

# Aspekty prawne i normalizacyjne pobierania próbek pasz do badań laboratoryjnych

Zbigniew Osiński, Krzysztof Kwiatek, Zbigniew Sieradzki

z Zakładu Higieny Pasz Państwowego Instytutu Weterynaryjnego – Państwowego Instytutu Badawczego w Puławach

## Law and normalization aspects of feed sampling for laboratory analyses

Osiński Z., Kwiatek K., Sieradzki Z., Department of Hygiene of Animal Feedingstuffs, National Veterinary Research Institute, Puławy

The sampling stage is an important element in ensuring high reliability of laboratory test results. In particular, it must be ensured that the laboratory sample sent for testing reflects the whole batch of feed with its characteristics. With this in mind, numerous legal requirements and international norms arose, which were presented in a synthetic way in the paper. Knowledge of these principles is a must for those involved in the control of feed safety and quality, and should be further improved.

**Keywords:** feed, sampling, laboratory analysis, official control.

**K**luczowym elementem w zapewnieniu wysokiej wiarygodności wyników badań laboratoryjnych jest etap pobierania próbek. W przypadku badań pasz ważne jest, aby proces pobierania próbek prowadził do uzyskania wiarygodnych wyników, odwzorowując badaną cechę w całej partii paszy, bez względu na wielkość takiej partii oraz uwzględniając zróżnicowaną jednorodność rozmieszczenia poszczególnych składników. Mając to na względzie, sformułowano dla wielu kierunków badań pasz wymagania prawne oraz normy międzynarodowe, które przedstawiono w sposób syntetyczny w niniejszym opracowaniu. Znajomość zasad dotyczących pobierania próbek jest wymagana w przypadku osób związanych z zapewnieniem oraz kontrolą bezpieczeństwa i jakości pasz. Konieczność taką zapisano w wymaganiach prawnych określających niezbędny zakres wiedzy i szkoleń,

jakie mają posiadać osoby przeprowadzające kontrole urzędowe oraz wykonujące inne czynności urzędowe w celu zapewnienia zgodności w zakresie obowiązującego prawa żywnościowego i paszowego.

Etap pobierania próbek do badań stanowi jeden z najważniejszych elementów w procesie zapewnienia wysokiej wiarygodności i obiektywności wyników badań laboratoryjnych. Element ten ma kluczowe znaczenie w przypadku oceny zgodności pasz z wymaganiami. Właściwe przeprowadzenie tego procesu rzutuje na osiągnięcie wymaganej rzetelności i wiarygodności wyników, a co za tym idzie, podejmowanie odpowiednich decyzji w przypadku stwierdzenia zgodności lub niezgodności danej partii paszy z wymaganiami. Z tego powodu etap ten jest przedmiotem uregulowań prawa paszowego i żywnościowego oraz stanowi ważny obszar normalizacji związanej z systemami zarządzania jakością badań laboratoryjnych. W kontroli urzędowej żywności i pasz istnieje szereg rozporządzeń regulujących na poziomie ogólnym, jak i bardziej szczegółowym metodologię pobierania próbek. Istnieją jednak pewne obszary badań, gdzie wymagań szczegółowych nie ma lub określono je niedawno, np. badań mikrobiologicznych pasz. Czasem można w takich przypadkach posiłkować się dobrymi praktykami pobierania próbek opartymi na wcześniej obowiązujących normach paszowych lub standardach opracowanych przez Komisję Kodeksu Żywnościowego. Szczególnie ważne jest to w wymianie handlowej z krajami trzecimi, gdy pojawiają się spory związane z podważaniem wyników, a trzeba znaleźć wspólny punkt odniesienia.

W 2017 r. zostało uchwalone rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2017/625 (1), dotyczące przeprowadzania kontroli urzędowych oraz wykonywania innych czynności urzędowych w celu zapewnienia stosowania prawa żywnościowego i paszowego. Rozporządzenie wraz z innymi aktami wykonawczymi i delegowanymi, zaczęło obowiązywać z pewnymi wyjątkami od 14 grudnia 2019 r. Najdłuższy czas na wdrożenie (do 14 grudnia 2022 r.) przewidziano w części zmieniającej rozporządzenie (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414. W nowym rozporządzeniu, względem wcześniej obowiązujących regulacji, pozostaje niezmienną ogólna deklaracja co do stosowania metod pobierania próbek. Natomiast Komisji Europejskiej zostało przyznane uprawnienie do przyjmowania dodatkowych aktów delegowanych (art. 19, ust. 2a), w celu uzupełnienia przedmiotowego rozporządzenia m.in. w zakresie działań dotyczących metod pobierania próbek i przeprowadzania analiz laboratoryjnych, co do których bardzo ogólne wymagania zostały określone w art. 34. Ustalono swego rodzaju hierarchię stosowania odpowiednich metod zarówno analitycznych, jak i dotyczących pobierania próbek do badań. Mając na względzie zapewnienie wysokiej wiarygodności i spójności kontroli urzędowych w UE, metody pobierania próbek (jak również metody analityczne)

