

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΕ) αριθ. 519/2014 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 16ης Μαΐου 2014

για την τροποποίηση του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 401/2006 όσον αφορά τις μεθόδους δειγματοληψίας μεγάλων παρτίδων, μπαχαρικών και συμπληρωμάτων διατροφής, τα κριτήρια επίδοσης για τις τοξίνες T-2 και HT-2 και την κιτρινίνη, καθώς και τις μεθόδους διαλογής για την ανάλυση**(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)**

Η ΕΥΡΩΠΑΪΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ,

Έχοντας υπόψη τη Συνθήκη για τη λειτουργία της Ευρωπαϊκής Ένωσης,

Έχοντας υπόψη τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 29ης Απριλίου 2004, για τη διενέργεια επίσημων ελέγχων της συμμόρφωσης προς τη νομοθεσία περί ζωοτροφών και τροφίμων και προς τους κανόνες για την υγεία και την καλή διαβίωση των ζώων ⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 11 παράγραφος 4,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 της Επιτροπής ⁽²⁾ προβλέπει μέγιστες τιμές ανοχής για ορισμένες μυκοτοξίνες σε ορισμένα τρόφιμα.
- (2) Η δειγματοληψία διαδραματίζει πολύ σημαντικό ρόλο στην ακρίβεια του προσδιορισμού της περιεκτικότητας μυκοτοξινών, που εμφανίζονται με ιδιαίτερα ανομοιογενή τρόπο στις παρτίδες. Συνεπώς είναι αναγκαίο να καθοριστούν κριτήρια τα οποία πρέπει να πληρούν οι μέθοδοι δειγματοληψίας.
- (3) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 401/2006 της Επιτροπής ⁽³⁾ θεσπίζει τα κριτήρια για τη δειγματοληψία για τον έλεγχο των επιπέδων μυκοτοξινών.
- (4) Είναι αναγκαίο να τροποποιηθούν οι κανόνες σχετικά με τη δειγματοληψία μπαχαρικών για να ληφθούν υπόψη οι διαφορές στο μέγεθος των σωματιδίων, γεγονός που οδηγεί στην ανομοιογενή κατανομή της επιμόλυνσης από μυκοτοξίνες στα μπαχαρικά. Επιπλέον, είναι σκόπιμο να θεσπισθούν κανόνες για τη δειγματοληψία μεγάλων παρτίδων προκειμένου να διασφαλιστεί η ομοιόμορφη εφαρμογή των κανόνων σε όλη την Ένωση. Είναι επίσης σκόπιμο να διευκρινιστεί ποια μέθοδος δειγματοληψίας πρέπει να εφαρμόζεται για τη δειγματοληψία των χυμών μήλου.
- (5) Τα κριτήρια απόδοσης για τις τοξίνες T-2 και HT-2 πρέπει να αναπροσαρμόζονται ώστε να λαμβάνουν υπόψη την επιστημονική και τεχνολογική πρόοδο. Τα κριτήρια επίδοσης για την κιτρινίνη πρέπει να καθοριστούν λαμβάνοντας υπόψη το μέγιστο επίπεδο που καθορίστηκε για την κιτρινίνη σε συμπληρώματα διατροφής με βάση το ρύζι που έχει υποστεί ζύμωση με τον ερυθρό ζυμομύκητα *Monascus purpureus*.
- (6) Για την ανάλυση των μυκοτοξινών, μεθοδολογίες ανίχνευσης χρησιμοποιούνται ολοένα και περισσότερο. Κρίνεται σκόπιμο να καθοριστούν κριτήρια με τα οποία οι διαγνωστικές μέθοδοι πρέπει να πληρούν για να χρησιμοποιηθούν για κανονιστικούς σκοπούς.
- (7) Τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της μόνιμης επιτροπής για την τροφική αλυσίδα και την υγεία των ζώων,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 401/2006 τροποποιείται ως εξής:

1) Το παράρτημα Ι τροποποιείται ως εξής:

α) Στο μέρος Β, η υποσημείωση 1 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«(1) Η δειγματοληψία αυτών των παρτίδων πραγματοποιείται σύμφωνα με τους κανόνες που ορίζονται στο μέρος ΙΒ. Οδηγίες για τη δειγματοληψία μεγάλων παρτίδων παρέχονται στο έγγραφο με τις κατευθυντήριες γραμμές που διατίθεται στον ακόλουθο δικτυακό τόπο: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf>

⁽¹⁾ ΕΕ L 165 της 30.4.2004, σ. 1.⁽²⁾ Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 της Επιτροπής, της 19ης Δεκεμβρίου 2006, για καθορισμό μέγιστων επιτρεπτών επιπέδων για ορισμένες ουσίες οι οποίες επιμολύνουν τα τρόφιμα (ΕΕ L 364 της 20.12.2006, σ. 5).⁽³⁾ Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 401/2006 της Επιτροπής, της 23ης Φεβρουαρίου 2006, για τον καθορισμό μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων μυκοτοξινών στα τρόφιμα (ΕΕ L 70 της 9.3.2006, σ. 12).

Η εφαρμογή κανόνων δειγματοληψίας σύμφωνα με το πρότυπο EN ISO 24333:2009 ή των κανόνων δειγματοληψίας GAFTA 124, που εφαρμόζονται από τις επιχειρήσεις τροφίμων για την εξασφάλιση της συμμόρφωσης με τις διατάξεις της νομοθεσίας, είναι ισοδύναμη με τους κανόνες δειγματοληψίας που ορίζονται στο μέρος IB.

Για τη δειγματοληψία παρτίδων για τις τοξίνες *Fusarium*, η εφαρμογή κανόνων δειγματοληψίας σύμφωνα με το πρότυπο EN ISO 24333:2009 ή των κανόνων δειγματοληψίας 124 της GAFTA, που εφαρμόζονται από τις επιχειρήσεις τροφίμων για την εξασφάλιση της συμμόρφωσης με τις διατάξεις της νομοθεσίας, είναι ισοδύναμη με τους κανόνες δειγματοληψίας που ορίζονται στο μέρος Β.»

- β) Ο πίνακας 1 του μέρους Β.2 αντικαθίσταται από τον ακόλουθο πίνακα:

«Πίνακας 1

Υποδιαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες σε συνάρτηση με το προϊόν και το βάρος της παρτίδας

Εμπόρευμα	Βάρος παρτίδας (σε τόνους)	Βάρος ή αριθμός υποπαρτίδων	Αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων	Βάρος συνολικού δείγματος (kg)
Δημητριακά και προϊόντα δημητριακών	> 300 και < 1 500	3 υποπαρτίδες	100	10
	≥ 50 και ≤ 300	100 τόνοι	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) Ανάλογα με το βάρος της παρτίδας — βλέπε πίνακα 2.»

- γ) Στο μέρος Β.3, η ακόλουθη πρόταση προστίθεται στο τέλος του πρώτου εδαφίου:

«Για παρτίδες > 500 τόνων, ο αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων προβλέπεται στο τμήμα IB.2 του παραρτήματος Ι.»

- δ) Στο άρθρο Δ.2, μετά την πρώτη φράση παρεμβάλλεται το ακόλουθο κείμενο:

«Αυτή η μέθοδος δειγματοληψίας εφαρμόζεται επίσης κατά τον επίσημο έλεγχο των ανωτάτων επιπέδων που έχουν καθιερωθεί για την ωχρατοξίνη Α, την αφλατοξίνη Β1 και τις συνολικές αφλατοξίνες στα μπαχαρικά με σχετικά μεγάλο μέγεθος σωματιδίων (μέγεθος σωματιδίων συγκρίσιμο με τις αραχίδες ή μεγαλύτερα, π.χ. μοσχοκάρυδο).»

- ε) Στο μέρος Ε, το πρώτο εδάφιο αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«Αυτή η μέθοδος δειγματοληψίας εφαρμόζεται κατά τον επίσημο έλεγχο των ανώτατων επιπέδων που έχουν καθιερωθεί για την ωχρατοξίνη Α, την αφλατοξίνη Β1 και τις συνολικές αφλατοξίνες στα μπαχαρικά εκτός από την περίπτωση των μπαχαρικών με σχετικά μεγάλο μέγεθος σωματιδίων (ανομοιογενής κατανομή της επιμόλυνσης από μυκοτοξίνες).»

