

**MAGYAR ÉLELMISZERKÖNYV**  
**(Codex Alimentarius Hungaricus)**

Hivatalos Élelmiszervizsgálati Módszergyűjtemény

**3-1-2001/22 számú előírás**  
(2. kiadás)

**Mintavételi és vizsgálati módszerek az élelmiszerekben található  
ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD-tartalom hatósági ellenőrzésére**

**1. §**

(1) Az élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD (3-monoklór-propán-1,2-diol)-tartalmának hatósági ellenőrzéséhez a mintát ennek az előírásnak az *1. számú mellékletében* meghatározott módszer szerint kell venni.

(2) Az élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD-tartalmának hatósági ellenőrzéséhez használt minta-előkészítési és vizsgálati módszerek feleljenek meg ezen előírás *2. számú melléklete* szerinti követelményeknek.

**2. §**

Ez az előírás 2006. január 1-jén lép hatályba, ezzel egyidejűleg a 3-1-2001/22 számú előírás 1. kiadása hatályát veszti.

**3. §**

Ez az előírás az élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD- tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek meghatározásáról szóló, 2001. március 8-i 2001/22/EK bizottsági irányelvnek, valamint az azt módosító, 2005. január 19-i 2005/4/EK bizottsági irányelvnek való megfelelést szolgálja.

## **Mintavételi módszerek egyes élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD-tartalmának hatósági ellenőrzéséhez**

### *1. Cél és alkalmazási terület*

Az élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD (3-monoklór-propán-1,2-diol)-mennyiségének hatósági ellenőrzésére szánt mintákat a következőkben ismertetett módszereknek megfelelően kell venni. Az így kapott átlagmintákat úgy kell tekinteni, hogy azokat a tételeket vagy altételeket reprezentálják, amelyekből származnak. Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló, 2001. március 8-i 466/2001/EK bizottsági rendeletben (a továbbiakban: 466/2001/EK rendelet) megállapított határértékeknek való megfelelést a laboratóriumi mintákból meghatározott mennyiségek alapján kell megállapítani.

### *2. Fogalommeghatározások*

Tétel:	Egy időben szállított, azonosítható mennyiségű élelmiszer, amely hivatalos személy által meghatározott, olyan közös jellemzőkkel rendelkezik, mint származás, fajta, csomagolástípus, csomagoló, feladó vagy jelölés. Hal esetében a méret is szempont.
Altétel:	Egy nagyobb tételnek az a kijelölt része, amelyből a mintát veszik. Mindegyik altételnek fizikailag különállónak és azonosíthatónak kell lennie.
Egyedi minta:	A tétel vagy altétel egy bizonyos helyéről vett minta.
Átlagminta:	A tételből vagy altételből vett egyedi minták egyesítésével és összekeverésével kapott minta.
Laboratóriumi minta:	A laboratóriumnak szánt minta.

### *3. Általános rendelkezések*

#### *3.1. Mintavevők*

A mintavételt arra felhatalmazott, képzett személynek kell végeznie.

#### *3.2. Mintavételre kijelölt anyag*

A vizsgálatra kerülő minden egyes tételből külön-külön kell mintát venni.

#### *3.3. Óvintézkedések*

A mintavétel és a laboratóriumi minta-előkészítés során kellő óvatossággal kell eljárni, hogy elkerüljük a mintában lévő ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD-tartalom megváltozását, továbbá az analitikai meghatározásra gyakorolt káros hatásokat vagy azokat a hatásokat, amelyek miatt az átlagminta már nem lesz többé reprezentatív.

#### *3.4. Egyedi minták*

Az egyedi mintákat a tétel vagy altétel teljes egészéből, különböző helyekről kell venni. Az ettől az eljárástól való eltérést a 3.8. pont szerinti jegyzőkönyvben rögzíteni kell.

#### *3.5. Az átlagminta elkészítése*

Az átlagminta az egyedi minták egyesítésével készül. Tömegének legalább 1 kg-nak kell lennie, kivéve, ha a gyakorlatban ez nem valósítható meg, vagy nem célszerű, például amikor egyedileg csomagolt mintákat kell venni.

### 3.6. Laboratóriumi minták

A döntéshozatal és szankcionálás alapját képező laboratóriumi mintákat (hatósági analitikai minta, ellenminta, döntő minta) a homogenizált átlagmintából kell venni, ha ez nem ellentétes más, a mintavételre vonatkozó előírással. A szankcionálás alapját képező laboratóriumi minták mennyiségének elegendőnek kell lennie legalább két párhuzamos vizsgálatra.