powinny być zgodne z przepisami unijnymi określającymi te metody lub kryteriami wykonalności w odniesieniu do takich metod (art. 34, ust. 1). W przypadku braku przepisów unijnych stosować należy dostępne metody zgodne ze stosownymi i uznanymi na szczeblu międzynarodowym przepisami lub protokołami, w tym również protokołami (normami) przyjętymi przez Europejski Komitet Normalizacyjny (CEN) lub należy stosować metody opracowane lub zalecane przez laboratoria referencyjne Unii Europejskiej i zwalidowane zgodnie z uznanymi na szczeblu międzynarodowym protokołami naukowymi. W przypadku gdy w danym obszarze nie ma odpowiednich unijnych czy międzynarodowych przepisów lub protokołów, mogą być stosowane metody zgodnie z przyjętymi krajowymi przepisami lub opracowane/zalecane przez krajowe laboratoria referencyjne i zwalidowane (zweryfikowane) według uznanych na szczeblu międzynarodowym protokołów naukowych. Jak można zauważyć, analizując wymagania rozporządzenia nr 2017/625, zarówno dla metod analitycznych, jak i pobierania próbek, zawsze musi być powiązanie względem uznanego międzynarodowo protokołu, co najmniej przez weryfikację. Nawet, jeśli dotyczy to opracowania metod pobierania próbek (analitycznych) na szczeblu krajowym i zawarcia ich w przepisach kraju członkowskiego lub opracowaniach/zaleceniach wydanych przez krajowe laboratoria referencyjne. Niewątpliwie takim odniesieniem mogą być dotychczasowe opracowania, w tym przepisy prawne, normy i przewodniki Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO w zakresie wytycznych dla pobierania próbek. W art. 34 omawianego rozporządzenia określono dodatkowo ogólne wymagania związane z postępowaniem z próbkami. Stanowią one, że próbki powinny być pobierane, oznaczane oraz traktowane w sposób zapewniający ich ważność prawną, naukową i techniczną. Komisja Europejska może natomiast w drodze aktów wykonawczych przyjąć przepisy określające metody, które mają być stosowane do celów pobierania próbek i przeprowadzania laboratoryjnych analiz, badań i diagnostyki laboratoryjnej.

W omawianym rozporządzeniu wyartykułowana jest wyraźniej zasada możliwości odwoływania się podmiotu od wyników uzyskanych w pierwszym badaniu. Podmioty, których towary (np. pasza) podlegają procedurze pobierania próbek, analizy, badania lub diagnostyki w kontekście kontroli urzędowych, powinny mieć prawo do drugiej ekspertyzy we własnym zakresie. Prawo to umożliwi operatorowi zwrócenie się o przeprowadzenie przez innego eksperta przeglądu dokumentów dotyczących pobrania pierwotnej próbki, wykonania analizy, badania lub diagnostyki, jak również o wykonanie powtórnej analizy, powtórnego badania lub powtórnej diagnostyki części pobranego pierwotnie materiału. Za wyjątkiem przypadków, że wspomniana powtórna analiza, powtórne badanie lub powtórna diagnostyka są technicznie niewykonalne lub nieistotne. Zdarza się tak w przypadku, gdy częstość występowania zagrożenia jest wyjątkowo niska dla danego towaru (w naszym przypadku paszy) lub gdy jego rozkład w próbce jest niehomogeniczny, m.in. dla czynników

mikrobiologicznych, np. pałeczki *Salmonella*. Pewną nowością, co wymusił postęp oraz realia handlu międzynarodowego, jest podjęcie zagadnienia zlecenia pobierania próbek oraz ich przesyłania, a także kontakty z laboratorium przez internet. W takim przypadku również musi istnieć system badań odwoławczych poprzez składane anonimowo zamówienia, w odniesieniu do których można następnie przeprowadzić analizę lub badanie, lub poddać je weryfikacji zgodności. Dotyczy to również przesyłek w obrocie zagranicznym. Właściwe organy muszą podjąć wszelkie kroki, aby zachować prawo podmiotów do drugiej ekspertyzy. Jak można zauważyć, większość zasad opisanych w rozporządzeniu nr 2017/625 o kontrolach urzędowych, była zawarta w dotychczas obowiązującym prawodawstwie.

Kolejny dokument prawny, który podejmuje zagadnienie związane z pobieraniem próbek, to rozporządzenie (WE) 183/2005 z dnia 12 stycznia 2005 r. ustanawiające wymagania dotyczące higieny pasz z późn. zm. (2). W załączniku I – Produkcja pierwotna – określono wymagania dla tego typu przedsiębiorstw sektora paszowego, w tym dokumentacji związanej z wynikami wszelkich analiz próbek pobranych dla celów diagnostycznych i posiadających istotne znaczenie dla bezpieczeństwa pasz. Producenci mieszanek paszowych w ramach kontroli jakości muszą opracować i wdrożyć plan, którego elementem jest pobieranie próbek. Zaleca się, aby był on sporządzony na piśmie oraz wdrożony z uwzględnieniem m.in. weryfikacji krytycznych punktów kontroli etapów procesu wytwórczego, procedur i częstotliwości pobierania próbek oraz metod ich analizy. Dokumentacja taka powinna być udostępniona właściwym organom co najmniej do końca okresu przydatności paszy lub do zużycia produktów wprowadzonych do obrotu. Ponadto powinny być dostępne próbki składników oraz wytworzonej z nich każdej partii produktu gotowego, wprowadzonej do obrotu lub każdej konkretnej części produkcji, jeśli ma ona charakter ciągły. Muszą one zostać pobrane w wystarczającej ilości, aby można było przeprowadzić analizy laboratoryjne zgodnie z procedurą ustaloną przez wytwórcę. Próbki powinny być opieczetowane i opatrzone etykietami umożliwiającymi ich łatwą identyfikację, należy je przechowywać w warunkach uniemożliwiających powstawanie zmian w składzie próbki czy jej zafałszowanie. Próbki składników należy archiwizować przez okres dostosowany do czasu zużycia gotowej paszy lub ustalonych terminów jej przydatności. W przypadku pasz dla zwierząt nieprzeznaczonych do produkcji żywności wytwórca może przechowywać wyłącznie próbki produktów gotowych.