- στ) Στο μέρος Θ, ο τίτλος και η πρώτη πρόταση αντικαθίστανται από το ακόλουθο κείμενο:

«Θ.
ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΣΤΕΡΕΑ ΠΡΟΪΟΝΤΑ ΜΗΛΟΥ

Αυτή η μέθοδος δειγματοληψίας εφαρμόζεται κατά τον επίσημο έλεγχο των ανώτατων επιπέδων που έχουν καθιερωθεί για την πατουλίνη στα στερεά προϊόντα μήλου καθώς και στα στερεά προϊόντα μήλου για βρέφη και μικρά παιδιά.»

- ζ) Στο μέρος Θ.1 δεύτερη παράγραφος, διαγράφονται οι ακόλουθες περιόδους:

«Σε περίπτωση υγρών προϊόντων, η παρτίδα πρέπει να αναμειγνύεται όσο το δυνατόν επιμελότερα είτε με χειρωνακτικά είτε με μηχανικά μέσα αμέσως πριν από τη δειγματοληψία. Στην περίπτωση αυτή, μπορεί να θεωρηθεί ότι η κατανομή πατουλίνης σε μία δεδομένη παρτίδα είναι ομοιογενής. Αρκεί, επομένως να λαμβάνονται τρία στοιχειώδη δείγματα από μία παρτίδα για τον σχηματισμό του συνολικού δείγματος.»

- η) Προστίθενται νέα μέρη IB και ΙΓ, όπως ορίζεται στο παράρτημα Ι του παρόντος κανονισμού.

- 2) Στο παράρτημα ΙΙ, τα σημεία 4.2 «Γενικές απαιτήσεις», 4.3 «Ειδικές απαιτήσεις» και 4.4 «Εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης, υπολογισμός του ποσοστού ανάκτησης και καταγραφή των αποτελεσμάτων» αντικαθίστανται από το κείμενο που παρατίθεται στο παράρτημα ΙΙ του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 2

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Εφαρμόζεται από την 1η Ιουλίου 2014.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 16 Μαΐου 2014.

Για την Επιτροπή
Ο Πρόεδρος
José Manuel BARROSO

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

«IB. ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΠΟΛΥ ΜΕΓΑΛΕΣ ΠΑΡΤΙΔΕΣ Ή ΠΑΡΤΙΔΕΣ ΟΙ ΟΠΟΙΕΣ ΑΠΟΘΗΚΕΥΟΝΤΑΙ Ή ΜΕΤΑΦΕΡΟΝΤΑΙ ΜΕ ΤΡΟΠΟ ΠΟΥ ΚΑΘΙΣΤΑ ΑΝΕΦΙΚΤΗ ΤΗ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΑΠΟ ΤΟ ΣΥΝΟΛΟ ΤΗΣ ΠΑΡΤΙΔΑΣ

IB. 1. **Γενικές αρχές**

Εάν ο τρόπος μεταφοράς ή αποθήκευσης μιας παρτίδας δεν επιτρέπει τη λήψη στοιχειωδών δειγμάτων από το σύνολό της, η δειγματοληψία θα πρέπει κατά προτίμηση να διενεργείται στη διάρκεια εκροής της παρτίδας (δυναμική δειγματοληψία).

Στην περίπτωση μεγάλων αποθηκών που χρησιμεύουν για την αποθήκευση τροφίμων, θα πρέπει να παροτρύνονται οι επιχειρηματίες να εγκαταστήσουν στις αποθήκες αυτές εξοπλισμό που καθιστά δυνατή την (αυτόματη) δειγματοληψία από το σύνολο κάθε αποθηκευμένης παρτίδας.

Όταν εφαρμόζονται οι διαδικασίες δειγματοληψίας που προβλέπονται στο παρόν μέρος IB, ο υπεύθυνος της επιχείρησης τροφίμων ή ο αντιπρόσωπός του πρέπει να ενημερώνεται για τη διαδικασία δειγματοληψίας. Εάν η διαδικασία δειγματοληψίας αμφισβητηθεί από υπεύθυνο επιχείρησης τροφίμων ή τον αντιπρόσωπό του, ο υπεύθυνος επιχείρησης τροφίμων ή ο αντιπρόσωπός του οφείλει να δώσει τη δυνατότητα στην αρμόδια αρχή να λάβει δείγματα από το σύνολο της παρτίδας, με δικά του(της) έξοδα.

Η δειγματοληψία από ένα μέρος της παρτίδας επιτρέπεται, υπό τον όρο ότι η ποσότητα του δείγματος μέρος είναι τουλάχιστον 10 % της παρτίδας που πρόκειται να υποβληθεί σε δειγματοληψία. Αν μέρος μιας παρτίδας τροφίμων, της ίδιας τάξης ή περιγραφής έχει υποβληθεί σε δειγματοληψία και διαπιστώθηκε ότι δεν ικανοποιεί τις απαιτήσεις της Ένωσης, τεκμαίρεται ότι ολόκληρη η παρτίδα επηρεάζεται επίσης, εκτός εάν περαιτέρω λεπτομερής αξιολόγηση δεν δώσει καμιά ένδειξη ότι το υπόλοιπο της παρτίδας δεν είναι ικανοποιητικό.

Οι σχετικές διατάξεις, όπως το βάρος του στοιχειώδους δείγματος, που προβλέπονται σε άλλα μέρη του παρόντος παραρτήματος ισχύουν για τη δειγματοληψία των πολύ μεγάλων παρτίδων ή των παρτίδων που αποθηκεύονται ή μεταφέρονται με τρόπο κατά τον οποίο η δειγματοληψία σε όλη την παρτίδα δεν είναι εφικτή.

IB. 2. **Αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται στην περίπτωση πολύ μεγάλων παρτίδων**

Στην περίπτωση μεγάλων παρτίδων (δειγματοληπτύμενες παρτίδες > 500 τόνους), ο αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται, = 100 τμήματα δείγματος + $\sqrt{\text{τόνοι}}$. Ωστόσο, σε περίπτωση που η παρτίδα είναι μικρότερη των 1 500 τόνων και μπορεί να υποδιαιρεθεί σε υποπαρτίδες σύμφωνα με τον πίνακα 1 του μέρους B και με την προϋπόθεση ότι οι υποπαρτίδες μπορούν να διαχωρίζονται φυσικά, πρέπει να λαμβάνεται ο αριθμός των τμημάτων δείγματος που προβλέπονται στο μέρος B.

IB. 3. **Μεγάλες παρτίδες μεταφερόμενες με πλοία**

IB. 3.1. *Δυναμική δειγματοληψία μεγάλων παρτίδων που μεταφέρονται με πλοία*

Η δειγματοληψία μεγάλων παρτίδων που βρίσκονται σε πλοία διενεργείται κατά προτίμηση στη διάρκεια της εκροής του προϊόντος (δυναμική δειγματοληψία).

Η δειγματοληψία πρέπει να εκτελείται ανά κύτος (ενότητα που μπορεί να διαχωριστεί με φυσικό μέσο). Ωστόσο τα κύτη εκκενώνονται εν μέρει διαδοχικά, έτσι ώστε να εκλείπει ο αρχικός φυσικός διαχωρισμός μετά τη μεταφορά στις εγκαταστάσεις αποθήκευσης. Συνεπώς, η δειγματοληψία μπορεί να πραγματοποιηθεί με βάση τον αρχικό φυσικό διαχωρισμό ή με τον διαχωρισμό μετά τη μεταφορά στις εγκαταστάσεις αποθήκευσης.

Η εκφόρτωση ενός πλοίου μπορεί να διαρκέσει πολλές ημέρες. Κατά κανόνα, η δειγματοληψία πρέπει να εκτελείται κατά τακτά διαστήματα σε όλη τη διάρκεια της εκφόρτωσης. Δεν είναι, όμως, πάντα εφικτή ή σκόπιμη η παρουσία επίσημου επιθεωρητή σε όλη τη διάρκεια της εκφόρτωσης. Συνεπώς, η δειγματοληψία μέρους της παρτίδας επιτρέπεται να πραγματοποιείται (παρτίδα που υποβλήθηκε σε δειγματοληψία). Για τον προσδιορισμό του αριθμού των στοιχειωδών δειγμάτων λαμβάνεται υπόψη το μέγεθος της δειγματοληπτύμενης παρτίδας.

