

Käesolev tekst on üksnes dokumenteerimisvahend ning sel ei ole mingit õiguslikku mõju. Liidu institutsioonid ei vastuta selle teksti sisu eest. Asjakohaste õigusaktide autentset versioonid, sealhulgas nende preambulid, on avaldatud Euroopa Liidu Teatajas ning on kättesaadavad EUR-Lexi veebisaidil. Need ametlikud tekstid on vahetult kättesaadavad käesolevasse dokumenti lisatud linkide kaudu

► **B**

► **M2** KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 333/2007,

28. märts 2007,

milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid mikroelementide ja toidu töötlemisel tekkivate saasteainete sisalduse kontrolliks toiduainetes ◀

(EMPs kohaldatav tekst)

(ELT L 88, 29.3.2007, lk 29)

Muudetud:

		Euroopa Liidu Teataja		
		nr	lehekülg	kuupäev
► <u>M1</u>	Komisjoni määrus (EL) nr 836/2011, 19. august 2011	L 215	9	20.8.2011
► <u>M2</u>	Komisjoni määrus (EL) 2016/582, 15. aprill 2016	L 101	3	16.4.2016
► <u>M3</u>	Komisjoni rakendusmäärus (EL) 2019/2093, 29. november 2019	L 317	96	9.12.2019
► <u>M4</u>	Komisjoni rakendusmäärus (EL) 2021/705, 28. aprill 2021	L 146	73	29.4.2021

▼ B▼ M2

KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 333/2007,

28. märts 2007,

milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid mikroelementide ja toidu töötlemisel tekkivate saasteainete sisalduse kontrolliks toiduainetes

▼ B

(EMPs kohaldatav tekst)

Artikkel 1▼ M3

1. Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa 3., 4., 6. ja 9. jaos loetletud plii, kaadmiumi, elavhõbeda, anorgaanilise tina, anorgaanilise arseni, 3-monokloropropaan-1,2-dioli (3-MCPD), 3-MCPD rasvhappeestrite, glütsidooli rasvhappeestrite, polütsükliiliste aromaatsete süsivesinike ja perklooraadi sisalduse kontrolliks ning vastavalt komisjoni määrusele (EL) 2017/2158 ⁽¹⁾ akrüülamiidi sisalduse kontrolliks võetakse proovid ja tehakse analüüsid kooskõlas käesoleva määruse lisaga.

▼ B

2. Lõike 1 kohaldamine ei piira määruse (EÜ) nr 882/2004 sätteid.

Artikkel 2

Käesolevaga tunnistatakse kehtetuks direktiivid 2001/22/EÜ, 2004/16/EÜ ja 2005/10/EÜ.

Viiteid kehtetuks tunnistatud direktiividele käsitatakse viidetena käesolevale määrusele.

Artikkel 3

Käesolev määrus jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Käesolevat määrust kohaldatakse alates 1. juunist 2007.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

⁽¹⁾ Komisjoni 20. novembri 2017. aasta määrus (EL) 2017/2158, millega kehtestatakse riskivähendusmeetmed ja võrdlusväärtused akrüülamiidisalduse vähendamiseks toidus (ELT L 304, 21.11.2017, lk 24).

▼B*LISA*

A. OSA

MÕISTED

Käesolevas lisas kasutatakse järgmisi mõisteid:

partii:	eristatav toidukogus, mis on tarnitud ühel ja samal ajal ning mille puhul ametnik on kindlaks teinud ühised omadused (näiteks päritolu, sort, pakkimisviis, pakkija, saatja või märgistused). Kalade puhul peab olema võrreldav ka kalade suurus;
osapartii:	teatav suure partii osa, mille puhul kohaldatakse proovivõtumeetodit. Iga osapartii peab olema füüsiliselt eraldatud ja kindlakstehtav;
valim:	partii või osapartii ühest kohast võetud proovikogus;
lähteproov:	kõigi partiist või osapartiist võetud valimite koguhulk; lähteproovi peetakse representatiivseks partii või osapartii suhtes, millest see on võetud;
laboriproov:	labori jaoks ettenähtud proov.

B. OSA

PROOVIVÕTUMEETODID

B.1. ÜLDSÄTTED

B.1.1. **Töötajad**

Proove võtab liikmesriigi määratud volitatud isik.

B.1.2. **Materjal, millest proovid võetakse**

Igast uuritavast partiist või osapartiist võetakse proovid eraldi.

B.1.3. **Ettevaatusabinõud**

Proovide võtmise ja ettevalmistamise käigus võetakse tarvitusele ettevaatusabinõud, et vältida muutusi, mis võivad mõjutada saasteainete sisaldust ja analüüsitulemusi või muuta lähteproovid mitterepresentatiivseks.