W wyniku nowelizacji rozporządzenia 183/2005 w 2012 r. wprowadzono wymagania dotyczące pobierania próbek w zakresie kontroli poziomu sumy dioksyn i dioksynopodobnych PCB dla podmiotów wprowadzających do obrotu tłuszcze, oleje lub produkty z nich uzyskane, przeznaczone na paszę, w tym na mieszanki paszowe. Kontrola taka ma być uzupełnieniem systemu HACCP (Hazard Analysis and Critical Control Points System – System Analizy Zagrożeń i Krytycznych Punktów Kontroli). W przypadku, gdy

podmiot udowodni, że otrzymana przez niego partia produktu lub wszystkie jej elementy objęte wymaganiem przeprowadzenia takich badań zostały poddane analizie na wcześniejszym etapie produkcji, przetwarzania lub dystrybucji, podmiot działający na rynku pasz zostaje zwolniony z obowiązku poddania bardziej szczegółowej analizie laboratoryjnej tej partii, ale przeprowadza jej ocenę zgodnie z posiadaną dokumentacją w oparciu o ogólne zasady HACCP zgodnie z art. 6.

W przypadku pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pasz, w zakresie oznaczania składników w paszy, w tym materiału zawierającego organizmy zmodyfikowane genetycznie, dodatków paszowych oraz niepożądanych substancji i pestycydów, obszar ten uregulowano w rozporządzeniu Komisji (WE) 152/2009 z 27 stycznia 2009 r. ustanawiającym metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz (3). Rozporządzenie to zawiera we wstępie stwierdzenie, że próbki pobrane zgodnie z tym rozporządzeniem uważa się za reprezentatywne dla kontrolowanych partii. Zamyka to drogę do prawnego podważania decyzji wydanych w oparciu o badania i system poboru próbek opisanych w dokumencie, co miało miejsce wcześniej w przypadku spraw spornych, gdzie strona negująca wyniki badań uzasadniała taki fakt wątpliwą lub złą metodologią pobierania próbek. W pkt 3 załącznika I stwierdza się, że personel pobierający próbki powinien być upoważniony do tej czynności przez państwo członkowskie. Natomiast sposób przygotowania próbek do analizy, wymagania ogólne dotyczące odczynników i sprzętu, zasad postępowania analitycznego i wyrażania wyników winno odbywać się zgodnie z wytycznymi podanymi w załączniku II. Badania szczegółowe do celów urzędowej kontroli pasz przeprowadzane są z wykorzystaniem metod określonych w załącznikach III–VIII. Pobieranie próbek do celów urzędowej kontroli pasz ma być wykonywane przez osoby upoważnione do tego celu przez państwa członkowskie. W pierwotnej wersji rozporządzenia zawarto definicje partii paszy, rodzajów próbek, które zmieniono w aktualizacji. Określono również w tym rozporządzeniu wymagania dotyczące aparatury i sprzętu do pobierania próbek. Podstawowym wymogiem jest, aby sprzęt do pobierania próbek był wykonany z materiałów, które nie zanieczyszczą kontrolowanego produktu. Taki sprzęt może być urzędowo zatwierdzony przez państwa członkowskie. W przypadku ręcznego pobierania próbek pasz stałych mogą to być szufelki o płaskim dnie i prostopadłych ściankach bocznych lub sondy z otwieranymi okienkami lub przegrodami, których wymiary muszą być dostosowane do charakterystyki kontrolowanej partii (głębokość pojemnika, wymiary worka itp.) oraz do wielkości cząstek paszy. Przy automatycznym pobieraniu próbek można korzystać z zatwierdzonych urządzeń mechanicznych, które umożliwiają pobieranie próbek paszy w ruchu podczas pracy linii produkcyjnej. Rozdzielacz jest kolejnym urządzeniem opisanym w rozporządzeniu. Przeznaczony jest do dzielenia próbek w przybliżeniu na równe części i może być stosowany do pobierania próbek pierwotnych oraz w celu przygotowania

próbek zredukowanych i końcowych. Określono również wymagania ilościowe, które zostały zrewidowane w omawianej dalej zmianie rozporządzenia.

Pobieranie próbek do celów urzędowych kontroli pozostałości pestycydów w paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego określa dyrektywa Komisji 2002/63/WE (4). Wymogi dotyczące pobierania próbek zawarte w treści dyrektywy są wymogami minimalnymi. Uściślono je natomiast w rozporządzeniu 691/2013 z 19 lipca 2013 r. zmieniającym rozporządzenie (WE) nr 152/2009 w odniesieniu do metod pobierania próbek i dokonywania analiz, a które zaczęło obowiązywać od 1 stycznia 2014 r. (5). Zdecydowano o włączeniu przepisów dotyczących wielkości próbki końcowej do celów kontroli pozostałości pestycydów i tym samym stosowanie ich również do kontroli pozostałości w tych kierunkach. Dokument ten uaktualnia ponadto metody pobierania próbek dokonywanych do celów urzędowej kontroli paszy dla analiz pod kątem występowania materiału genetycznie zmodyfikowanego, dla którego procedura wydawania zezwolenia jest w toku lub dla którego zezwolenie wygasło. Do celów kontroli pod kątem występowania materiału genetycznie zmodyfikowanego, zgodnie z rozporządzeniem (UE) nr 619/2011 (5), próbka zredukowana musi zawierać co najmniej 35 000 nasion/ziaren, tak aby umożliwić uzyskanie próbek końcowych do celów kontroli przestrzegania przepisów, odwoławczych i ewentualnie referencyjnych odpowiadających zawartości co najmniej 10 000 nasion/ziaren.