Η παρουσία επιθεωρητή είναι απαραίτητη έστω και αν το επίσημο δείγμα λαμβάνεται αυτόματα. Ωστόσο, σε περίπτωση αυτόματης δειγματοληψίας με προκαθορισμένες παραμέτρους, οι οποίες δεν είναι δυνατόν να μεταβληθούν κατά τη δειγματοληψία, και εάν τα στοιχειώδη δείγματα συλλέγονται σε σφραγισμένα δοχεία ώστε να αποκλείεται κάθε πιθανότητα απάτης, η παρουσία επιθεωρητή απαιτείται μόνο κατά την έναρξη της δειγματοληψίας, κάθε φορά που είναι αναγκαία η αλλαγή του δοχείου συλλογής των δειγμάτων και κατά τη λήξη της δειγματοληψίας.

IB. 3.2. *Στατική δειγματοληψία παρτίδων που μεταφέρονται με πλοία*

Στις περιπτώσεις στις οποίες η δειγματοληψία πραγματοποιείται με στατική μέθοδο πρέπει να εφαρμόζεται η διαδικασία που προβλέπεται για τις εγκαταστάσεις αποθήκευσης (σιλό) οι οποίες είναι προσπελάσιμες από την κορυφή (βλέπε σημείο IB.5.1).

Η δειγματοληψία πρέπει να εκτελείται στο προσπελάσιμο τμήμα (από την κορυφή) της παρτίδας/του κύτους. Για τον προσδιορισμό του αριθμού των τμημάτων δείγματος λαμβάνεται υπόψη το μέγεθος της δειγματοληπτύμενης παρτίδας που υποβλήθηκε σε δειγματοληψία.

IB. 4. Δειγματοληψία μεγάλων παρτίδων σε αποθήκες

Η δειγματοληψία πρέπει να εκτελείται στο προσπελάσιμο τμήμα της παρτίδας. Για τον προσδιορισμό του αριθμού των τμημάτων δείγματος λαμβάνεται υπόψη το μέγεθος της δειγματοληπτούμενης παρτίδας.

IB. 5. Δειγματοληψία σε εγκαταστάσεις αποθήκευσης (σιλό)**IB.5.1. Δειγματοληψία σε (εύκολα) προσπελάσιμα από την κορυφή σιλό**

Η δειγματοληψία πρέπει να εκτελείται στο προσπελάσιμο τμήμα της παρτίδας. Για τον προσδιορισμό του αριθμού των στοιχειωδών δειγμάτων λαμβάνεται υπόψη το μέγεθος της δειγματοληπτούμενης παρτίδας.

IB.5.2. Δειγματοληψία σε απροσπέλαστα από την κορυφή σιλό (κλειστά σιλό)**IB.5.2.1. Απροσπέλαστα από την κορυφή σιλό (κλειστά σιλό), με επιμέρους μεγέθη > 100 τόνων**

Δεν είναι δυνατή η στατική δειγματοληψία των τροφίμων που αποθηκεύονται στις εγκαταστάσεις αυτές. Συνεπώς, εάν πρέπει να διενεργηθεί δειγματοληψία των τροφίμων στο σιλό και δεν υπάρχει δυνατότητα μετακίνησης του φορτίου, πρέπει να γίνει συνεννόηση με τον επιχειρηματία ώστε αυτός να ειδοποιήσει τον επιθεωρητή σχετικά με τον χρόνο μερικής ή πλήρους εκκένωσης του σιλό, ώστε να είναι δυνατή η δειγματοληψία κατά την εκροή των τροφίμων.

IB.5.2.2. Απροσπέλαστα από την κορυφή σιλό (κλειστά σιλό), με επιμέρους μεγέθη < 100 τόνων

Αντίθετα με ό,τι προβλέπει το σημείο IB.1 (δειγματοληπτικό μέρος τουλάχιστον 10 %), η διαδικασία δειγματοληψίας περιλαμβάνει την απόρριψη σε δοχείο ποσότητας 50 έως 100 kg και τη λήψη του δείγματος από αυτήν. Το μέγεθος του συνολικού δείγματος αντιστοιχεί στο σύνολο της παρτίδας, ενώ ο αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων συνδέεται με την ποσότητα που μεταφέρεται από το σιλό στο δοχείο για τη δειγματοληψία.

IB.6. Δειγματοληψία ασυσκεύαστων τροφίμων σε μεγάλα κλειστά εμπορευματοκιβώτια

Συχνά, η δειγματοληψία των παρτίδων αυτών είναι δυνατή μόνο κατά την εκφόρτωσή τους. Σε ορισμένες περιπτώσεις η εκφόρτωση στο σημείο εισαγωγής ή ελέγχου είναι αδύνατη και, ως εκ τούτου, η δειγματοληψία θα πρέπει να διενεργείται κατά την εκφόρτωση των εν λόγω εμπορευματοκιβωτίων. Ο υπεύθυνος επιχείρησης υποχρεούται να ενημερώνει τον επιθεωρητή σχετικά με τον τόπο και τον χρόνο της εκφόρτωσης των εμπορευματοκιβωτίων.

ΙΓ. ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΤΑ ΣΥΜΠΛΗΡΩΜΑΤΑ ΔΙΑΤΡΟΦΗΣ ΜΕ ΒΑΣΗ ΤΟ ΡΥΖΙ ΠΟΥ ΕΧΕΙ ΥΠΟΣΤΕΙ ΖΥΜΩΣΗ ΜΕ ΕΡΥΘΡΟ ΖΥΜΟΜΥΚΗΤΑ *MONASCUS PURPUREUS*

Αυτή η μέθοδος δειγματοληψίας εφαρμόζεται στον επίσημο έλεγχο του ανώτατου επιπέδου που έχει οριστεί για την κιτρινίνη σε συμπληρώματα διατροφής με βάση ρύζι που έχει υποστεί ζύμωση με ερυθρό ζυμομύκητα *Monascus purpureus*.

Δειγματοληψία και μέγεθος δείγματος

Η διαδικασία δειγματοληψίας βασίζεται στην υπόθεση ότι τα συμπληρώματα διατροφής με βάση ρύζι που έχει υποστεί ζύμωση με ερυθρό ζυμομύκητα *Monascus purpureus* διατίθενται στο εμπόριο σε συσκευασίες για λιανική πώληση που περιέχουν συνήθως 30 έως 120 καψάκια ανά συσκευασία λιανικής.

Μέγεθος παρτίδας (αριθμός συσκευασιών λιανικής πώλησης)	Αριθμός συσκευασιών λιανικής πώλησης που πρέπει να ληφθούν για το δείγμα	Μέγεθος δείγματος
1-50	1	Όλα τα καψάκια
51-250	2	Όλα τα καψάκια
251-1 000	4	Από κάθε συσκευασία λιανικής πώλησης που λαμβάνεται για το δείγμα, τα μισά καψάκια
> 1 000	4 + 1 συσκευασία λιανικής πώλησης ανά 1 000 συσκευασίες λιανικής πώλησης με ανώτατο όριο 25 συσκευασίες λιανικής πώλησης	≤ 10 συσκευασίες λιανικής πώλησης: από κάθε συσκευασία λιανικής πώλησης, τα μισά καψάκια > 10 συσκευασίες λιανικής πώλησης: από κάθε συσκευασία λιανικής πώλησης, λαμβάνεται ίσος αριθμός από τα καψάκια για να δημιουργηθεί δείγμα με ισοδύναμο περιεχόμενο 5 συσκευασιών λιανικής πώλησης»

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

«4.2. Γενικές απαιτήσεις

Οι επιβεβαιωτικές μέθοδοι ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο των τροφίμων πρέπει να συμμορφώνονται με τις διατάξεις των σημείων 1 και 2 του παραρτήματος III του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004.