B.1.4. **Valimid**

Võimaluse korral võetakse valimid ühtlaselt kogu partii või osapartii eri kohtadest. Kõrvalekaldumine sellest menetlusest tuleb märkida käesoleva lisa punktis B.1.8 ettenähtud protokollis.

B.1.5. **Lähteproovi ettevalmistamine**

Lähteproov saadakse valimite kokkusegamise teel.

▼ B**B.1.6. Eeskirjade täitmise tagamise, kaubanduse kaitse- ja võrdlemise eesmärgil võetavad proovid**

Eeskirjade täitmise tagamise, kaitse- ja võrdlemise eesmärgil võetavad proovid võetakse homogeniseeritud lähteproovist, välja arvatud juhul, kui see on vastuolus liikmesriikides kehtestatud toidukäitlejate õigusi käsitlevate eeskirjadega.

B.1.7. Proovide pakkimine ja vedu

Iga proov asetatakse puhtasse, inertsest materjalist nõusse, mis kaitseb seda piisavalt saastumise ja veo ajal tekkida võivate vigastuste eest ning hoiab ära analüüdi imendumise proovinõu sisesseintesse. Veo või ladustamise ajal proovi koostises tekkida võivate muutuste vältimiseks võetakse tarvitusele kõik vajalikud ettevaatusabinõud.

▼ M1

Proovide võtmisel PAH-analüüsiks tuleb võimaluse korral vältida plastrõõsmeid, sest need võivad muuta PAH-ühendite sisaldust proovis. Kui vähegi võimalik, tuleb kasutada inertseid PAH-ühendeid mittesisaldavast klaasist tehtud nõusid, mis on asjakohaselt kaitstud valguse eest. Kui see on tegelikkuses võimatu, siis tuleb vältida vähemalt proovide vahetut kokkupuudet plastiga, nt tahkete proovide puhul keerata need enne proovinõusse asetamist alumiiniumfooliumisse.

▼ B**B.1.8. Proovide pitseerimine ja märgistamine**

Iga ametlikuks kasutamiseks võetud proov pitseeritakse proovivõtukohas ja märgistatakse vastavalt liikmesriikide eeskirjadele.

Iga proovivõtu kohta tuleb täita protokoll, mis võimaldab igat partiid või osapartiid (viitega partii numbrile) üheselt kindlaks teha ning kuhu märgitakse proovivõtu aeg ja koht ning muu lisateave, mis võib analüüsijale abiks olla.

▼ M1**B.2. PROOVIVÕTUPLAANID****B.2.1. Partiide jaotamine osapartiideks**

Suured partiid jagatakse osapartiideks tingimusel, et osapartiid saab füüsiliselt eraldada. Müügipakendita partiidena kaubeldavate toodete (nt teravili) suhtes kohaldatakse tabelit 1. Muude toodete suhtes kohaldatakse tabelit 2. Võttes arvesse, et partii mass ei ole alati osapartiide massi täiskordne, võib osapartii mass ületada ettenähtud massi kuni 20 %.

▼ M4**B.2.2. Valimite arv**

Toiduainete puhul, välja arvatud toidulisandid, kuivatatud võrsid ja maitsetaimed, kuivatatud seened, vetikad ja samblikud, peab lähteproovi mass olema vähemalt 1 kilogramm või maht vähemalt 1 liiter, välja arvatud juhul, kui see on võimatu, näiteks kui valimi moodustab üks pakend või ühik.

Toidulisandite, kuivatatud võrside ja maitsetaimede, kuivatatud seente, vetikate ja samblikute lähteproovi mass peab olema vähemalt 100 grammi või maht vähemalt 100 milliliitrit.

Toiduainete (v.a toidulisandid) puhul peab partiist või osapartiist võetavate valimite miinimumarv vastama tabelile 3.

▼ **M4**

Müügipakendita turustatavate vedelate toodete puhul segatakse partii või osapartii vahetult enne proovivõtmist käsitsi või mehaaniliste vahendite abil võimalikult põhjalikult läbi, jälgides, et see ei mõjutaks toote kvaliteeti. Sellisel juhul võib eeldada, et saasteained on asjaomases partii või osapartii ühtlaselt jaotunud. Seetõttu tuleb lähteproovi jaoks võtta partii või osapartii kolm valimit.

Kui partii või osapartii koosneb toiduainete (v.a toidulisandid) üksikpakenditest või ühikutest, peab lähteproovi saamiseks võetavate pakendite või ühikute (valimite) arv vastama tabelile 4a.