Rozporządzenie to określa również cel reprezentatywnego pobierania próbek, którym jest uzyskanie niewielkiej frakcji z danej partii paszy w sposób gwarantujący, że oznaczenie jakiegokolwiek cechy szczególnej tej frakcji stanowi średnią cech całej partii. Próbkę danej partii można pobierać poprzez wielokrotne pobieranie próbek pierwotnych w różnych miejscach partii. Próbkę pierwotną są łączone poprzez ich zmieszanie w celu stworzenia próbki zbiorczej, z której przygotowuje się reprezentatywne próbki końcowe poprzez podział reprezentatywny. Jeżeli kontrola wzrokowa wskazuje, że części paszy, z której mają być pobrane próbki, różnią się jakością od pozostałej części paszy z tej samej partii, części te oddziela się od pozostałej części paszy i traktuje jako oddzielną podpartię. Jeżeli podział paszy na oddzielne podpartie nie jest możliwy, należy pobrać próbki z paszy w sposób obowiązujący dla jednej partii. W takim przypadku informację o tym należy umieścić w sprawozdaniu z pobierania próbek. Jeżeli pasza, z której pobrano próbki zgodnie z przepisami niniejszego rozporządzenia, zostaje uznana za niespełniającą wymagania UE i jest ona podpartią paszy tej samej klasy lub o takim samym opisie, uznaje się, że cała pasza należąca do tej partii nie spełnia tych wymogów. Rozporządzenie zezwala w pewnych warunkach na dopuszczenie tych części partii, gdzie wymagania zostały spełnione poprzez przeprowadzenie szczegółowej oceny i ich fizycznemu wydzieleniu, jednak sformułowanie takie jest na tyle ogólnie wyrażone, że może w przyszłości budzić wątpliwości interpretacyjne. Jak wcześniej wspomniano, niektóre definicje zmieniono względem zawartych w pierwotnej wersji rozporządzenia

152/2009 (3). W większości przypadków zastąpiono słowo „partia” na „część”. Wynika to z faktu objęcia uniwersalną definicją wcześniej wspomnianej możliwości wydzielenia podpartii. Partia definiowana jest jako określona ilość paszy mająca wspólne cechy, takie jak pochodzenie, odmianę, rodzaj opakowania, pakującego, wysyłającego lub etykietowanie, a w przypadku procesu produkcyjnego – jednostkę produkcyjną wytworzoną w jednym zakładzie z wykorzystaniem jednolitych parametrów produkcyjnych lub pewna ilość takich jednostek, w przypadku gdy są one produkowane w sposób ciągły i przechowywane razem.

Wymaga się, aby pojemniki lub opakowania do próbek były zapieczętowane i opatrzone etykietą w sposób uniemożliwiający otwarcie bez zniszczenia pieczęci. Całość etykiety musi być opieczętowana i wysłana bezwzględnie do wyznaczonego laboratorium analitycznego wraz z informacjami niezbędnymi. Po każdym pobraniu próbek należy sporządzić protokół umożliwiający jednoznaczny identyfikację każdej kontrolowanej części i jej wielkości. W protokole należy zapisać wszelkie przypadki odstępstwa od procedury pobierania próbek przewidzianej w niniejszym rozporządzeniu. Oprócz udostępnienia protokołu urzędowemu laboratorium analitycznemu, które przeprowadza analizę, zostaje on również udostępniony podmiotowi paszowemu.

W części ogólnej rozporządzenia Komisji 691/2013 stwierdza się, że pobierającymi próbki pasz mogą być osoby tylko upoważnione do tej czynności przez właściwy organ (6). Próbkę musi być zapieczętowana w sposób uniemożliwiający dostęp do niej bez możliwości złamania lub usunięcia pieczęci. Znak pieczęci musi być łatwo identyfikowalny i widoczny. Ewentualnie próbkę może zostać umieszczona w pojemniku, który może być zamknięty w sposób uniemożliwiający jego ponowne otwarcie bez nieodwracalnego uszkodzenia pojemnika, co zapobiega jego ponownemu użyciu. Identyfikacja próbki musi być oznaczona w sposób trwały i pozwalający na jej jednoznaczne powiązanie ze sprawozdaniem z pobierania próbek. Określono również minimalną liczbę próbek. Z każdej próbki zbiorczej pobierane są co najmniej dwie próbki końcowe. Co najmniej jedna w celach kontroli zgodności z wymaganiami prawa oraz druga dla podmiotu działającego na rynku pasz (próbka odwoławcza). Może też zostać pobrana jedna próbka końcowa do celów referencyjnych (odniesienia). Jeżeli kompletna próbka zbiorcza zostaje zhomogenizowana, próbki końcowe pobierane są ze zhomogenizowanej próbki zbiorczej, chyba że procedura taka jest sprzeczna z przepisami państw członkowskich dotyczących praw podmiotu działającego na rynku pasz.