4.3. Ειδικές απαιτήσεις

4.3.1. Ειδικές απαιτήσεις για επιβεβαιωτικές μεθόδους

4.3.1.1. Κριτήρια επίδοσης

Συνιστάται να χρησιμοποιούνται πλήρως επικυρωμένες επιβεβαιωτικές μέθοδοι (δηλαδή μέθοδοι που έχουν επικυρωθεί με διεργαστηριακή δοκιμή για τις αντίστοιχες μήτρες), όπου ενδείκνυται και αν υπάρχουν. Άλλες κατάλληλες επικυρωμένες επιβεβαιωτικές μέθοδοι (π.χ. μέθοδοι που έχουν επικυρωθεί ενδοεργαστηριακά σε σχετικές μήτρες δείγματος που ανήκουν στην ομάδα εμπορευμάτων που παρουσιάζει ενδιαφέρον) είναι επίσης δυνατόν να χρησιμοποιούνται, με την προϋπόθεση ότι πληρούν τα κριτήρια επίδοσης που αναφέρονται στους ακόλουθους πίνακες.

Όπου είναι δυνατόν, η επικύρωση ενδοεργαστηριακά επικυρωμένων μεθόδων πρέπει να περιλαμβάνει πιστοποιημένο υλικό αναφοράς.

α) Κριτήρια επίδοσης για τις αφλατοξίνες

Κριτήριο	Εύρος συγκεντρώσεων	Συνιστώμενη τιμή	Ανώτατη επιτρεπόμενη τιμή
Κενά	Όλες οι συγκεντρώσεις	Αμελητέα	—
Ανάκτηση — αφλατοξίνη M1	0,01-0,05 mg/kg	60 έως 120 %	
	> 0,05 mg/kg	70 έως 110 %	
Ανάκτηση — αφλατοξίνες B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 mg/kg	50 έως 120 %	
	1-10 mg/kg	70 έως 110 %	
	> 10 mg/kg	80 έως 110 %	
Αναπαραγωγιμότητα RSD _R	Όλες οι συγκεντρώσεις	Όπως προκύπτει από την εξίσωση Horwitz (*) (**)	2 × παράγωγη τιμή της εξίσωσης Horwitz (*) (**)

Η επαναληψιμότητα RSD_r μπορεί να υπολογιστεί ως 0,66 φορές η αναπαραγωγιμότητα RSD_R στη συγκέντρωση ενδιαφέροντος.

Σημείωση:

- Οι τιμές ισχύουν τόσο για τη B₁ όσο και για το άθροισμα B₁ + B₂ + G₁ + G₂.
- Αν πρέπει να καταγραφούν τα αθροίσματα των επιμέρους αφλατοξινών B₁ + B₂ + G₁ + G₂, η απόκριση καθεμιάς στο αναλυτικό σύστημα πρέπει να είναι είτε γνωστή είτε ισοδύναμη.

β) Κριτήρια επίδοσης για την ωχρατοξίνη A

Επίπεδο μg/kg	Ωχρατοξίνη A		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
< 1	≤ 40	≤ 60	50 έως 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70 έως 110

γ) Κριτήρια επίδοσης για την πατουλίνη

Επίπεδο μg/kg	Πατουλίνη		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
< 20	≤ 30	≤ 40	50 έως 120
20-50	≤ 20	≤ 30	70 έως 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 έως 105

δ) Κριτήρια επίδοσης για τη δεσοξυνιβαλενόλη

Επίπεδο μg/kg	Δεσοξυνιβαλενόλη		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
> 100 — ≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 έως 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 έως 120

ε) Κριτήρια επίδοσης για τη ζεαραλενόνη

Επίπεδο μg/kg	Ζεαραλενόνη		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 έως 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 έως 120

στ) Κριτήρια επίδοσης για τη φουμονισίνη Β₁ και Β₂ μεμονωμένα

Επίπεδο μg/kg	Φουμονισίνη Β ₁ και Β ₂ μεμονωμένα		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 έως 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 έως 110

ζ) Κριτήρια επίδοσης για τις τοξίνες T-2 και HT-2 μεμονωμένα

Επίπεδο μg/kg	Τοξίνη T- 2 και HT- 2 μεμονωμένα		
	RSD _r %	RSD _R %	Ανάκτηση %
15-250	≤ 30	≤ 50	60 έως 130
> 250	≤ 25	≤ 40	60 έως 130

η) Κριτήρια επίδοσης για την κιτρίνη

Επίπεδο μg/kg	Κιτρίνη			
	RSD _r %	Συνιστώμενη RSD _R %	Μέγιστη επιτρεπόμενη RSDR%	Ανάκτηση %
Όλες οι συγκεντρώσεις	0,66 × RSD _R	Όπως προκύπτει από την εξίσωση Horwitz (*) (**)	2 × παράγωγη τιμή της εξίσωσης Horwitz (*) (**)	70 έως 120

- θ) Σημειώσεις σχετικά με τα κριτήρια επίδοσης για τις μυκοτοξίνες
- Δεν αναφέρονται τα όρια ανίχνευσης των χρησιμοποιούμενων μεθόδων, δεδομένου ότι οι τιμές που αφορούν την πιστότητα παρέχονται μόνο για τις συγκεντρώσεις ενδιαφέροντος.
 - Οι τιμές πιστότητας υπολογίζονται βάσει της εξίσωσης Horwitz, ιδίως της αρχικής εξίσωσης Horwitz για συγκεντρώσεις $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ (*) και της τροποποιημένης εξίσωσης Horwitz για συγκεντρώσεις $C < (1,2 \times 10^{-7})$ (**).
- (*) Εξίσωση Horwitz για συγκεντρώσεις $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:
- $$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$
- (Αναφ.: W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 1980, 63, 1344)
- (**) Τροποποιημένη εξίσωση Horwitz (*) για συγκεντρώσεις $C < 1,2 \times 10^{-7}$:
- $$RSD_R = 22 \%$$
- (Αναφ.: M. Thompson, Analyst, 2000, 125, σ. 385-386)
- όπου:
- RSD_R είναι η σχετική τυπική απόκλιση, η οποία υπολογίζεται με βάση τα αποτελέσματα που παράγονται υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας [$(s_R/l) \times 100$]
 - Το C είναι ο λόγος συγκέντρωσης (ήτοι $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1 \text{ 000 mg}/\text{kg}$).
- Πρόκειται για μια γενική εξίσωση υπολογισμού της πιστότητας, για την οποία έχει διαπιστωθεί ότι είναι ανεξάρτητη από την προς ανάλυση ουσία ή τη μήτρα, αλλά ότι εξαρτάται αποκλειστικά από τη συγκέντρωση, για τις περισσότερες μεθόδους ανάλυσης καθημερινής πρακτικής.

4.3.1.2. Προσέγγιση της “καταλληλότητας για συγκεκριμένη χρήση”

Για τις ενδοεργαστηριακά επικυρωμένες μεθόδους, μπορεί να χρησιμοποιηθεί εναλλακτικά μια προσέγγιση “καταλληλότητας για συγκεκριμένη χρήση”(**), για να αξιολογηθεί η καταλληλότητά τους για επίσημους ελέγχους. Οι μέθοδοι που είναι κατάλληλες για επίσημους ελέγχους πρέπει να παράγουν αποτελέσματα με τυπική αβεβαιότητα μέτρησης (u) μικρότερη από τη μέγιστη τυπική αβεβαιότητα μέτρησης όπως υπολογίζεται με βάση τον παρακάτω τύπο:

$$Uf = \sqrt{(\text{LOD}/2)^2 + (a \times C)^2}$$

όπου:

- Uf είναι η μέγιστη τυπική αβεβαιότητα μέτρησης (μg/kg).
- LOD είναι το όριο ανίχνευσης της μεθόδου (μg/kg).
- a είναι μια σταθερά, ένας αριθμητικός παράγοντας που πρέπει να χρησιμοποιείται ανάλογα με την τιμή της C. Οι τιμές που πρέπει να χρησιμοποιούνται παρατίθενται στον πίνακα που ακολουθεί.
- C είναι η συγκέντρωση ενδιαφέροντος (μg/kg).

Εάν μια αναλυτική μέθοδος παρέχει αποτελέσματα με μετρήσεις αβεβαιότητας μικρότερες από τη μέγιστη τυπική αβεβαιότητα, η μέθοδος θα θεωρείται ισοδύναμα κατάλληλη με μέθοδο που ανταποκρίνεται στα κριτήρια επίδοσης που παρατίθενται στο σημείο 4.3.1.1.