Valimid peavad olema ühesuguse massi või mahuga. Toiduainete puhul, välja arvatud toidulisandid, kuivatatud võrdsid ja maitsetaimed, kuivatatud seemned, vetikad ja samblikud, peab valimi mass olema vähemalt 100 grammi või maht vähemalt 100 milliliitrit, mille tulemusena saadakse lähteproov massiga vähemalt 1 kilogramm või mahuga vähemalt 1 liiter.

Kuivatatud võrdside ja maitsetaimede, kuivatatud seente, vetikate ja samblikute valimi mass peab olema vähemalt 35 grammi või maht vähemalt 35 milliliitrit, mille tulemusena saadakse lähteproov massiga vähemalt 100 grammi või mahuga vähemalt 100 milliliitrit.

Anorgaanilise tina piinorme kohaldatakse iga konservikarbi sisu suhtes eraldi, kuid praktilistel põhjustel võib kasutada lähteproovi menetlust. Kui lähteproovi kontrollimisel saadud anorgaanilise tina sisaldus on allpool piinormi, kuid piinormi lähedal ja võib oletada, et üksikutes konservikarpides võib anorgaanilise tina sisaldus ületada piinormi, tehakse lisauuringud.

Toidulisandite valimite miinimumarv ja suurus peab vastama tabelile 4b.

Kui käesolevas punktis B.2 sätestatud proovivõtumeetodit ei ole võimalik rakendada vastuvõetamatute kaubanduslike tagajärgede tõttu (nt pakendite kuju, partii kahjustumise jne tõttu) või kui käesolevas punktis B.2 sätestatud proovivõtumeetodit on praktiliselt võimatu rakendada, siis võib rakendada teistsugust proovivõtumeetodit tingimusel, et see on kontrollitava partii või osapartii suhtes piisavalt representatiivne ning täielikult dokumenteeritud. See tuleb märkida punktis B.1.8 sätestatud protokollis.

Tabel 1

Müügipakendita turustatavate toodete partiide jagamine osapartiideks

Partii mass (tonnides)	Osapartiide mass või arv
$\geq 1\,500$	500 tonni
> 300 ja $< 1\,500$	3 osapartiid
≥ 100 ja ≤ 300	100 tonni
< 100	—

▼ **M4**

Tabel 2

Muude kui müügipakendita turustatavate toodete partiide jagamine osapartiideks

Partii mass (tonnides)	Osapartiide mass või arv
≥ 15	15–30 tonni
< 15	—

Tabel 3

Toiduainete (v.a toidulisandid) partiist või osapartiist võetavate valimite miinimumarv

Partii/osapartii mass või maht (kg või liitrit)	Võetavate valimite miinimumarv
< 50	3
≥ 50 ja ≤ 500	5
> 500	10

Tabel 4a

Lähteproovi saamiseks võetavate pakendite või ühikute (valimite) arv toiduainete (v.a toidulisandid) üksikpakenditest või ühikutest koosneva partii või osapartii puhul

Pakendite või ühikute arv partiis/osapartiis	Võetavate pakendite või ühikute arv
≤ 25	Vähemalt 1 pakend või ühik
26–100	Umbes 5 %, vähemalt 2 pakendit või ühikut
> 100	Umbes 5 %, kuni 10 pakendit või ühikut

Tabel 4b

Toidulisandite puhul võetavate valimite miinimumarv ja suurus

Partii suurus (pakendite arv)	Proovi saamiseks võetavate pakendite (valimite) arv	Valimi suurus
1–50	1	Kogu pakendi sisu
51–250	2	Kogu pakendi sisu
251 – 1 000	4	Pool iga proovi jaoks võetud jaemüügi-pakendi sisust

▼ **M4**

Partii suurus (pakendite arv)	Proovi saamiseks võetavate pakendite (valimite) arv	Valimi suurus
> 1 000	4 + 1 pakendit 1 000 jaemüügipakendi kohta, kuid maksimaalselt 25 jaemüügipakendit	≤ 10 pakendit: pool iga jaemüügipakendi sisust > 10 pakendit: igast pakendist sama kogus, mille tulemusena saadav proov on võrdväärne 5 pakendi sisuga
Teadmata (kohaldatav ainult e-kaubanduses)	1	Kogu pakendi sisu

▼ **M1**B.2.3. **Erisätted proovivõtuks suurte kalade suurte partiide puhul**

Kui kontrollitav partii või osapartii sisaldab suuri kalu (iga kala kaalub üle 1 kg) ja partii või osapartii kaalub rohkem kui 500 kg, siis peab valim koosnema kala keskmisest osast. Iga valim peab kaaluma vähemalt 100 g.

