnosť čiastkovej vzorky musí byť približne 100 gramov, ak nie je v prílohe uvedené inak. Ak ide o vzorkované dávky v maloobchodných baleniach, je hmotnosť čiastkovej vzorky závislá od hmotnosti maloobchodného balenia.

1.3. Všeobecný prehľad postupu pri odbere vzoriek obilia a výrobkov z obilia

Tabuľka č. 1
Rozdelenie vzorkovanej dávky na časti dávky v závislosti od potraviny a hmotnosti vzorkovanej dávky

Skupina potravín	Hmotnosť vzorkovanej dávky (t)	Hmotnosť alebo počet častí dávky	Počet čiastkových vzoriek	Hmotnosť súhrnnej vzorky(kg)
Obilie a výrobky z obilia	≥ 1 500	500 t	100	10
	> 300 a < 1 500	3 časti dávky	100	10
	≥ 50 a ≤ 300	100 t	100	10
	<50	—	3–100(*)	1–10

(*) V závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky – pozri tabuľku č. 2.

1.4. Postup pri odbere vzoriek obilia a výrobkov z obilia (dávky ≥ 50 t)

- 1.4.1. Ak časti vzorkovanej dávky možno fyzicky oddeliť, každá dávka sa rozdelí na časti dávky podľa tabuľky č. 1. Keďže hmotnosť vzorkovanej dávky nie je vždy presným násobkom hmotností jej častí, hmotnosť časti vzorkovanej dávky sa môže odchyľovať od uvedenej hmotnosti najviac o 20 %.
- 1.4.2. Vzorky sa musia odoberať z každej časti dávky samostatne.
- 1.4.3. Počet čiastkových vzoriek je 100.
- 1.4.4. Hmotnosť súhrnnej vzorky je 10 kg.
- 1.4.5. Ak nemožno uplatniť horeuvedený postup odberu vzoriek z dôvodu ekonomických dôsledkov vyplývajúcich z poškodenia dávky (vzhľadom na spôsoby balenia, spôsoby prepravy atď.), možno uplatniť alternatívny postup odberu za predpokladu, že tento je čo najreprezentatívnejší a podrobne opísaný a zdokumentovaný.

1.5. Odber vzoriek obilia a výrobkov z obilia (dávky < 50 t)

Ak ide o dávky obilia menšie ako 50 t použije sa odberový plán s 10 až 100 čiastkovými vzorkami v závislosti od hmotnosti dávky, ktorého výsledkom bude súhrnná vzorka o hmotnosti 1 kg až 10 kg.

Ak ide o veľmi malé dávky obilia a výrobkov z obilia ($\leq 0,5$ t) možno odobrať menej čiastkových vzoriek, ale v takomto prípade súhrnná vzorka, ktorá vznikne spojením všetkých čiastkových vzoriek, musí mať hmotnosť najmenej 1 kg.

Pri stanovení počtu čiastkových vzoriek, ktoré treba odobrať, možno postupovať podľa tabuľky č. 2.

Tabuľka č. 2

Odporúčaný počet čiastkových vzoriek v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky obilia a výrobkov z obilia

Hmotnosť vzorkovanej dávky (t)	Počet čiastkových vzoriek
$\leq 0,05$	3
$> 0,05$ a $\leq 0,5$	5
$> 0,5$ a ≤ 1	10
> 1 a ≤ 3	20
> 3 a ≤ 10	40
> 10 a ≤ 20	60
> 20 a ≤ 50	100

1.6. Postup pri odbere vzoriek potravín určených pre dojčatá a malé deti

Pri odbere vzoriek sa použije postup ako pre obilie a výrobky z obilia uvedený v bode 1.5. tejto prílohy. Počet čiastkových vzoriek, ktoré sa musia odobrať, je v závislosti od hmotnosti vzorkovanej dávky najmenej 10 a najviac 100 podľa tabuľky č. 2 v bode 1.5. Ak ide o veľmi malé dávky obilia a výrobkov z obilia ($\leq 0,5$ t) možno odobrať menej čiastkových vzoriek, ale v takomto prípade súhrnná vzorka, ktorá vznikne spojením všetkých čiastkových vzoriek, musí mať hmotnosť najmenej 1 kg.

Hmotnosť čiastkovej vzorky má byť asi 100 g. Ak ide o potraviny v maloobchodnom balení, závisí hmotnosť čiastkovej vzorky od hmotnosti maloobchodného balenia. Hmotnosť dôkladne premiešanej súhrnnej vzorky je 1kg až 10 kg.

1.7. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja sa vykonáva, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami na odber vzoriek v bodoch 1.4. a 1.5.. Ak to nie je možné, v štádiu maloobchodného predaja možno použiť iný účinný postup odberu vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť odoberanej vzorky.