Przyjęte w 2013 r. przepisy rozporządzenia 691/2013 (6) zmieniającego wcześniejszą wersję rozporządzenia 152/2009 zachęcają w przypadku dużych magazynów przeznaczonych do przechowywania paszy, aby instalować w nich nowoczesny sprzęt umożliwiający automatyczne pobieranie próbek z całej przechowywanej partii (pkt 8.1 zał. I). Dodatkowo, jeśli sposób transportu lub przechowywania partii nie zezwala na pobieranie próbek pierwotnych z całej partii (np. stosowanie taśmociągu przy produkcji lub rozładunku statków,

pociągów), próbki powinny być w miarę możliwości pobierane z partii w ruchu. W przypadku stosowania takiej procedury pobierania próbek podmiot działający na rynku pasz lub jego przedstawiciel jest informowany o takiej procedurze pobierania próbek. Jeżeli procedura ta zostanie zakwestionowana przez podmiot działający na rynku pasz lub jego przedstawiciela, właściwy organ musi mieć umożliwione pobieranie próbek z całej partii na koszt podmiotu lub jego przedstawiciela.

Próbki należy pobierać i przygotowywać bez zbędnej zwłoki, przy zachowaniu środków ostrożności gwarantujących, że produkt nie ulegnie zmianie lub zanieczyszczeniu. Stosowany sprzęt, a także powierzchnie i pojemniki przeznaczone na próbki muszą być czyste i suche. W przypadku pobierania próbek pierwotnych należy zachować losowość dla całej partii przy zachowaniu w przybliżeniu jednakowej ich masy. W przypadku pobierania próbek z małych partii opakowanej paszy, jeżeli zgodnie z wymogami ilościowymi pobrana ma zostać ograniczona liczba próbek pierwotnych, próbką pierwotną jest zawartość jednej oryginalnej jednostki, nieprzekraczająca 1 kg lub 1 litra. W przypadku pobierania próbek paszy opakowanej, składającej się z małych jednostek (np. < 250 g), rozmiar próbki pierwotnej zależy od rozmiaru takiej jednostki. Dla pasz przechowywanych luzem, w stosownych przypadkach można skontrolować partię, gdy ta jest w ruchu operacyjnym, tzn. przy załadunku lub wyładunku. Dla pasz opakowanych, po wybraniu wymaganej liczby jednostek w celu pobrania próbek, część zawartości każdej jednostki należy usunąć przy użyciu próbnika lub szuflki. W miarę potrzeby próbki należy pobierać po opróżnieniu każdej jednostki oddzielnie.

Jeśli pasze płynne lub półpłynne są homogeniczne lub nadające się do homogenizacji, po wybraniu wymaganej liczby jednostek, zgodnie z wcześniej przytoczonymi zasadami, należy w razie potrzeby zhomogenizować zawartość i pobrać próbkę z każdej jednostki. Dopuszcza się możliwość ich poboru w trakcie opróżniania zawartości pojemnika. Dla pasz płynnych lub półpłynnych, gdzie niemożliwa jest homogenizacja, po wybraniu wymaganej liczby jednostek należy pobrać z nich próbki z różnych poziomów. Tu również dopuszczona jest możliwość pobierania w trakcie opróżniania pojemników, przy czym pierwsza frakcja powinna być odrzucona. W każdym przypadku całkowita pobrana objętość nie może być mniejsza niż 10 litrów. W przypadku paszy konfekcjonowanej w blokach lub dla lizawek mineralnych próbki należy pobrać jako część każdego bloku lub lizawki. Jeżeli podejrzewa się, że blok lub lizawka nie są homogeniczne, jako próbkę można pobrać cały blok lub lizawkę. W przypadku, gdy ich masa nie przekracza 1 kg, próbką pierwotną jest zawartość jednego bloku lub jednej lizawki.

Podsumowanie wymogów ilościowych w zakresie pobieranych próbek pierwotnych podano w tabeli 1.

Przy przygotowywaniu próbek zbiorczej całej materiału należy dokładnie wymieszać, a tak uzyskaną próbkę zbiorczą należy umieścić w odpowiednim pojemniku. Należy podjąć wszelkie środki ostrożności, aby zapobiec zmianie składu próbki, zanieczyszczeniu lub sfałszowaniu, które mogą nastąpić w czasie transportu lub przechowywania. W przypadku kontroli składników

lub substancji jednolicie rozmieszczonych w paszy próbka zbiorcza może zostać w sposób reprezentatywny zredukowana do co najmniej 2,0 kg lub 2,0 litrów, tworząc w ten sposób próbkę zredukowaną. Dokonuje się tego przy użyciu rozdzielacza mechanicznego lub automatycznego. W przypadku pobierania próbek nasion roślin strączkowych, ziaren zbóż i orzechów z drzew orzechowych w celu oznaczania pozostałości pestycydów minimalna wielkość próbki zredukowanej wynosi 3 kg. Jeżeli charakter paszy nie zezwala na zastosowanie rozdzielacza lub rozdzielacz nie jest dostępny, próbka może zostać zredukowana metodą ćwiartkowania. Z próbek zredukowanych należy przygotować próbki końcowe w przybliżeniu tej samej wielkości i dostosowane do wymagań ilościowych już omówionych wcześniej. W przypadku kontroli składników, w tym materiału zmodyfikowanego genetycznie (GM) lub substancji, które mogą nie być jednolicie rozmieszczone w materiałach paszowych, próbka zbiorcza musi zostać całkowicie zhomogenizowana i następnie podzielona na próbki końcowe lub zredukowana do co najmniej 2 kg lub 2 litrów przy użyciu rozdzielacza mechanicznego lub automatycznego. Jedynie w przypadku, gdy charakter paszy nie zezwala na zastosowanie rozdzielacza, próbka może zostać zredukowana metodą podziału na ćwiartki (ćwiartkowania).