B.3. **PROOVIVÕTT JAEMÜÜGIETAPIS**

Jaemüügietaapis tuleb võimaluse korral toiduainetest proove võtta käesoleva lisa punkti B.2.2 sätete kohaselt.

Kui punktis B.2.2 sätestatud proovivõtumeetodid ei ole võimalik rakendada vastuvõetamatute kaubanduslike tagajärgede tõttu (nt pakendite kuju, partii kahjustumise jne tõttu) või kui tegelikkuses on võimatu kohaldada eelpool nimetatud proovivõtumeetodit, siis võib kohaldada teistsugust meetodit tingimusel, et see on kontrollitava partii või osapartii suhtes piisavalt representatiivne ning täielikult dokumenteeritud.

▼ **B**

C. OSA

PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE JA ANALÜÜSC.1. **LABORITE KVALITEEDINÕUDED**

Labor peab vastama määruse (EÜ) nr 882/2004
► **M1** ————— ◀ artiklis 12 sätestatud nõuetele.

Labor peab osalema asjakohastes pädevuskatsetes, mis vastavad IUPAC/ISO/AOAC egiidi all välja töötatud ühtlustatud rahvusvahelisele protokollile (keemilise) analüüsi laborite pädevuskatsete kohta ("International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories").⁽¹⁾

Laborid peavad suutma tõestada, et nad kohaldavad sisemist kvaliteedikontrolli. Siin on eeskujuks ISO/AOAC/IUPAC juhised analüütilise keemia laborite sisemise kvaliteedikontrolli kohta ("ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories").⁽²⁾

Võimaluse korral hinnatakse analüüsi õigsust, lisades analüüsi käigus sobivaid sertifitseeritud etalonaineid.

⁽¹⁾ "The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories," M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145-96.

⁽²⁾ Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995,67,649-666.

▼ B

C.2. PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE

C.2.1. Ettevaatusabinõud ja üldnõuded

Põhinõudeks on saada representatiivne ja homogeenne laboriproov teisese saastumiseta.

Laborisse saabunud proovimaterjal tuleb proovi ettevalmistamiseks täielikult ära kasutada.

Määruses (EÜ) nr 1881/2006 sätestatud piirnormidele vastavus tehakse kindlaks laboriproovides määratud sisalduste alusel.

C.2.2. Proovide ettevalmistamise erimenetlused

▼ M2

C.2.2.1. Plii, kaadmiumi, elavhõbeda, anorgaanilise tina ja anorgaanilise arseeni proovide erimenetlused

Analüüsija peab tagama, et proovid ei saastuks analüüsiks ettevalmistamise käigus. Võimaluse korral ei tohiks prooviga kokku puutuv aparaat ja seadmed sisaldada uuritavaid metalle ja peaks olema valmistatud inertsetest materjalidest, näiteks plastist nagu polüpropüleen, polütetrafluoroetüleen (PTFE) vms. Saastumisohu vähendamiseks tuleb neid puhastada happega. Lõikepinnad võivad olla kvaliteetselt roostevabast terasest.

Asjaomaste toodete puhul on mitmeid nõuetekohaseid proovide ettevalmistamise erimenetlusi, mida võib kasutada. Käesolevas määruses konkreetselt käsitlemata aspektide kohta käsitatakse nõuetele vastavana CEN-standardis „Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. General considerations and specific requirements”⁽¹⁾ esitatud prooviettevalmistamise meetodeid, kuid ka muud meetodid võivad nõuetele vastata.

Anorgaanilise tina puhul tuleb jälgida, et oleks tagatud kogu materjali asetamine analüüsivahetisse lahusesse, sest lahustumatute hüdratiseerunud Sn(IV) oksiidideks hüdrolyüsümise tõttu võib kergesti tekkida materjali kadu.

▼ M1

C.2.2.2. Erimenetlused polütsükliiliste aromaatsete süsivesinike puhul

Analüüsija peab tagama, et proovid ei saastuks analüüsiks ettevalmistamise käigus. Saastumisohu vähendamiseks tuleb mahuteid enne kasutamist loputada kõrge puhtusastmega atsetooni või heksaaniga. Võimaluse korral peaks prooviga kokkupuutuvad seade ja vahendid olema valmistatud inertsetest materjalidest, näiteks alumiiniumist, klaasist või lihvitud roostevabast terasest. Plaste nagu polüpropüleen või PTFE tuleb vältida, sest analüüdid võivad nende materjalide pinnale adsorbeeruda.