Πίνακας

Αριθμητικές τιμές που πρέπει να χρησιμοποιούνται για το a ως σταθερά στον τύπο που παρατίθεται στο παρόν σημείο, ανάλογα με τη συγκέντρωση ενδιαφέροντος

C (μg/kg)	a
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1001-10 000	0,12
> 10 000	0,1

(***) Αναφ.: M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, σ. 471-478.

4.3.2. Ειδικές απαιτήσεις για ημιποσοτικές μεθόδους διαλογής

4.3.2.1. Πεδίο εφαρμογής

Το πεδίο εφαρμογής ισχύει για τις βιοαναλυτικές μεθόδους με βάση την ανοσοαναγνώριση ή τη σύνδεση με υποδοχείς, (όπως ELISA, ταινίες εμβάπτισης, συσκευές πλευρικής ροής, ανοσοαισθητήρες) και τις φυσικοχημικές μεθόδους που βασίζονται σε χρωματογραφία ή άμεση ανίχνευση με φασματομετρία μάζας (π.χ. φασματομετρία μάζας στο περιβάλλον των δειγμάτων). Άλλες μέθοδοι (π.χ. χρωματογραφία λεπτής στιβάδας) δεν εξαιρούνται με την προϋπόθεση ότι τα σήματα που δημιουργούνται αφορούν άμεσα τις μυκοτοξίνες ενδιαφέροντος και επιτρέπουν την εφαρμογή της αρχής που περιγράφεται παρακάτω.

Οι ειδικές απαιτήσεις ισχύουν για τις μεθόδους των οποίων το αποτέλεσμα της μέτρησης είναι αριθμητική τιμή, για παράδειγμα η (σχετική) απόκριση αναγνώστη ταινιών εμβάπτισης, το σήμα LC-MS κ.λπ., και εφαρμόζονται οι συνήθεις στατιστικές μέθοδοι.

Οι απαιτήσεις δεν ισχύουν για τις μεθόδους που δεν παρέχουν αριθμητικές τιμές (π.χ. μόνο μια γραμμή παρουσίας ή απουσίας), οι οποίες απαιτούν διαφορετικές προσεγγίσεις επικύρωσης. Ειδικές απαιτήσεις για τις μεθόδους αυτές αναφέρονται στο σημείο 4.3.3.

Το παρόν έγγραφο περιγράφει διαδικασίες για την επικύρωση των μεθόδων διαλογής, μέσω διεργαστηριακής επικύρωσης, την επαλήθευση των επιδόσεων της επικυρωμένης μεθόδου, μέσω διεργαστηριακής άσκησης και την ενδοεργαστηριακή επικύρωση μιας μεθόδου διαλογής.

4.3.2.2. Ορολογία

Στοχευόμενη συγκέντρωση διαλογής (STC): η συγκέντρωση ενδιαφέροντος για την ανίχνευση μυκοτοξίνης σε δείγμα. Όταν το ζητούμενο είναι η δοκιμή συμμόρφωσης με κανονιστικά όρια, η STC είναι ίση με το ισχύον ανώτατο επίπεδο. Για άλλους σκοπούς ή σε περίπτωση που δεν έχει θεσπιστεί ανώτατο επίπεδο, η STC είναι προκαθορισμένη από το εργαστήριο.

Μέθοδος διαλογής: μέθοδος που χρησιμοποιούνται για την επιλογή των δειγμάτων στα οποία τα επίπεδα μυκοτοξίνης υπερβαίνουν τη στοχευόμενη συγκέντρωση διαλογής (STC), με ορισμένη εμπιστοσύνη. Για τον έλεγχο μυκοτοξινών, θεωρείται επαρκής εμπιστοσύνη 95 %. Το αποτέλεσμα της ανάλυσης ελέγχου είναι είτε “αρνητικό” ή “ύποπτο”. Οι μέθοδοι διαλογής καθιστούν δυνατή την αποτελεσματική από άποψη κόστους διεκπεραίωση μεγάλων αριθμών δειγμάτων με αποτέλεσμα να αυξάνονται οι πιθανότητες εντοπισμού νέων περιστατικών με υψηλό κίνδυνο έκθεσης των καταναλωτών και υψηλό κίνδυνο για την υγεία τους. Οι μέθοδοι αυτοί βασίζονται σε βιοαναλυτικές μεθόδους, μεθόδους LC-MS ή HPLC. Τα αποτελέσματα των δειγμάτων που υπερβαίνουν την τιμή αποκοπής πρέπει να επαληθεύεται με πλήρη εκ νέου ανάλυση από το αρχικό δείγμα με επιβεβαιωτική μέθοδο.

“Αρνητικό δείγμα” σημαίνει ότι η περιεκτικότητα του δείγματος σε μυκοτοξίνες είναι < STC με εμπιστοσύνη 95 % (δηλαδή υπάρχει 5 % πιθανότητα τα δείγματα να έχουν εσφαλμένα δηλωθεί αρνητικά).

“Ψευδώς αρνητικό δείγμα” σημαίνει ότι η περιεκτικότητα του δείγματος στο δείγμα είναι > STC αλλά το δείγμα έχει προσδιοριστεί ως αρνητικό.

“Υποπτο δείγμα”(θετικό δείγμα) σημαίνει ότι το δείγμα υπερβαίνει το επίπεδο αποκοπής (βλέπε παρακάτω) και μπορεί να περιέχει τη μυκοτοξίνη σε επίπεδο υψηλότερο από τη STC. Κάθε ύποπτο αποτέλεσμα αποτελεί αιτία για επιβεβαιωτική ανάλυση με στόχο την αδιαμφισβήτητη ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση της μυκοτοξίνης.

“Ψευδώς ύποπτο δείγμα” είναι αρνητικό δείγμα το οποίο έχει ταυτοποιηθεί ως ύποπτο.

“Επιβεβαιωτικές μέθοδοι”: μέθοδοι που παρέχουν πλήρεις ή συμπληρωματικές πληροφορίες που δίνουν τη δυνατότητα να ταυτοποιηθούν και να ποσοτικοποιηθούν σαφώς οι μυκοτοξίνες στο επίπεδο ενδιαφέροντος.

“Επίπεδο αποκοπής”: η απόκριση, το σήμα ή η συγκέντρωση, που προκύπτει με τη μέθοδο διαλογής, σύμφωνα με την οποία το δείγμα ταξινομείται ως “ύποπτο”. Η τιμή αποκοπής καθορίζεται κατά την επικύρωση και λαμβάνει υπόψη τη μεταβλητότητα της μέτρησης.

Δείγμα αρνητικού ελέγχου (τυφλή μήτρα): δείγμα γνωστό ως ελεύθερο (¹) της προς έλεγχο μυκοτοξίνης, π.χ. από προγενέστερο προσδιορισμό με χρήση επιβεβαιωτικής μεθόδου επαρκούς ευαισθησίας. Αν δεν μπορούν να αποκτηθούν τυφλά δείγματα, τότε θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί υλικό με το χαμηλότερο δυνατό επίπεδο, εφόσον το επίπεδο επιτρέπει να συναχθεί το συμπέρασμα ότι η μέθοδος διαλογής είναι κατάλληλη για τη συγκεκριμένη χρήση.

Δείγμα θετικού ελέγχου: δείγμα που περιέχει τη φυτοτοξίνη στη στοχευόμενη συγκέντρωση διαλογής, π.χ. πιστοποιημένο υλικό αναφοράς, υλικό γνωστής περιεκτικότητας, (π.χ. υλικό δοκιμής διεργαστηριακών δοκιμών) ή διαφορετικά επαρκώς χαρακτηρισμένο με επιβεβαιωτική μέθοδο. Ελλείψει των ανωτέρω, μπορεί να χρησιμοποιηθεί μείγμα δειγμάτων με διαφορετικά επίπεδα επιμόλυνσης ή εμβολιασμένο δείγμα παρασκευασμένο στο εργαστήριο και επαρκώς χαρακτηρισμένο, με την προϋπόθεση ότι μπορεί να αποδειχθεί ότι έχει επαληθευθεί το επίπεδο επιμόλυνσης.