W rozporządzeniu Komisji (WE) 691/2013 (6) zmieniającym rozporządzenie 152/2009 określono również ogólne wymagania co do obchodzenia się z próbkami w urzędowych laboratoriach badawczych. Należy wdrożyć szczególne procedury postępowania w przypadku badań metodą inspekcji wzrokowej lub mikroskopowej, lub w przypadku, gdy cała próbka zbiorcza jest zhomogenizowana. Dla celów kontroli wizualnej wykorzystuje się całą próbkę laboratoryjną. W przypadku badania pasz metodą mikroskopową laboratorium może zredukować próbkę zbiorczą lub zredukować próbkę zredukowaną. Próbki końcowe do celów odwoławczych oraz ostatecznego potwierdzenia pobiera się zgodnie z normalną procedurą pobierania próbek stosowaną w kontroli urzędowej. Próbki należy przechowywać w odpowiednich warunkach środowiskowych (temperatura, wilgotność), które gwarantują niezmienność ich cech. Próbki przeznaczone do badania w kierunku witamin lub substancji, które są szczególnie wrażliwe na światło, należy przechowywać w warunkach eliminujących niekorzystne jego oddziaływanie.

W czerwcu 2014 r. zostało ponownie znowelizowane rozporządzenie 152/2009 w zakresie oznaczania poziomów dioksyn i polichlorowanych bifenyli (7). Dla wymienionych kierunków badań kolejna nowelizacja z dnia 3 maja 2017 r. (8) dotyczyła załącznika V do rozporządzenia 152/2009 w zakresie oznaczania powyższych związków. W aktach tych szczególnie nacisk położono na elementy związane z zapewnieniem wiarygodności wyniku oraz jego interpretację. Określono wymagania dotyczące metod przesiewowych i potwierdzających, zapewniania jakości badań, walidacji metod oraz poszerzono zakres informacji, jakie ma zawierać sprawozdanie z badań w tych kierunkach. Dodatkowo stwierdzono, że próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomów polichlorowanych dibenzo-p-dioksyn (PCDD), polichlorowanych dibenzofuranów

**Tabela 1.** Wymogi ilościowe dotyczące pobierania próbek pierwotnych w odniesieniu do wielkości kontrolowanej części oraz rodzaju paszy (3)

Rodzaj paszy	Rozmiar kontrolowanej części	Minimalna liczba próbek pierwotnych
Pasze stałe luzem	≤2,5 tony	7
	>2,5 tony	√ dwudziestokrotność liczby ton stanowiących wagę kontrolowanej części <sup>(1)</sup> , do 40 próbek pierwotnych
Pasze płynne luzem	≤2,5 tony lub ≤2500 litrów	4 <sup>(2)</sup>
	>2,5 tony lub >2500 litrów	7 <sup>(2)</sup>
Pasze opakowane <sup>(3)</sup> (wyrażone jako liczba jednostek, z których należy pobrać próbki)	1–20 jednostek	1 jednostka <sup>(4)</sup>
	21–150 jednostek	3 jednostki <sup>(4)</sup>
	151–400 jednostek	5 jednostek <sup>(4)</sup>
	>400 jednostek	1/4 √ liczby jednostek stanowiących kontrolowaną część <sup>(5)</sup> , do 40 jednostek
Bloki paszy i lizawki mineralne <sup>(6)</sup>	część do 25 lizawek	co najmniej jeden blok lub jedna lizawka
	część powyżej 25 lizawek	maksymalnie do czterech bloków lub lizawek
Pasze objętościowe i włókniste <sup>(7)</sup>	≤5 ton	5
	>5 ton	√ pięciokrotność liczby ton stanowiących wagę kontrolowanej części <sup>(1)</sup> , do 40 próbek pierwotnych

<sup>(1)</sup> Jeżeli uzyskana liczba jest ułamkiem, należy ją zaokrąglić w górę do najbliższej liczby całkowitej.  
<sup>(2)</sup> Jeżeli nie jest możliwe uzyskanie homogenicznej cieczy, należy zwiększyć liczbę próbek pierwotnych.  
<sup>(3)</sup> Pasze (stałe i płynne) mogą być pakowane w torby, worki, puszkę, beczki itd., określone w tabeli jako „jednostki”. Duże jednostki (≥500 kg lub litrów) muszą być kontrolowane zgodnie z przepisami dotyczącymi paszy luzem.  
<sup>(4)</sup> W przypadku jednostek, których zawartość nie przekracza 1 kg lub 1 litra, próbką pierwotną jest zawartość jednej oryginalnej jednostki.  
<sup>(5)</sup> Jeżeli uzyskana liczba jest ułamkiem, należy ją zaokrąglić w górę do najbliższej liczby całkowitej.  
<sup>(6)</sup> W przypadku bloków lub lizawek ważących maksymalnie 1 kg próbką pierwotną jest zawartość jednego bloku lub jednej lizawki.  
<sup>(7)</sup> Uznaje się, że w niektórych sytuacjach (np. kiszonki) nie jest możliwe pobranie wymaganej liczby próbek pierwotnych bez nieakceptowanego uszkodzenia partii. W takich przypadkach można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek; przed wejściem w życie niniejszego rozporządzenia powinny zostać opracowane wytyczne dla pobierania próbek w odniesieniu do takich partii.

(PCDF), dioksynopodobnych polichlorowanych bifenyli (dl-PCB) oraz niedioksynopodobnych ndl-PCB w paszy powinno się pobierać zgodnie z wcześniejszymi przepisami znolizowanego w 2013 r. załącznika nr I do rozporządzenia 152/2009 (6).