▼ M2

Polütsükliiliste aromaatsete süsivesinike analüüsimiseks kakaoubades ja nendest saadud toodetes määratakse rasvasisaldus vastavalt AOAC ametlikule meetodile 963.15 rasvasisalduse määramiseks kakaoubades ja nendest saadud toodetes. Kasutada võib samaväärseid rasvasisalduse määramise meetodeid, mille puhul on võimalik tõestada, et kasutatav meetod annab võrdse (samaväärse) rasvasisalduse väärtuse.

▼ B

C.2.3. Laborisse saabunud proovi töötlemine

Kogu lähteproov segatakse põhjalikult läbi ja vajaduse korral peenestatakse pulbriks, kasutades meetodit, mille puhul on tõestatud, et see tagab täieliku homogeniseerumise.

⁽¹⁾ Standard EN 13804:2013, „Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. General considerations and specific requirements”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel.

▼ B**C.2.4. Proovide võtmine eeskirjade täitmise tagamise, kaubanduse kaitse- ja võrdlemise eesmärgil**

Homogeniseeritud materjalist võetakse eeskirjade täitmise tagamise, kaubanduse kaitse ja võrdlemise eesmärgil proovid, välja arvatud juhul, kui see on vastuolus liikmesriikide proovivõtueeskirjadega, mis käsitlevad toidukäitlejate õigusi.

C.3. ANALÜÜSIMEETODID**C.3.1. Mõisted**

Kasutatud on järgmisi mõisteid:

r = korratavus – näitaja, millest allpool jääb korratavuse tingimustel (sama proov, sama analüüsija, samad seadmed, sama labor ja lühike ajavahemik) tehtud kahe üksikkatse tulemuste absoluutne erinevus teatava tõenäosuse piiresse (harilikult 95 %), ja seega $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = standardhälve, arvutatakse korratavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal.

RSD_r = suhteline standardhälve, arvutatakse korratavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

R = reprodutseeritavus – näitaja, millest allpool jääb reprodutseeritavuse tingimustel (sama katsematerjal, eri laborid, eri sooritajad, eri seadmed, standardmeetod) tehtud üksikkatsete tulemuste absoluutne erinevus teatava tõenäosuse piiresse (harilikult 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = standardhälve, arvutatakse reprodutseeritavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal.

RSD_R = suhteline standardhälve, arvutatakse reprodutseeritavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

▼ M3

LOD = avastamispiir – väikseim mõõdetud sisaldus, mille põhjal on analüüdi olemasolu võimalik teha kindlaks piisava statistilise kindlusega.

LOQ = määramispiir – väikseim analüüdi sisaldus, mida saab mõõta piisava statistilise kindlusega.

▼ M1

HORRAT ⁽¹⁾_r = analüüsitulemuste põhjal arvutatud RSD_r , mis on jagatud modifitseeritud Horwitzi võrrandi ⁽²⁾ põhjal arvutatud RSD_r -väärtusega (vt punktis C.3.3.1 „Märkused suutlikkusnäitajate kohta”) tingimusel, et $r = 0,66 R$.

⁽¹⁾ Horwitz W. and Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095–1109.

⁽²⁾ Thompson, Analyst, 2000, 125, 385–386.

▼ M1

$HORRAT$ ⁽¹⁾_R = analüüsitulemuste põhjal arvatud RSD_R , mis on jagatud modifitseeritud Horwitzi võrrandi ⁽²⁾ põhjal arvatud RSD_R -väärtusega (vt punktis C.3.3.1 „Märkused suutlikkusnäitajate kohta”).

u = kombineeritud standardmõõtemääramatus, mis arvutatakse kasutades üksikuid standardmõõtemääramatusi, mis on seotud mõõtemudeli sisendandmetega ⁽³⁾.

▼ B

U = laiendatud mõõtemääramatus, kui arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, annab see analüüsitulemusele ligikaudu 95protsendilise usaldusväärsuse ($U = 2u$).

U_f = maksimaalne standardmääramatus.

▼ M2**C.3.2. Üldnõuded**

Toiduainete kontrollimiseks kasutatavad analüüsimeetodid peavad vastama määruse (EÜ) nr 882/2004 III lisa sätetele.

Anorgaanilise tina sisalduse kontrolliks sobivad tina üldsisalduse analüüsimeetodid.

Veini pliisisalduse analüüsiks kohaldatakse meetodeid ja eeskirju, mille on sätestanud OIV ⁽⁴⁾ kooskõlas Euroopa Parlamendi ja nõukogu määruse (EL) nr 1308/2013 ⁽⁵⁾ artikli 80 lõikega 5.