2. Vyhodnotenie vzorkovanej dávky alebo jej časti

Vzorkovaná dávka sa posúdi ako

- vyhovujúca, ak súhrnná vzorka spĺňa najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ pri zohľadnení neistoty merania a opravy (korekcie) výsledku vzhľadom na výtlačnosť,
- nevyhovujúca, ak súhrnná vzorka bez akýchkoľvek pochybností presahuje najvyššie prípustné množstvo podľa osobitného predpisu¹⁾ pri zohľadnení neistoty merania a opravy výsledku vzhľadom na výtlačnosť.

II. Príprava vzorky a kritériá analytických metód na úradnú kontrolu množstva toxínov *Fusarium* v niektorých potravinách

1. Preventívne opatrenia

Vzhľadom na nerovnomerné rozloženie toxínov *Fusarium*, vzorky sa musia mimoriadne starostlivo pripravovať a špeciálne homogenizovať. Súhrnná vzorka, ktorú laboratórium obdrží, sa použije na prípravu laboratórnej vzorky.

2. Úprava vzorky

Každá laboratórna vzorka sa pripraví jemným zomletím a dôkladným premiešaním postupom, ktorým sa preukázateľne dosiahne jej úplná homogenizácia.

Ak sa najvyššie prípustné množstvo vzťahuje na sušinu, stanoví sa obsah sušiny v časti zhomogenizovanej vzorky, pričom sa použije postup stanovenia sušiny, ktorý je pre tento typ materiálu preukázateľne presný.

3. Analytická metóda, ktorú používa laboratórium a požiadavky laboratórnej kontroly

3.1. Osobitné požiadavky

3.1.1. Kritériá spoľahlivosti

Ak na úrovni spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy stanovovania toxínov *Fusarium* v potravinách, laboratória si môžu vybrať ľubovoľnú metódu za predpokladu, že zvolená metóda spĺňa tieto kritériá:

- Pracovné charakteristiky pri deoxynivalenole

Hladina μg/kg	Deoxynivalenol		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	návratnosť (%)
> 100–≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 až 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 až 120

b) Pracovné charakteristiky pri zearalenóne

hladina µg/kg	Zearalenón		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	návratnosť (%)
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 až 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 až 120

c) Pracovné charakteristiky pri fumonizíne B1 a B2

hladina µg/kg	Fumonizín B1 alebo B2		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Návratnosť (%)
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 až 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 až 110

d) Pracovné charakteristiky pri toxínoch T-2 a HT-2

hladina µg/kg	toxín T-2		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Návratnosť (%)
50–250	≤ 40	≤ 60	60 až 130
> 250	≤ 30	≤ 50	60 až 130

hladina µg/kg	toxín HT-2		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Návratnosť (%)
100–200	≤ 40	≤ 60	60 až 130
> 200	≤ 30	≤ 50	60 až 130

Medze stanoviteľnosti použitých metód sa neuvádzajú, nakoľko presné hodnoty sú uvedené pre stanovované koncentrácie.

Presné hodnoty sa vypočítajú pomocou Horwitzovej rovnice:

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

pričom

RSD_R je relatívna smerodajná odchýlka vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$,

C je pomer koncentrácií (t. j. 1 = 100g/100g), 0,001 = 1,000 mg/kg).

Je to zovšeobecnená presná rovnica, v ktorej sa zistilo, že je nezávislá od stanovovanej zložky a od základnej látky, ale vo väčšine bežných analytických metód je závislá výhradne od koncentrácie.

3.1.2. Prístup založený na „vhodnosti na účel použitia“

Ak počet plne validovaných metód analýzy je obmedzený, môže sa alternatívne použiť prístup založený na „vhodnosti pre daný účel“, pri ktorom vymedzuje jediný parameter, funkcia vhodnosti, na hodnotenie prijateľnosti metód analýzy. Funkcia vhodnosti je funkcia neistoty, ktorá špecifikuje maximálny stupeň neistoty považovaný za vhodný na tento účel.

Pri obmedzenom počte metód analýzy plne validovaných medzilaboratórnymi skúškami, najmä pri určení toxínov T-2 a HT-2, možno použiť na posúdenie vhodnosti metódy analýzy, ktorú používa

laboratórium, aj koncepciu neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálnu štandardnú neistotu možno vypočítať podľa tohto vzorca:

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

v ktorom

- U_f je maximálna štandardná neistota,
 LOD je detekčný limit metódy,
 C je príslušná koncentrácia,
 α je konštanta, číselný faktor, ktorý je závislý od hodnoty C ; hodnoty, ktoré sa majú používať, sú uvedené v tabuľke č.3.

C (µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1 000	0,15
1 001 – 10 000	0,12
≥ 10 000	0,1

Ak analytická metóda poskytuje výsledky s neistotou merania menšou ako maximálna štandardná neistota, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v bode 3.1.1.