Dotychczas obszar związany z pobieraniem próbek pasz do badań mikrobiologicznych był dziedziną, która przez długi czas pozostawała nieuregulowana. W prawie paszowym europejskim nie ma zawartych wytycznych w zakresie dotyczącym metod pobierania próbek do badań mikrobiologicznych. Starano się adaptować sposoby postępowania określone w dotychczasowym prawodawstwie, a dotyczące innych kierunków badań (np. chemicznych). W niektórych sytuacjach nadal te wytyczne są stosowane.

Ostatnio w ramach prac Międzynarodowej Organizacji Normalizacyjnej (ISO) opracowano specyfikację techniczną ISO/TS 17728:2015 (9). Zawarte w specyfikacji zalecenia stosuje się do pobierania próbek przed przekazaniem ich do laboratorium w celu przeprowadzenia badań mikrobiologicznych. W normie podano także definicje i wymagania dotyczące: ilości pobranego materiału, wraz z ogólnymi wytycznymi planu próbkobrania, zapewnienia odpowiednich warunków środowiskowych, ogólne zalecenia co do dezynfekcji wyposażenia służącego pobieraniu i procesowi przygotowywania próbek laboratoryjnych, transportu do laboratorium oraz ocenie przydatności próbek po dostarczeniu do laboratorium.

Sposób postępowania z próbkami do badań mikrobiologicznych powinien zapewnić ich integralność, reprezentatywność i niezmienność mikroflory

od momentu pobrania próbki do etapu przyjęcia jej do laboratorium. Jeśli to konieczne, należy zapewnić odpowiednie warunki chłodzenia i je kontrolować (rejestrować) podczas transportu. Przed pobieraniem próbek należy ustalić minimalną ilość/masę próbki zgodnie z wymaganiami laboratorium, co jest szczególnie ważne w przypadku badań wielokierunkowych. Kolejnym ustaleniem, jakie powinien dokonać pobierający przed czynnością pobierania w uzgodnieniu z klientem badania, jest możliwość dotycząca łączenia pobranego materiału z partii produktu w jedną próbkę (tzw. pulowanie próbek), mając na względzie zapewnienie przyszłej prawidłowej interpretacji wyników badań. Na takie ustalenie powinny mieć wpływ: rodzaj produktu, cel badania (monitorowanie jakości produkcji, kontrola jakości mikrobiologicznej czy parametrów bezpieczeństwa), możliwość zapewnienia aseptyki i antyseptyki w procesie próbkobrania.

Kryteria przyjęcia próbek do badań oraz wszelkie dopuszczalne odchylenia określa laboratorium zgodnie z wymaganiami klienta. Należy zapewnić jednoznaczność identyfikację próbek oraz określić wymogi w zakresie etykietowania, które są konieczne do powiązania wyniku z badaną partią produktu. Wszystkie istotne dla badania informacje powinny być na bieżąco zapisywane dla pełnej identyfikacji pochodzenia próbek i późniejszego umożliwienia interpretacji wyników analiz. Mając na względzie zachowanie pierwotnej mikroflory bakteryjnej w próbce, nie należy zamrażać próbek przed badaniem. Właściciel produktu, z którego zostały pobrane próbki, ma prawo obecności na każdym etapie próbkobrania oraz

badania mikrobiologicznych (przy zachowaniu właściwych środków bezpieczeństwa). Sterylizacja wyposażenia powinna być dokonywana odpowiednimi środkami (np. etanolem 70%). Opakowanie powinno być szczelne i odpowiednie w zależności od rodzaju produktu, w tym uniemożliwiać kontaminację próbek. Jeśli partie badanych produktów są zróżnicowane co do typu (np. produkty chłodzone, mrożone, surowe, sproszkowane, ciekłe, przetworzone w wysokich temperaturach), nie należy takich próbek transportować w tych samych pojemnikach lub w tej samej przestrzeni chłodziarek. Zakres temperatur dla produktów przechowywanych w temperaturze otoczenia został określony na 18°C do 27°C, chłodniczych: 2°C do 8°C, a dla produktów, które muszą być przechowywane w stanie zamrożonym, jest to poniżej -15°C, a najlepiej poniżej -18°C. W przypadku pobierania próbek o podwyższonej temperaturze, gorących, zaleca się stosowanie opakowań opornych na takie temperatury.

Do próbek powinny być dołączone protokoły z pobrania na standardowym formularzu akceptowanym przez laboratorium, które zostały podpisane lub parafowane przez personel pobierający próbki. Protokół powinien zawierać następujące dane:

- miejsce, datę i czas pobierania próbek;
- rodzaj, liczbę i identyfikację próbek tworzących partię;
- cel pobrania próbek oraz wykaz drobnoustrojów docelowych, które mają być wykrywane lub oznaczane (dokładny kierunek badania).

W stosownych przypadkach protokół próbkowania powinien również obejmować wszelkie odpowiednie warunki lub okoliczności oraz wszelkie szczególne informacje odnoszące się do produktu oraz reprezentatywności próbek.