Anorgaanilise arseeni sisalduse kontrolliks sobivad arseeni üldsisalduse analüüsimeetodid. Kui arseeni üldsisaldus on väiksem kui anorgaanilise arseeni piirnorm, ei ole edasiste katsete tegemine vajalik ning proovi loetakse anorgaanilise arseeni piirnormile vastavaks. Kui arseeni üldsisaldus on anorgaanilise arseeni piirnormiga võrdne või sellest suurem, tuleb teha korduvkatset, et teha kindlaks, kas anorgaanilise arseeni sisaldus ületab anorgaanilise arseeni piirnormi.

▼ B**C.3.3. Erinõuded****▼ M1****C.3.3.1. Suutlikkusnäitajad**

Kui saasteainesisalduse määramiseks toiduainetes ei ole Euroopa Liidu tasandil erimeetodeid ette nähtud, võivad laborid talida mis tahes vastava aine jaoks valideeritud analüüsimeetodi tingimusel, et valitud meetod vastab tabelites 5, 6 ja 7 sätestatud suutlikkusnäitajatele.

Kui on asjakohane ning võimalik, siis soovitatakse kasutada täielikult valideeritud meetodeid (st meetodeid, mis on vastava maatriksi suhtes valideeritud ringtestiga). Muid asjakohaselt valideeritud meetodeid (nt vastava aine jaoks laborisiseselt valideeritud meetodeid) võib samuti kasutada tingimusel, et nad vastavad tabelites 5, 6 ja 7 sätestatud suutlikkusnäitajatele.

⁽¹⁾ Horwitz W. and Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095–1109.

⁽²⁾ Thompson, Analyst, 2000, 125, 385–386.

⁽³⁾ International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

⁽⁴⁾ Rahvusvaheline Viinamarja- ja Veiniorganisatsioon (Organisation internationale de la vigne et du vin).

⁽⁵⁾ Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrus (EL) nr 1308/2013, 17. detsember 2013, millega kehtestatakse põllumajandustoodete ühine turukorraldus ning millega tunnistatakse kehtetuks nõukogu määrused (EMÜ) nr 922/72, (EMÜ) nr 234/79, (EÜ) nr 1037/2001 ja (EÜ) nr 1234/2007 (ELT L 347, 20.12.2013, lk 671).

▼ M1

Kui võimalik, siis peavad laborisisesse valideerimise meetodid hõlmama sertifitseeritud etalonaine kasutamist.

▼ M4

- a) Plii, kaadmiumi, elavhõbeda, anorgaanilise tina ja anorgaanilise arseeni analüüsimetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 5

Näitaja	Kriteerium			
Rakendusala	Määruses (EÜ) nr 1881/2006 nimetatud toiduained			
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired			
Korduvus (RSD _r)	HORRAT _r väiksem kui 2			
Korratavus (RSD _R)	HORRAT _R väiksem kui 2			
Saagis	Kohaldatakse punkti D.1.2 sätteid.			
LOD	= kolm kümnendikku LOQst			
LOQ	Anorgaaniline tina	≤ 10 mg/kg		
	Plii	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	
		≤ ML	kuni kaks kolmandikku piirnormist	
	Kaadmium, elavhõbe, anorgaaniline arseen	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		kuni kaks viiendikku piirnormist	kuni kaks viiendikku piirnormist	kuni üks viiendik piirnormist

▼ M3

- b) 3-monokloropropaan-1,2-diooli (3-MCPD), 3-MCPD rasvhappeestrite, glütsidooli rasvhappeestrite analüüsimetodite suutlikkusnäitajad:

— 3-MCPD sisalduse kontrolliks määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.1 nimetatud toiduainetes kasutatavate analüüsimetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 6a

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.1 nimetatud toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Tühikatse	Alla avastamisiiri (LOD)
Korduvus (RSD _r)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	75–110 %
Avastamisiir (LOD)	≤ 5 µg/kg (kuivaine kohta)
Määramisiir (LOQ)	≤ 10 µg/kg (kuivaine kohta)

▼ M3

- 3-MCPD sisalduse kontrolliks määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.3 nimetatud toiduainetes kasutatavate analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 6b

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.3 nimetatud toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Tühikatse	Alla avastamiskiir (LOD)
Korduvus (RSD _r)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	75–110 %
Avastamiskiir (LOD)	≤ 7 µg/kg
Määramiskiir (LOQ)	≤ 14 µg/kg

- 3-MCPDna väljendatud 3-MCPD rasvhappeestrite sisalduse kontrolliks määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.3 nimetatud toiduainetes kasutatavate analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 6c