4.3.2.3. Διαδικασία επικύρωσης

Στόχος της επικύρωσης είναι να αποδειχθεί η καταλληλότητα χρήσης της μεθόδου διαλογής. Αυτό γίνεται με τον καθορισμό της τιμής αποκοπής και τον προσδιορισμό του ποσοστού ψευδώς αρνητικών και ψευδώς ύποπτων δειγμάτων. Στις δύο αυτές παραμέτρους συμπεριλαμβάνονται χαρακτηριστικών της επίδοσης όπως η ευαισθησία, η εκλεκτικότητα και η πιστότητα.

Οι μέθοδοι διαλογής μπορούν να επικυρώνονται με διεργαστηριακή ή ενδοεργαστηριακή επικύρωση. Αν τα στοιχεία της διεργαστηριακής επικύρωσης είναι ήδη διαθέσιμα για συγκεκριμένο συνδυασμό μυκοτοξίνης/μήτρας/STC, η επαλήθευση των επιδόσεων της μεθόδου είναι επαρκής σε ένα εργαστήριο που εφαρμόζει τη μέθοδο.

4.3.2.3.1. Αρχική επικύρωση με ενδοεργαστηριακή επικύρωση

Μυκοτοξίνες:

Η επικύρωση πρέπει να πραγματοποιείται για κάθε επιμέρους μυκοτοξίνη που εξετάζεται. Σε περίπτωση βιοαναλυτικών μεθόδων που δίνουν συνδυασμένη απόκριση για συγκεκριμένη ομάδα μυκοτοξινών (π.χ. αφλατοξίνες B₁, B₂, G₁ & G₂; φομονισίνες B₁ & B₂) στο πεδίο εφαρμογής της μεθόδου πρέπει να αποδεικνύονται η εφαρμοσιμότητα και να αναφέρονται οι περιορισμοί της δοκιμής. Η ανεπιθύμητη διασταυρούμενη αντιδραστικότητα (π.χ. 3-γλυκοζιτής της δεσοξυνιβαλενόλης (DON), 3- ή 15-ακετυλο-DON για ανοσολογικές μεθόδους προσδιορισμού της DON) δεν θεωρείται ότι αυξάνει το ποσοστό των ψευδώς αρνητικών για τις μυκοτοξίνες-στόχους, αλλά μπορεί να αυξήσει το ποσοστό των ψευδώς ύποπτων. Αυτή η ανεπιθύμητη αύξηση θα ελαττωθεί μέσω επιβεβαιωτικής ανάλυσης για τη σαφή ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση των μυκοτοξινών.

Μήτρες:

Για κάθε εμπόρευμα πρέπει να πραγματοποιείται αρχική επικύρωση, ή, όταν είναι γνωστό ότι η μέθοδος πρέπει να εφαρμόζεται για πολλαπλά εμπόρευματα, για κάθε ομάδα εμπορευμάτων. Στην τελευταία περίπτωση, επιλέγεται ένα αντιπροσωπευτικό και χαρακτηριστικό εμπόρευμα από την εν λόγω ομάδα (βλέπε πίνακα Α).

Ομάδα δειγμάτων:

Ο ελάχιστος αριθμός διαφορετικών δειγμάτων που απαιτούνται για την επικύρωση είναι 20 ομοιογενή δείγματα αρνητικού ελέγχου και 20 ομοιογενή δείγματα θετικού ελέγχου που περιέχουν τη μυκοτοξίνη στην STC, που αναλύθηκαν υπό συνθήκες ενδιάμεσης πιστότητας (RSD_R) 5 διαφορετικές ημέρες. Προαιρετικά, πρόσθετες ομάδες 20 δειγμάτων που περιέχουν τη μυκοτοξίνη σε άλλα επίπεδα μπορούν να προστεθούν στην ομάδα επικύρωσης προκειμένου να γίνει εμφανές σε ποιο βαθμό η μέθοδος μπορεί να διακρίνει διαφορετικές συγκεντρώσεις μυκοτοξινών.

Συγκέντρωση:

Για κάθε STC που πρέπει να χρησιμοποιείται σε συνήθη εφαρμογή, πρέπει να πραγματοποιείται επικύρωση.

4.3.2.3.2. Αρχική επικύρωση μέσω διεργαστηριακών δοκιμών

Η επικύρωση με διεργαστηριακές δοκιμές πραγματοποιείται σύμφωνα με διεθνώς αναγνωρισμένο πρωτόκολλο διεργαστηριακών δοκιμών (π.χ. ISO 5725:1994 ή το διεθνές εναρμονισμένο πρωτόκολλο της IUPAC, το οποίο απαιτεί να περιλαμβάνονται έγκυρα στοιχεία από τουλάχιστον οκτώ διαφορετικά εργαστήρια. Ειδικότερα, η μόνη διαφορά σε σχέση με τις ενδοεργαστηριακές επικυρώσεις είναι ότι ≥ 20 δείγματα ανά εμπόρευμα/επίπεδο μπορεί να είναι ομοιόμορφα κατανομημένα ανά τα συμμετέχοντα εργαστήρια, με δύο τουλάχιστον δείγματα ανά εργαστήριο.

(¹) Τα δείγματα θεωρούνται απαλλαγμένα από την αναλύσιμη ουσία εάν το ποσό που περιέχεται στο δείγμα δεν είναι μεγαλύτερο από το 1/5 της STC. Εάν το επίπεδο μπορεί να οριστεί ποσοτικά με επιβεβαιωτική μέθοδο, το επίπεδο πρέπει να λαμβάνεται υπόψη για την αξιολόγηση της επικύρωσης.

4.3.2.4. Προσδιορισμός του επιπέδου αποκοπής και του ποσοστού των ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων των τυφλών δειγμάτων

Ως βάση για τον υπολογισμό των απαιτούμενων παραμέτρων, οι (σχετικές) αποκρίσεις λαμβάνονται για τα δείγματα αρνητικού και θετικού ελέγχου.

Μέθοδοι διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών

Για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών ισχύουν τα εξής:

$$\text{Τιμή αποκοπής} = R_{STC} - \text{τιμή } t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = μέση απόκριση των δειγμάτων θετικού ελέγχου (στην STC)

τιμή t: τιμή t μονόπλευρου ελέγχου για ποσοστό ψευδώς αρνητικών αποτελεσμάτων 5 % (βλέπε πίνακα Β)

SD_{STC} = τυπική απόκλιση Μέθοδοι διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών

Παρομοίως, για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών, η τιμή αποκοπής καθορίζεται ως εξής:

$$\text{Τιμή αποκοπής} = R_{STC} - \text{τιμή } t_{0,05} * SD_{STC}$$

Με αυτή τη συγκεκριμένη τιμή t για τον καθορισμό της τιμής αποκοπής, το ποσοστό των ψευδώς αρνητικών αποτελεσμάτων ορίζεται αυτόματα σε 5 %.

Αξιολόγηση της καταλληλότητας για συγκεκριμένη χρήση

Τα αποτελέσματα των δειγμάτων αρνητικού ελέγχου χρησιμοποιούνται για την εκτίμηση του αντίστοιχου ποσοστού ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων. Η τιμή t υπολογίζεται ανάλογα με την περίπτωση που ένα αποτέλεσμα δείγματος αρνητικού ελέγχου είναι υψηλότερο από την τιμή αποκοπής, και συνεπώς εσφαλμένα χαρακτηρίστηκε ως ύποπτο.

Τιμή t = (τιμή αποκοπής — μέση τιμή_{τυφλό})/ $SD_{\text{τυφλό}}$ για μεθόδους διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών

ή

τιμή t = (μέση τιμή_{τυφλό} — τιμή αποκοπής)/ $SD_{\text{τυφλό}}$ για μεθόδους διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση μυκοτοξινών

Από τη ληφθείσα τιμή t, βασίζομενη στους βαθμούς ελευθερίας που υπολογίζονται από τον αριθμό των πειραμάτων μπορεί να υπολογιστεί η πιθανότητα ψευδώς ύποπτων δειγμάτων για μονόπλευρη κατανομή (π.χ. με τη συνάρτηση "TDIST" λογιστικού φύλλου) ή να ληφθεί από τον πίνακα κατανομής t.