Zagadnienia związane z technikami pobierania próbek do badań mikrobiologicznych określa także norma ISO 13307:2013 (10). W normie opisano techniki pobierania próbek do badań mikrobiologicznych z etapu produkcji pierwotnej. Kolejnym dokumentem normatywnym, na który należy zwrócić uwagę w związku z pobieraniem próbek, jest norma PN-EN ISO 6497:2005 (11). Dokument był stosowany w zakresie metod pobierania próbek pasz w celu przeprowadzania kontroli jakości na potrzeby handlowe, techniczne i prawne. Norma swoim zakresem obejmuje pasze, pobieranie próbek ziarna, nasion strączkowych, pasz objętościowych, lizawek i pasz płynnych, granulatów, proszków, mączek pochodzenia roślinnego i zwierzęcego (mięsnych, mięsno-kostnych, z ryb, produktów z krwi i mleka), drożdży, minerałów oraz innych premiksów i dodatków paszowych. W kolejnych rozdziałach normy, w zależności od rodzaju, sposobu konfekcjonowania i konsystencji paszy, podano wymagania ilościowe i masowe dla próbek pierwotnych, ogólnych i zredukowanych. Z każdej partii co najmniej jedna próbka laboratoryjna powinna być wysłana do badań tak szybko, jak to możliwe, wraz z niezbędną dokumentacją: protokołem pobrania próbki oraz – jeśli to możliwe – kopiami etykiet paszy i kopią noty konsygnacyjnej (np. list przewoźowy, dowód wysyłki). Próbki laboratoryjne powinny być przechowywane w sposób zabezpieczony przed

jakimikolwiek zmianami przez czas uzgodniony, zazwyczaj jest to sześć miesięcy.

Wszystkie powyższe wymienione wymagania określone w przepisach oraz normach mają na celu zapewnić pełną wiarygodność końcowego wyniku badania pasz. Nowe regulacje uszczegółowiły znaczny obszar postępowania związanego z pobieraniem próbek do badań kontrolnych i urzędowych. Objęły również obszar postępowania z próbkami w laboratoriach urzędowych badających pasze. Czytelne określenie zasad pozwoli na eliminację nieporozumień w przypadku negowania wyniku oraz ewentualnie umożliwić powtórzenie badań z dużą wiarygodnością, poza niektórymi przypadkami wynikającymi z natury oznaczanego czynnika (np. bakteryjnego). Odwołanie się jakiegokolwiek strony od decyzji opartej na wyniku badań laboratoryjnych jest prawem, które przyznano już wcześniej, a w nowych przepisach jest to bardziej umocowane prawnie i będzie dotyczyć również przesyłek i transakcji finalizowanych za pomocą nowych mediów (internet).

## Piśmiennictwo

- Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2017/625 z dnia 15 marca 2017 r. w sprawie kontroli urzędowych i innych czynności urzędowych przeprowadzanych w celu zapewnienia stosowania prawa żywnościowego i paszowego oraz zasad dotyczących zdrowia i dobrostanu zwierząt, zdrowia roślin i środków ochrony roślin, zmieniające rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 999/2001, (WE) nr 396/2005, (WE) nr 1069/2009, (WE) nr 1107/2009, (UE) nr 1151/2012, (UE) nr 652/2014, (UE) 2016/429 i (UE) 2016/2031, rozporządzenia Rady (WE) nr 1/2005 i (WE) nr 1099/2009 oraz dyrektywy Rady 98/58/WE, 1999/74/WE, 2007/43/WE, 2008/119/WE i 2008/120/WE, oraz uchylające rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 854/2004 i (WE) nr 882/2004, dyrektywy Rady 89/608/EWG, 89/662/EWG, 90/425/EWG, 91/496/EWG, 96/23/WE, 96/93/WE i 97/78/WE oraz decyzję Rady 92/438/EWG (rozporządzenie w sprawie kontroli urzędowych).
- Rozporządzenie (WE) 183/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 12 stycznia 2005 r. ustanawiające wymagania dotyczące higieny pasz (Dz.U. L 35 z 8.2.2005 z późn. zm.).
- Rozporządzenie Komisji (WE) 152/2009 z dnia 27 stycznia 2009 r. ustanawiające metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz (Dz.U. L 54 z 26.2.2009 z późn. zm.).
- Dyrektywa Komisji 2002/63/WE z dnia 11 lipca 2002 r. ustanawiająca wspólnotowe metody pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pozostałości pestycydów w produktach pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni oraz uchylająca dyrektywę 79/700/EWG (Dz.U. L 187 z 16.7.2002).
- Rozporządzenie Komisji (UE) nr 619/2011 z dnia 24 czerwca 2011 r. ustanawiającego metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli paszy pod kątem występowania materiału genetycznie zmodyfikowanego, dla którego procedura wydawania zezwolenia jest w toku lub dla którego zezwolenie wygasło (Dz.U. L 166 z 25.6.2011).
- Rozporządzenie Komisji (WE) 691/2013 z dnia 19 lipca 2013 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 152/2009 w odniesieniu do metod pobierania próbek i dokonywania analiz (Dz.U. L 197 z 20.7.2013).
- Rozporządzenie Komisji (WE) 709/2014 z dnia 20 czerwca 2014 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 152/2009 odnośnie do oznaczania poziomów dioksyn i polichlorowanych bifenyli (Dz.U. L 188 z 27.6.2014).
- Rozporządzenie Komisji (WE) 2017/771 z dnia 3 maja 2017 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 152/2009 w odniesieniu do metod oznaczania poziomów dioksyn i polichlorowanych bifenyli (Dz.U. L 115/22 z 4.5.2017).
- Specyfikacja techniczna ISO/TS 17728:2015 Microbiology of the food chain – Sampling techniques for microbiological analysis of food and feed samples (Mikrobiologia łańcucha żywnościowego – Techniki pobierania próbek do analiz mikrobiologicznych żywności i paszy).
- Norma ISO 13307:2013 Microbiology of food and animal feed. Primary production stage – Sampling techniques. (Mikrobiologia żywności i pasz. Etap produkcji pierwotnej. Techniki próbkowania).
- Norma PN-EN ISO 6497:2005 Pasze – Pobieranie próbek.

Mgr inż. Zbigniew Osinski, e-mail: Zbigniew.Osinski@piwet.pulawy.pl