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.3 nimetatud toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Korduvus (RSD _r)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	70–125 %
Avastamiskiir (LOD)	Kolm kümnendikku määramiskiirist
Määramiskiir (LOQ) punktides 4.3.1 ja 4.3.2 nimetatud toiduainete puhul:	≤ 100 µg/kg õlides ja rasvades
Määramiskiir (LOQ) punktides 4.3.3 ja 4.3.4 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on < 40 %	kuni kaks viendikku piinormist
Määramiskiir (LOQ) punktis 4.3.4 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on ≥ 40 %	≤ 15 µg/kg rasva kohta

- glütsidoolina väljendatud glütsidooli rasvhappeestrite sisalduse kontrolliks määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.2 nimetatud toiduainetes kasutatavate analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

▼ **M3**

Tabel 6d

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa punktis 4.2 nimetatud toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Korduvus (RSD _t)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	70–125 %
Avastamispiir (LOD)	Kolm kümnendikku määramispiirist
Määramispiir (LOQ) punktides 4.2.1 ja 4.2.2 nimetatud toiduainete puhul:	≤ 100 µg/kg õlides ja rasvades
Määramispiir (LOQ) punktis 4.2.3 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on < 65 %, ja punktis 4.2.4 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on < 8 %	kuni kaks viiendikku piinormist
Määramispiir (LOQ) punktis 4.2.3 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on ≥ 65 %, ja punktis 4.2.4 nimetatud toiduainete puhul, mille rasvasisaldus on ≥ 8 %	≤ 31 µg/kg rasva kohta

▼ **M1**

- c) Polütsükliliste aromaatsete süsivesinike analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

Kõnealuseid suutlikkusnäitajaid kohaldatakse nelja polütsüklilise aromaatses süsivesiniku suhtes: benso(a)püreen, bens(a)antratseen, benso(b)fluoranteen ja krüseen.

Tabel 7

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Määruses (EÜ) nr 1881/2006 nimetatud toiduained.
Spetsiifilisus	Vaba maatriksi või spektraalinterferentsi mõjust
Korratavus (RSD _t)	HORRAT _t väiksem kui 2
Reprodutseeritavus (RSD _R)	HORRAT _R väiksem kui 2
Saagis	50–120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg iga aine puhul neljast
LOQ	≤ 0,90 µg/kg iga aine puhul neljast

▼ M3

d) Akrüülamiidi analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 8

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Kõik toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Tühikatse	Alla avastamiskiiri (LOD)
Korduvus (RSD _r)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	75–110 %
Avastamiskiir (LOD)	Kolm kümnendikku määramiskiirist
Määramiskiir (LOQ)	Toiduainete puhul, mille võrdlusväärtus on < 125 µg/kg: ≤ kaks viiendikku võrdlusväärtusest, kuid ei pea olema alla 20 µg/kg Toiduainete puhul, mille võrdlusväärtus on ≥ 125 µg/kg: ≤ 50 µg/kg

e) Perkloraadi analüüsimeetodite suutlikkusnäitajad

Tabel 9

Näitaja	Kriteerium
Rakendusala	Kõik toiduained
Spetsiifilisus	Puudub vastasmõju maatriksiga ja puuduvad spektraalhäired
Korduvus (RSD _r)	0,66 korda RSD _R (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Korratavus (RSD _R)	Tuletatakse (modifitseeritud) Horwitzi võrrandi alusel
Saagis	70–110 %
Avastamiskiir (LOD)	Kolm kümnendikku määramiskiirist
Määramiskiir (LOQ)	kuni kaks viiendikku piirnormist

f) Märkused suutlikkusnäitajate kohta

Horwitzi võrrand ⁽¹⁾ (sisalduste vahemiku $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ jaoks) ja modifitseeritud Horwitzi võrrand ⁽²⁾ (sisalduste vahemiku $C < 1,2 \times 10^{-7}$ jaoks) on üldised täpsuse arvutamise võrrandid, mis ei sõltu enamiku analüüsimeetodite puhul analüüdist ja maatriksist, vaid üksnes sisaldusest.

Modifitseeritud Horwitzi võrrand sisalduste vahemiku $C < 1,2 \times 10^{-7}$ jaoks:

$$RSD_R = 22 \%$$

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,63, 1980, 1344–1354.

⁽²⁾ M. Thompson, Analyst, 125, 2000, 385–386.