Η αντίστοιχη τιμή της μονόπλευρης κατανομής t ορίζει το ποσοστό των ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων.

Η έννοια αυτή περιγράφεται λεπτομερώς με ένα παράδειγμα στην Αναλυτική και Βιοαναλυτική Χημεία: DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.3.2.5. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής της μεθόδου

4.3.2.5.1. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής σε άλλες μυκοτοξίνες:

Όταν προστίθενται νέες μυκοτοξίνες στο πεδίο εφαρμογής της υφιστάμενης μεθόδου διαλογής, απαιτείται η πλήρης επικύρωση με την οποία θα αποδεικνύεται η καταλληλότητα της μεθόδου.

4.3.2.5.2. Επέκταση σε άλλα εμπορεύματα:

Εάν η μέθοδος διαλογής είναι γνωστή ή αναμένεται να εφαρμοστεί σε άλλα εμπορεύματα, η εγκυρότητα για τα εν λόγω άλλα εμπορεύματα πρέπει να επαληθεύεται. Εφόσον το νέο εμπόρευμα ανήκει σε ομάδα εμπορευμάτων (βλέπε πίνακα Α) για την οποία έχει ήδη πραγματοποιηθεί αρχική επικύρωση, αρκεί περιορισμένη πρόσθετη επικύρωση. Για τον σκοπό αυτόν αναλύονται τουλάχιστον 10 ομοιογενή δείγματα αρνητικού ελέγχου και 10 ομοιογενή δείγματα θετικού ελέγχου (στην STC) υπό συνθήκες ενδιάμεσης πιστότητας. Τα δείγματα θετικού ελέγχου πρέπει να βρίσκονται όλα πάνω από την τιμή αποκοπής. Σε περίπτωση που δεν πληρούται αυτό το κριτήριο, απαιτείται πλήρης επικύρωση.

4.3.2.6. Επαλήθευση των μεθόδων που έχουν ήδη επικυρωθεί μέσω διεργασθηριακών δοκιμών

Για τις μεθόδους διαλογής που έχουν ήδη επικυρωθεί με επιτυχία μέσω συλλογικής εργασθηριακής δοκιμής, πρέπει να ελέγχεται η επίδοση των μεθόδων. Για τον σκοπό αυτόν αναλύονται τουλάχιστον 6 δείγματα αρνητικού ελέγχου και 6 δείγματα θετικού ελέγχου (στην STC). Τα δείγματα θετικού ελέγχου πρέπει να βρίσκονται όλα πάνω από την τιμή αποκοπής. Στην περίπτωση που το κριτήριο αυτό δεν πληρούται, το εργαστήριο πρέπει να διενεργήσει ανάλυση των γενεσιουργών αιτιών για να προσδιορίσει τους λόγους για τους οποίους δεν μπορεί να ανταποκριθεί στις προδιαγραφές οι οποίες προέκυψαν από τη διεργασθηριακή δοκιμή. Η επίδοση της μεθόδου θα ελέγχεται εκ νέου στο εν λόγω εργαστήριο μόνο μετά τη λήψη διορθωτικών μέτρων. Σε περίπτωση που το εργαστήριο δεν είναι σε θέση να επαληθεύσει τα αποτελέσματα της διεργασθηριακής δοκιμής, θα πρέπει να δημιουργήσει τη δική του τιμή αποκοπής στα πλαίσια πλήρους ενδοεργασθηριακής επικύρωσης.

4.3.2.7. Μέθοδος συνεχούς επαλήθευσης/μέθοδος διαρκούς επικύρωσης

Μετά την αρχική επικύρωση, αποκτώνται πρόσθετα στοιχεία επικύρωσης με τη συμπερίληψη δύο δειγμάτων θετικού ελέγχου σε κάθε παρτίδα των ελεγχόμενων δειγμάτων. Το ένα δείγμα θετικού ελέγχου είναι ένα γνωστό δείγμα (π.χ. ένα δείγμα που χρησιμοποιήθηκε κατά την αρχική επικύρωση) και το άλλο είναι διαφορετικό εμπόρευμα από την ίδια ομάδα εμπορευμάτων (εάν αναλύεται ένα μόνο εμπόρευμα, χρησιμοποιείται διαφορετικό δείγμα αυτού του εμπορεύματος). Η συμπερίληψη αρνητικού δείγματος ελέγχου είναι προαιρετική. Τα αποτελέσματα που λαμβάνονται από τα δύο δείγματα θετικού ελέγχου προστίθενται στην υφιστάμενη σειρά επικύρωσης.

Η τιμή αποκοπής επαναπροσδιορίζεται τουλάχιστον μία φορά τον χρόνο και επαναξιολογείται η εγκυρότητα της μεθόδου. Η συνεχής μέθοδος επαλήθευσης χρησιμοποιείται για πολλούς σκοπούς:

- για τον ποιοτικό έλεγχο της παρτίδα δειγμάτων που θα υποβληθούν σε διαλογή,
- για την παροχή πληροφοριών σχετικά με την ευρωστία της μεθόδου στις συνθήκες του εργαστηρίου που εφαρμόζει τη μέθοδο,
- για την αιτιολόγηση της εφαρμοσιμότητας της μεθόδου σε διαφορετικά εμπορεύματα,
- για την προσαρμογή των τιμών αποκοπής σε περίπτωση σταδιακών παρεκκλίσεων με την πάροδο του χρόνου.

4.3.2.8. Έκθεση επικύρωσης

Η έκθεση επικύρωσης περιλαμβάνει:

- Δήλωση σχετικά με την STC
- Δήλωση σχετικά με τη ληφθείσα τιμή αποκοπής

Σημείωση: Η τιμή αποκοπής πρέπει να έχει τον ίδιο αριθμό σημαντικών ψηφίων με την STC. Οι αριθμητικές τιμές που χρησιμοποιούνται για τον υπολογισμό της τιμής αποκοπής πρέπει να έχουν τουλάχιστον ένα παραπάνω σημαντικό αριθμητικό ψηφίο από την STC.

- Δήλωση σχετικά με το υπολογισθέν ποσοστό ψευδώς ύποπτων
- Δήλωση σχετικά με τον τρόπο υπολογισμού του ποσοστού ψευδώς ύποπτων

Σημείωση: Η δήλωση σχετικά με το υπολογισθέν ποσοστό ψευδώς ύποπτων αναφέρει εάν η μέθοδος είναι κατάλληλη για τη χρήση, δεδομένου ότι αναφέρει τον αριθμό των τυφλών (ή χαμηλού επιπέδου επιμόλυνσης) δειγμάτων που θα υποβληθούν σε έλεγχο.

Πίνακας Α

Ομάδες εμπορευμάτων για την επικύρωση των μεθόδων διαλογής

Ομάδες εμπορευμάτων	Κατηγορίες εμπορευμάτων	Τυπικά αντιπροσωπευτικά εμπορεύματα που περιλαμβάνονται στην κατηγορία
Υψηλή περιεκτικότητα σε νερό	Χυμοί φρούτων	Χυμός μήλου, χυμός σταφυλιού
	Αλκοολούχα ποτά	Οίνος, ζύθος, μηλίτης
	Ριζωματώδη και κονδυλώδη λαχανικά	Φρέσκο ζιγίβερι/πιπερόριζα
	Πολτοί με βάση δημητριακά και φρούτα	Πολτοί που προορίζονται για βρέφη και μικρά παιδιά