3.2. Odhad analytickej presnosti, výpočet výtlačnosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa uvádza opravený (korigovaný) vzhľadom na výtlačnosť alebo bez opravy vzhľadom na výtlačnosť. Musí sa uviesť, akým spôsobom sa výsledok uvádza a hodnota výtlačnosti. Analytický výsledok sa uvádza ako $x \pm U$, kde x je analytický výsledok a U je neistota merania.“

U je rozšírená neistota merania pri použití koeficientu pokrytia 2, ktorý poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95 %.

Zoznam preberaných právnych aktov Európskych spoločenstiev a Európskej únie

1. Smernica Komisie 2001/22/ES, ktorou sa určujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy pre úradnú kontrolu obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách (Ú. v. ES, L 77, 16.3.2001) v znení smernice Komisie 2005/4/ES z 19. januára 2005, ktorou sa mení a dopĺňa smernica 2001/22/ES, ktorou sa určujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy pre úradnú kontrolu obsahu olova, kadmia, ortuti a 3-MCPD v potravinách (Ú. v. EÚ, L 19, 21.1.2005),
2. Smernica Komisie 2002/69/ES z 30. júla 2002, ktorou sa stanovujú metódy odoberania vzoriek a analytické metódy pre úradnú kontrolu dioxínov a stanovenie dioxínom príbuzných PCB v potravinách (Ú. v. ES, L 209, 6.8.2002) v znení smernice Komisie 2004/44/ES z 13. apríla 2004, ktorá mení a dopĺňa smernicu 2002/69/ES, ktorou sa ustanovujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy na úradnú kontrolu dioxínov a na stanovenie dioxínom podobných PCB v potravinách (Ú. v. EÚ, L 113, 20.4.2004),
3. Smernica Komisie 2004/16/ES z 12. februára 2004, ktorou sa ustanovujú metódy na odoberanie vzoriek a metódy analýzy na úradnú kontrolu obsahu cínu v konzervovaných potravinách (Ú. v. EÚ, L 042, 13.2.2004),
4. Smernica Komisie 2005/10/ES z 8. februára 2005, ktorou sa ustanovujú metódy odberu vzoriek a analytické metódy na úradnú kontrolu obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách (Ú. v. EÚ, L 034, 8. 2. 2005),
5. Smernica Komisie 98/53/ES zo 16. júla 1998 ustanovujúca metódy odberu vzoriek a analytické metódy pre úradnú kontrolu hodnôt určitých kontaminantov v potravinách (Ú. v. ES, L 201, 17.7.1998) v znení smernice Komisie 2002/27/ES z 13. marca 2002 ktorou sa mení a dopĺňa smernica Komisie 98/53/ES zo 16. júla 1998 ustanovujúca metódy odberu vzoriek a analytické metódy pre úradnú kontrolu hodnôt určitých kontaminantov v potravinách (Ú. v. ES, L 75, 16.3.2002) a Smernica komisie 2004/43/ES z 13. apríla 2004, ktorou sa mení a dopĺňa smernica 98/53/ES a smernice 2002/26/ES, pokiaľ ide o metódy odberu vzoriek a analytické metódy na úradnú kontrolu obsahu aflatoxínov a ochratoxínu A v potravinách pre dojčatá a malé deti (Ú. v. EÚ, L 113, 20.4.2004),
6. Smernica komisie 2002/26/ES z 13. marca 2002, ktorou sa stanovujú spôsoby odoberania vzoriek a analytické metódy pre úradnú kontrolu hladín ochratoxínu A v potravinách (Ú. v. ES, L 75, 16.3.2002) v znení smernice komisie 2004/43/ES z 13. apríla 2004, ktorou sa mení a dopĺňa smernica 98/53/ES a smernica 2002/26/ES, pokiaľ ide o metódy odberu vzoriek a analytické metódy na úradnú kontrolu obsahu aflatoxínov a ochratoxínu A v potravinách pre dojčatá a malé deti (Ú. v. EÚ, L 113, 20.4.2004) a smernice Komisie 2005/5/ES z 26. januára 2005, ktorou sa mení a dopĺňa smernica 2002/26/ES ustanovujúca metódy odberu vzoriek a metódy analýzy pri úradnej kontrole množstiev ochratoxínu A v niektorých potravinách (Ú. v. EÚ, L 27, 29.1.2005),
7. Smernica Komisie 2003/78/ES z 11. augusta 2003, ktorou sa stanovujú postupy odberu vzoriek a metódy analýzy pre úradnú kontrolu hladín patulínu v potravinách (Ú. v. EÚ, L 203, 12.8.2003),
8. Smernica Komisie 2005/38/ES zo 6. júna 2005, ktorou sa stanovujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy hodnôt toxínov *Fusarium* v potravinách pri úradných kontrolách (Ú. v. EÚ, L 143, 7.6.2005).