▼ **M3**

kus:

- RSD_R on suhteline standardhälve, mis arvutatakse korratavuse tingimustes $[(s_R/x) \times 100]$ saadud tulemuste põhjal.
- C on sisaldus massisuhtena (st 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Modifitseeritud Horwitzi võrrandit kasutatakse sisalduste vahemikus $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Horwitzi võrrand sisalduste vahemiku $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ jaoks:

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

kus:

- RSD_R on suhteline standardhälve, mis arvutatakse korratavuse tingimustes $[(s_R/x) \times 100]$ saadud tulemuste põhjal.
- C on sisaldus massisuhtena (st 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Horwitzi valemit kasutatakse sisalduste vahemikus $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

▼ **M1**

C.3.3.2. „Sobivus ettenähtud otstarbeks”

Laborisiseselt valideeritud meetodite korral võib analüüsimetodi sobivust ametlikuks kontrolliks hinnata ettenähtud otstarbe seisukohast. ⁽¹⁾ Ametlikuks kontrolliks sobiv meetod peab andma tulemuse, mille puhul standardmõõtemääramatus on väiksem kui maksimaalne standardmõõtemääramatus (u), mis arvutatakse järgmise valemi järgi:

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

kus:

- U_f on maksimaalne standardmõõtemääramatus ($\mu\text{g/kg}$);
- LOD on meetodi avastamispiir ($\mu\text{g/kg}$); LOD peab vaadeldava kontsentratsiooni puhul vastama punktis C.3.3.1 sätestatud suutlikkusnäitajale;
- C on vaadeldav kontsentratsioon ($\mu\text{g/kg}$);
- α on kontsentratsiooniväärtusest (C) sõltuv konstant. Kasutatavad väärtused on esitatud ► **M3** tabelis 10 ◀.

▼ **M3**

Tabel 10

▼ **M1**

Käesolevas punktis esitatud valemis konstandi α jaoks kasutatavad numbrilised väärtused sõltuvalt vaadeldavast kontsentratsioonist

C ($\mu\text{g/kg}$)	α
≤ 50	0,2
51–500	0,18
501–1 000	0,15
1 001–10 000	0,12
$> 10\ 000$	0,1

⁽¹⁾ M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, lk. 10 ja 471–478.

▼ M1

Analüüsija peab järgima komisjoni dokumenti „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation”⁽¹⁾.

▼ B

D. OSA

TULEMUSTE ESITAMINE JA TÖLGENDAMINE

D.1. TULEMUSTE ESITAMINE

D.1.1. **Tulemuste esitamine**

Tulemused esitatakse samades ühikutes ja sama täpsusega nagu määruses (EÜ) nr 1881/2006 kehtestatud piirnormid.

D.1.2. **Saagise arvutamine**

Kui analüüsimeetodis kasutatakse ekstraheerimist, esitatakse tulemus saagiseparandiga. Sellisel juhul tuleb esitada saagise väärtus.

▼ M1

Kui analüüsimeetodis ei kasutata ekstraheerimist (näiteks metallide puhul), võib tulemuse esitada saagiseparandita, kui esitatakse tõendid (ideaaljuhul kasutades sobivat sertifitseeritud etalonainet), et mõõtemääramatust arvesse võttes on saavutatud kinnitatud kontsentratsioon (st mõõtmise ülim täpsus) ning seega ei esine selle meetodi puhul olulist nihet. Kui tulemus esitatakse saagiseparandita, tuleb see märkida aruan-
desse.

▼ BD.1.3. **Mõõtemääramatus**

Analüüsitulemused tuleb esitada kujul $x \pm U$, kus x on analüüsitulemus ja U on laiendmääramatus, mille arvutamisel kasutatakse katte-
tegurit 2, mis annab usaldusväärsuse tasemeks ligikaudu 95 % ($U = 2u$).

▼ M1

Analüüsija peab järgima dokumenti „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation”⁽²⁾.

▼ B

D.2. TULEMUSTE TÖLGENDAMINE

D.2.1. **Partii/osapartii nõuetekohasus**

Partii või osapartii loetakse nõuetekohaseks, kui saasteaine sisaldus laboriproovis ei ületa määruses (EÜ) nr 1881/2006 kehtestatud piirnormi, võttes arvesse laiendmääramatust ja saagise parandust, kui kasutatud analüüsimeetod hõlmab ekstraheerimist.

D.2.2. **Partii/osapartii nõuetele mittevastavus**

Partii või osapartii loetakse nõuetele mittevastavaks, kui saasteaine sisaldus laboriproovis ületab kahtlusega määruses (EÜ) nr 1881/2006 kehtestatud piirnormi, võttes arvesse laiendmääramatust ja saagise parandust, kui kasutatud analüüsimeetod hõlmab ekstraheerimist.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

⁽²⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼B

D.2.3. Kohaldatavus

Käesolevaid tõlgenduseeskirju kohaldatakse eeskirjade täitmise tagamiseks võetud proovide analüüsitulemuste suhtes. Kaubanduse kaitse- või võrdlemise eesmärgil tehtud analüüside puhul kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.