### 3.7. A minták csomagolása és szállítása

Mindegyik átlagmintát, illetve laboratóriumi mintát olyan tiszta, semleges tartóedénybe kell helyezni, amely megfelelő védelmet biztosít a szennyeződések, a tartóedény belső falán bekövetkező abszorpció által okozott veszteségek és a szállítás során fellépő sérülések ellen. Minden óvintézkedést meg kell tenni annak érdekében, hogy elkerüljük az átlagminták, illetve a laboratóriumi minták összetételének megváltozását a szállítás és a tárolás során.

### 3.8. A minták lezárása és jelölése

Minden egyes hatósági mintát a mintavétel helyszínén a vonatkozó előírásoknak megfelelően le kell zárni, és azonosító jelzéssel kell ellátni. Minden mintavételről jegyzőkönyvet kell felvenni, amely lehetővé teszi minden egyes tétel kétséget kizáró azonosítását, rögzíti a mintavétel időpontját és helyét, valamint megad olyan további információt, amely a vizsgáló számára érdekes lehet.

## 4. Mintavételi terv

A mintát ideális esetben azon a ponton kell venni, ahol a termék belép az élelmiszerláncba, és az önálló tétel azonosíthatóvá válik. A mintavételi módszernek biztosítania kell, hogy az átlagminta reprezentálja az ellenőrizendő tételt.

### 4.1. Az egyedi minták száma

Folyékony termékek esetén, ahol a kérdéses szennyező anyag eloszlása egy adott tételen belül homogénnek tekinthető, elegendő tételenként egy egyedi mintát venni, amely egyedül alkotja az átlagmintát. A tételszámot fel kell tüntetni. A hidrolizált növényi fehérjét vagy szójaszószt tartalmazó folyékony termékeket az egyedi minta vétele előtt jól fel kell rázni, vagy megfelelő eszközzel homogenizálni kell.

A többi termék esetében az egy tételből legalább kiveendő egyedi minták számát az 1. táblázat adja meg. Az egyedi minták tömegének azonosnak kell lennie. Az ettől az eljárástól való eltérést a 3.8. pont szerinti jegyzőkönyvben rögzíteni kell.

**1. táblázat: Az egy tételből legalább kiveendő egyedi minták száma**

A tétel tömege (kg)	A tételből legalább kiveendő egyedi minták száma
<50	3
50 – 500	5
>500	10

Ha a tétel több csomagolási egységből áll, akkor az átlagmintához kiveendő csomagolási egységek számát a 2. táblázat adja meg.

**2. táblázat: Az átlagmintához kiveendő csomagolási egységek (egyedi minták) száma, ha a tétel több csomagolási egységből áll**

A tételben lévő csomagolási egységek száma	A tételből kiveendő csomagolási egységek száma
1 – 25	1 csomagolási egység
26 – 100	Kb. 5%, de legalább 2 csomagolási egység
>100	Kb. 5%, de legfeljebb 10 csomagolási egység

*5. A tétel vagy az altétel követelményeknek való megfelelése*

Az ellenőrző laboratóriumnak a hatósági laboratóriumi mintából legalább két független vizsgálatot kell végeznie, és ki kell számítani a vizsgálati eredmények átlagát.

A tétel megfelelő, ha az átlag – figyelembe véve a kiterjesztett mérési bizonytalanságot és a visszanyerési korrekciót <sup>(1)</sup> – nem haladja meg a 466/2001/EK rendeletben leírt felső határértéket.

A tétel nem megfelelő, ha az átlag – figyelembe véve a kiterjesztett mérési bizonytalanságot és a visszanyerési korrekciót – egyértelműen meghaladja a megadott felső határértéket.

Ezek az értelmezési szabályok a hatósági ellenőrzés céljára vett minták vizsgálata során kapott eredményekre alkalmazandóak.

**Minta-előkészítés és egyes élelmiszerek ólom-, kadmium-, higany- és 3-MCPD-tartalmának hatósági ellenőrzésére alkalmazott vizsgálati módszerekkel szemben támasztott követelmények**

*1. Bevezetés*

Alapvető követelmény, hogy reprezentatív és homogén laboratóriumi mintával rendelkezünk, és ne kerüljön a mintába másodlagos szennyeződés.

*2. Specifikus minta-előkészítési eljárás ólom, kadmium és higany esetében*

Számos megfelelő specifikus minta-előkészítési eljárás létezik, amely alkalmazható a vizsgálandó termékek esetében. A CEN „Élelmiszerek. Nyomelemek meghatározása. Teljesítőképességi követelmények és általános megfontolások” szabványban leírt eljárások megfelelőeknek bizonyultak <sup>(a)</sup>, de egyéb eljárások is ugyanolyan megfelelőek lehetnek.

