

PRILOGA 2

Priprava vzorca in zahteve za analitske metode, ki se uporabljajo za uradni nadzor nad vsebnostjo patulina v nekaterih živilih

1. Previdnostni ukrepi

Ker je porazdelitev patulina v določenih živilih lahko nehomogena, je treba vzorce, posebno postopek homogenizacije, pripraviti z največjo pazljivostjo.

Za pripravo laboratorijskega vzorca se uporabi celotni vzorec, ki je prispel v laboratorij.

2. Priprava laboratorijskega vzorca

Celoten sestavljeni vzorec se drobno zmelje (kolikor je potrebno) in dobro premeša po postopku, ki dokazano omogoča popolno homogenizacijo.

3. Razdelitev vzorcev za uradni nadzor, pridobitev drugega mnenja in referenčne namene

Laboratorijski vzorci za uradni nadzor, za potrebe nosilcev dejavnosti zaradi pridobitve drugega mnenja in za referenčne namene se odvzamejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca. Odvzamejo se trije enakovredni vzorci.

4. Analitska metoda, ki se uporablja v laboratoriju in zahteve za obvladovanje kakovosti laboratorija

4.1 Opredelitve pojmov

V nadaljevanju so navedene splošne opredelitve pojmov, ki jih mora laboratorij upoštevati:

Najpogosteje navajana parametra za natančnost sta ponovljivost in obnovljivost.

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

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

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

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

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

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

4.2 Splošne zahteve

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

4.3 Posebne zahteve

Če na ravni Evropske skupnosti niso predpisane nobene posebne metode za določanje patulina v živilih, lahko laboratoriji izberejo katero koli metodo, če izbrana metoda izpolnjuje naslednje zahteve:

Značilnosti izvedbe za patulin

Vsebnost $\mu\text{g}/\text{kg}$	Patulin $RSD_r \%$	$RSD_R \%$	Izkoristek %
< 20	≤ 30	≤ 40	50 do 120
20-50	≤ 20	≤ 30	70 do 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 do 105

Meje detekcije uporabljenih metod niso navedene, ker so vrednosti za natančnost dane pri izbranih koncentracijah. Vrednosti za natančnost se izračunajo s Horwitzovo enačbo:

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

pri čemer je:

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

– C je razmerje koncentracije (tj. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1,000 mg/kg)

To je posplošena enačba za natančnost, ki je neodvisna od analizirane snovi in matrice ter je za vse običajne analitske metode odvisna izključno od koncentracije.

4.4 Izračun izkoristka in poročanje rezultatov

Pri rezultatu analize se navede ali je izkoristek upoštevan ali ne. Navesti je treba tudi način navajanja in vrednost izkoristka. Analitski rezultat, kjer je upoštevan izkoristek, se uporablja za preverjanje skladnosti (glej točko 5 Priloge 1).

Analitski rezultat se izrazi kot $x \pm U$, pri čemer je x rezultat analize in U merilna negotovost.

4.5 Standardi kakovosti za laboratorije

Laboratoriji za opravljanje analiz vsebnosti patulina v okviru uradnega zdravstvenega nadzora nad živilni morajo biti v skladu z zahtevami iz predpisa, ki ureja uradni zdravstveni nadzor nad živilni.