Ομάδες εμπορευμάτων	Κατηγορίες εμπορευμάτων	Τυπικά αντιπροσωπευτικά εμπορεύματα που περιλαμβάνονται στην κατηγορία
Υψηλή περιεκτικότητα σε έλαιο	Ακρόδρυα	Καρύδια, φουντούκια, κάστανα
	Ελαιούχοι σπόροι και τα προϊόντα τους	Ελαιοκράμβη, ηλιανθος, βαμβακόσπορος, σπέρματα σόγιας, αραχίδες, σουσάμι κ.λπ..
	Ελαιούχα φρούτα και τα προϊόντα τους	Έλαια και πάστες (π.χ. βούτυρο αράπικων φιστικιών, ταχίνι)
Υψηλή περιεκτικότητα σε άμυλο ή/και πρωτεΐνη και χαμηλή περιεκτικότητα σε νερό και λίπος	Σπόροι δημητριακών και προϊόντα τους	Σίτος, σίκαλη, κριθή, αραβόσιτος, ρύζι, βρώμη Ψωμί ολικής άλεσης, λευκό ψωμί, κράκερ, δημητριακά πρωινού, ζυμαρικά,
	Διαιτητικά προϊόντα	Αποξηραμένες σκόνες για την παρασκευή τροφίμων για βρέφη και μικρά παιδιά
Υψηλή περιεκτικότητα σε οξέα και υψηλή περιεκτικότητα σε νερό (*)	Εσπεριδοειδή	
“Δύσκολα ή μοναδικά εμπορεύματα” (**)		Σπόροι κακάο και τα προϊόντα του, φοινικοκαρυά και τα προϊόντα της Καφέας και τσάι Καρυκεύματα, γλυκόριζα
Υψηλή περιεκτικότητα σε ζάχαρη, χαμηλή περιεκτικότητα σε νερό	Αποξηραμένα φρούτα	Σύκα, σταφίδες, φραγκοστάφυλα, σουλτανίνα
Γάλα και γαλακτοκομικά προϊόντα	Γάλα	Αγελαδινό, κατσικίσιο και βουβαλίσιο γάλα
	Τυρί	Αγελαδινό, κατσικίσιο τυρί
	Γαλακτοκομικά προϊόντα (π.χ. γάλα σε σκόνη)	Γιαούρτι, κρέμα γάλακτος

(*) Εάν ένα ρυθμιστικό διάλυμα χρησιμοποιείται για τη σταθεροποίηση των αλλαγών pH στο στάδιο της εκχύλισης, τότε το προϊόν αυτής της ομάδας εμπορευμάτων μπορούν να συγχωνευθούν σε μία ομάδα εμπορευμάτων “υψηλή περιεκτικότητα σε νερό”.

(**) “Δύσκολα ή μοναδικά εμπορεύματα” πρέπει να είναι μόνον πλήρως επικυρωμένα εάν αναλύονται συχνά. Εάν αναλύονται μόνο περιστασιακά, η επικύρωση είναι δυνατόν να περιοριστεί στον απλό έλεγχο των αναφερόμενων επιπέδων με χρήση εμβολιασμένων τυφλών εκχυλισμάτων.

Πίνακας Β

Τιμή t μονόπλευρου ελέγχου για ψευδώς αρνητικό ποσοστό 5 %

Βαθμοί ελευθερίας	Αριθμός επαναλήψεων	Τιμή t (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734

Βαθμοί ελευθερίας	Αριθμός επαναλήψεων	Τιμή t (5 %)
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. *Απαιτήσεις για ποιοτικές μεθόδους διαλογής (μέθοδοι που δεν δίνουν αριθμητικές τιμές)*

Η εκπόνηση κατευθυντήριων γραμμών επικύρωσης για δυαδικές μεθόδους δοκιμών έχει ανατεθεί σε διάφορους φορείς τυποποίησης (π.χ. AOAC, ISO). Πολύ πρόσφατα ο AOAC έχει εκπονήσει κατευθυντήριες γραμμές σχετικά με αυτό το θέμα. Το παρόν έγγραφο μπορεί να θεωρηθεί ως η τρέχουσα κατάσταση στον τομέα των μεθόδων αυτών. Ως εκ τούτου, οι μέθοδοι που παρέχουν δυαδικά αποτελέσματα (π.χ. οπτική επιθεώρηση των ταινιών εμφάπτισης) θα πρέπει να είναι επικυρωμένες σύμφωνα με την παρούσα κατευθυντήρια γραμμή

http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

4.4. **Εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης, υπολογισμός του ποσοστού ανάκτησης και καταγραφή των αποτελεσμάτων⁽¹⁾**

4.4.1. *Επιβεβαιωτικές μέθοδοι*

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρεται ως εξής:

α) διορθωμένο για την ανάκτηση, της οποίας το επίπεδο πρέπει να επισημαίνεται. Η διόρθωση για ανάκτηση δεν είναι απαραίτητη εάν το ποσοστό ανάκτησης κυμαίνεται μεταξύ 90 και 110 %.

β) Ως “x +/- U”, όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U είναι η διευρυμένη αβεβαιότητα μέτρησης, χρησιμοποιώντας έναν συντελεστή κάλυψης 2 που παρέχει διάστημα εμπιστοσύνης περίπου 95 %.

Για τρόφιμα ζωικής προέλευσης, η συνεκτίμηση της αβεβαιότητας των μετρήσεων μπορεί επίσης να γίνει μέσω του καθορισμού του ορίου απόφασης (CCA) σύμφωνα με την απόφαση 2002/657/EK της Επιτροπής⁽²⁾ (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος I — η περίπτωση ουσιών με καθορισμένο επιτρεπόμενο όριο).

Ωστόσο, εάν το αποτέλεσμα της ανάλυσης είναι σημαντικά μικρότερο (> 50 %) από το ανώτατο επίπεδο ή πολύ μεγαλύτερο από το ανώτατο επίπεδο (δηλαδή πάνω από 5 φορές του ανώτατου επιπέδου), και υπό τον όρο ότι εφαρμόζονται οι κατάλληλες διαδικασίες ποιότητας και η ανάλυση χρησιμοποιείται με αποκλειστικό σκοπό τον έλεγχο της συμμόρφωσης προς τις νομοθετικές διατάξεις, το αναλυτικό αποτέλεσμα επιτρέπεται να αναφερθεί χωρίς διόρθωση ως προς την ανάκτηση και η αναφορά του ποσοστού ανάκτησης και της αβεβαιότητας μέτρησης μπορεί να παραλείπεται.

⁽¹⁾ Περισσότερες λεπτομέρειες σχετικά με τις διαδικασίες για την εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης και με τις διαδικασίες για την εκτίμηση του ποσοστού ανάκτησης περιέχονται στο έγγραφο με τίτλο “Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” (Εκθεση σχετικά με τη σχέση μεταξύ των αναλυτικών αποτελεσμάτων, της αβεβαιότητας των μετρήσεων, των παραγόντων ανάκτησης και των διατάξεων της νομοθεσίας της ΕΕ για τα τρόφιμα και τις ζωοτροφές) — http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

⁽²⁾ Απόφαση 2002/657/EK της Επιτροπής, της 14ης Αυγούστου 2002, για εφαρμογή της οδηγίας 96/23/EK του Συμβουλίου σχετικά με την επίδοση των αναλυτικών μεθόδων και την ερμηνεία των αποτελεσμάτων (ΕΕ L 221 της 17.8.2002, σ. 8).

Οι παρόντες ερμηνευτικοί κανόνες για το αποτέλεσμα των αναλύσεων ενόψει της αποδοχής ή της απόρριψης μιας παρτίδας εφαρμόζονται στα αποτελέσματα των αναλύσεων από το δείγμα που υποβάλλεται σε επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση ανάλυσης για λόγους δικαιώματος προσφυγής ή διαιτησίας, εφαρμόζεται η εθνική νομοθεσία.

4.4.2. Μέθοδοι διαλογής

Το αποτέλεσμα της διαλογής είναι συμμορφούμενο ή ύποπτο μη συμμόρφωσης.

“Υπόπτο μη συμμόρφωσης”: το δείγμα υπερβαίνει το επίπεδο αποκοπής και μπορεί να περιέχει τη μυκοτοξίνη σε επίπεδο υψηλότερο από την STC. Κάθε ύποπτο αποτέλεσμα αποτελεί αιτία για επιβεβαιωτική ανάλυση για σαφή ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση της μυκοτοξίνης.

“Συμμορφούμενο”: η περιεκτικότητα του δείγματος σε μυκοτοξίνες είναι < STC με εμπιστοσύνη 95 % (δηλαδή υπάρχει 5 % πιθανότητα ότι τα δείγματα θα έχουν εσφαλμένα δηλωθεί ως αρνητικά). Το αποτέλεσμα της ανάλυσης αναφέρεται ως “< επίπεδο STC”, το επίπεδο της οποίας θα προσδιορίζεται.»