A következő szempontokat kell figyelembe venni bármelyik eljárás alkalmazása esetében:

- kéthéjú puhatestűek, rákfélék és kis halak: ha szokás szerint egészben fogyasztják ezeket, akkor a belső részek is hozzátartoznak a vizsgálandó anyaghoz,
- zöldségek: csak az ehető részüket kell megvizsgálni, figyelembe véve a 466/2001/EK rendelet követelményeit.

*3. A laboratórium által alkalmazandó vizsgálati módszer és a laboratóriumi ellenőrzési követelmények*

3.1. Fogalommeghatározások

$r =$  ismételhetőség, az az érték, amelynél az ismételhetőség feltételeinek (vagyis azonos minta, azonos vizsgáló, azonos eszközök, azonos laboratórium, rövid időbeli különbség a két vizsgálat között) megfelelően kapott két egyedi vizsgálati eredmény közötti abszolút különbség adott valószínűséggel (általában 95%) kisebb lesz;

$$r = 2,8 \times s_r.$$

$s_r =$  az ismételhetőség feltételeinek megfelelően kapott eredményekből számított szórás.

$RSD_r =$  relatív szórás, amelyet az ismételhetőség feltételeinek megfelelően kapott eredményekből számítunk ki  $[(s_r/x_{\text{átl}}) \times 100]$ , ahol  $x_{\text{átl}}$  az összes laboratórium és minta mérési eredményének átlaga.

$R =$  reprodukálhatóság, az az érték, amelynél a reprodukálhatóság feltételeinek (vagyis azonos minta, azonos szabványos vizsgálati módszert alkalmazó különböző laboratórium és különböző vizsgáló) megfelelően kapott egyedi vizsgálati eredmények közötti abszolút különbség adott valószínűséggel (általában 95%) kisebb lesz;

$$R = 2,8 \times s_R.$$

$s_R =$  a reprodukálhatóság feltételeinek megfelelően kapott eredményekből számított szórás.

$RSD_R =$  a reprodukálhatóság feltételeinek megfelelően kapott eredményekből számított relatív szórás  $[s_R/x_{\text{átl}}] \times 100]$

$HORRAT_r =$  az észlelt  $RSD_r$  érték osztva az  $r = 0,66R$  közelítést alkalmazó Horwitz-egyenlettel becsült  $RSD_r$  értékkel

$HORRAT_R =$  az észlelt  $RSD_R$  érték osztva a Horwitz-egyenlettel<sup>(b)</sup> számított  $RSD_r$  értékkel.

### 3.2. Általános követelmények

Az élelmiszer-ellenőrzés céljára használt módszerek, amikor csak lehetséges, meg kell felelnie a hatósági élelmiszer-ellenőrzésre vonatkozó hatályos jogszabályi előírásoknak.

Borok ólomtartalmának vizsgálatára a borokra vonatkozó hatályos jogszabályok szerinti módszereket kell alkalmazni.

### 3.3. Különleges követelmények

#### 3.3.1. Ólom-, kadmium- és higanyvizsgálatok

Az ólom-, kadmium- és a higanytartalom meghatározására nincsenek előírva különleges módszerek. A laboratóriumoknak olyan validált módszert kell alkalmazni, amely megfelel a 3. táblázat szerinti teljesítőképességi követelményeknek. Ha lehetséges, a körvizsgálattal végzett validáláskor a vizsgálati anyagok mellett tanúsított referenciaanyagot is vizsgálniuk kell a résztvevőknek.

### 3. táblázat: Az ólom, kadmium és higany vizsgálati módszereinek teljesítményjellemző követelményei

Jellemző	Érték/megjegyzés
Alkalmazhatóság	A 466/2001/EK rendeletben megadott élelmiszerek
Kimutatási határ	Ne legyen nagyobb, mint a 466/2001/EK rendeletben előírt érték tizedrésze, kivéve, ha az ólomra előírt érték kisebb, mint 0,1 mg/kg, ez esetben ne legyen nagyobb, mint az előírt érték egyötöde.
Meghatározási határ	Ne legyen nagyobb, mint a 466/2001/EK rendeletben előírt érték ötödrésze, kivéve, ha az ólomra előírt érték kisebb, mint 0,1 mg/kg, ez esetben ne legyen nagyobb, mint az előírt érték kétötöde.
Precizitás	1,5-nél kisebb $HORRAT_r$ vagy $HORRAT_R$ értékek a validáló körvizsgálatban.
Visszanyerés	80 – 120% (ahogyan az a körvizsgálatban meg van adva).
Specifikusság	Mentes a mátrix által okozott vagy spektrális zavaró hatásoktól.

### 3.3.2. 3-MCPD-vizsgálat

A 3-MCPD-tartalom meghatározására nincsenek előírva különleges módszerek. A laboratóriumoknak olyan validált módszert kell alkalmazniuk, amely megfelel a 4. táblázat szerinti teljesítőképességi követelményeknek. Ha lehetséges, a körvizsgálattal végzett validáláskor a vizsgálati anyagok mellett tanúsított referenciaanyagot is vizsgálni kell a résztvevőknek. A specifikus módszert körvizsgálattal validálták, amely megfelel a 4. táblázatban megadott követelményeknek (°).

**4. táblázat: A 3-MCPD vizsgálati módszereinek teljesítményjellemző követelményei**

Jellemző	Ajánlott érték	Koncentráció
Vakháttér	A kimutatási határ alatt	-
Visszanyerés	75 – 110%	Teljes tartomány
Meghatározási határ	10 µg/kg (vagy ennél kevesebb) szárazanyagra számítva	-
A vak háttérjel szórása	Kevesebb, mint 4 µg/kg	-
Laboratóriumon belüli precizitási becslések - ismételt mérések szórása különböző koncentrációk esetében	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

### 3.3.3. Teljesítményjellemző kritériumok – Közelítés bizonytalansági függvénnyel

A laboratórium által alkalmazott vizsgálati módszer alkalmasságának becslésére bizonytalansági megközelítést is lehet használni. A laboratórium olyan vizsgálati módszert alkalmazhat, amely a legnagyobb standard mérési bizonytalanságon belüli mérési eredményekkel szolgál. A legnagyobb standard mérési bizonytalanságot a következő képlettel lehet kiszámítani:

$$U_f = \sqrt{\left[\frac{LOD}{2}\right]^2 + (\alpha C)^2}$$

ahol:

$U_f$  a legnagyobb standard mérési bizonytalanság

$LOD$  a vizsgálati módszer kimutatási határa

$C$  a mindenkor koncentráció

$\alpha$  egy számítási tényező, amelynek értéke a  $C$  értékétől függ. Az összefüggést a következő táblázat tartalmazza:

$C$ (µg/kg)	$\alpha$
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1000	0,15
1 001 – 10 000	0,12
>10 000	0,1

$U$  a kiterjesztett mérési bizonytalanság, 2-es kiterjesztési tényezővel számítva, ami kb. 95%-os valószínűségi szintnek felel meg.

Amennyiben egy vizsgálati módszerrel kapott eredmények mérési bizonytalansága kisebb, mint a legnagyobb standard mérési bizonytalanság, akkor a vizsgálati módszer ugyanúgy alkalmas a feladatra, mint az a vizsgálati módszer, amely megfelel a fenti teljesítőképességi követelményeknek.

#### 3.4. A valódi érték becslése, visszanyerési számítások és az eredmények megadása

Ha lehetséges, a vizsgálat valódi értékét mindig becsülni kell megfelelő, tanúsított referenciaanyag vizsgálatával.

A vizsgálati jelentésben korrigált vagy nem korrigált vizsgálati eredményt kell megadni. Fel kell tüntetni a megadás módját és a visszanyerés mértékét.

A vizsgálónak figyelembe kell vennie az „Európai Bizottság Jelentése a vizsgálati eredmények, a mérési bizonytalanság, a visszanyerési tényezők és az EU élelmiszerjogi rendelkezései közötti kapcsolatról” című anyagot<sup>(1)</sup>.

A vizsgálati eredményt  $x \pm U$  formában kell megadni, ahol  $x$  a vizsgálati eredmény,  $U$  pedig a kiterjesztett mérési bizonytalanság, 2-es kiterjesztési tényezővel számítva.

#### 3.5. Laboratóriumi minőségügyi szabványok

A laboratóriumoknak meg kell felelniük a hatósági élelmiszer-ellenőrzésre vonatkozó jogszabályi előírásoknak.

#### 3.6. Az eredmények kifejezése

Az eredményeket ugyanabban a mértékegységben kell kifejezni, mint amelyben a 466/2001/EK rendelet a felső határértékeket megadja.

### HIVATKOZÁSOK

<sup>(1)</sup> European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation, 2004. (Európai Bizottság Jelentése a vizsgálati eredmények, a mérési bizonytalanság, a visszanyerési tényezők és az EU élelmiszerjogi rendelkezései közötti kapcsolatról, 2004).

<sup>(a)</sup> EN 13804:2003 szabvány, „Élelmiszerek. Nyomelemek meghatározása. Teljesítménykövetelmény, általános megfontolások és minta-előkészítés.

<sup>(b)</sup> W. Horwitz: Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs, Anal. Chem., 1982., 54. sz. 67A–76A.

<sup>(c)</sup> „Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection” a CEN TC 275-höz és az AOAC International-hoz benyújtva (rendelkezésre áll még „Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food’s recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods” címen).

<sup>(d)</sup> IUPAC/ISO/AOAC „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement”. Szerk.: Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts és Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999. 71. sz., 337–348.