

KOMISJONI DIREKTIIV 2005/38/EÜ,**6. juuni 2005,****millega sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimetodid fusariotoksiinide sisalduse ametlikuks kontrolliks toiduainetes****(EMPs kohaldatav tekst)**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

- (4) Kindlaks on vaja määrata üldnõuded, millele analüüsimetodid peaksid vastama, tagamaks, et kontroll-laborid kasutavad võrreldavaid analüüsimetodeid.

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

- (5) Käesolevas direktiivis sätestatud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega,

võttes arvesse nõukogu 20. detsembri 1985. aasta direktiivi 85/591/EMÜ toiduainete kontrolliks vajalike ühenduse proovivõtu- ja analüüsimetodite kehtestamise kohta, ⁽¹⁾ eriti selle artikli 1 lõiget 1,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

ning arvestades järgmist:

Liikmesriigid tagavad, et proovide võtmine fusariotoksiinide (deoksünivalenool, zearalenoon, fumonisiinid B₁ ja B₂ ja T-2 ja HT-2 toksiin) sisalduse ametlikuks kontrollimiseks toiduainetes toimub vastavalt I lisas sätestatud meetoditele.

- (1) Komisjoni 8. märtsi 2001. aasta määruses (EÜ) nr 466/2001, millega kehtestatakse teatavate saasteainete piirnormid toiduainetes, ⁽²⁾ sätestatakse teatavate fusariotoksiinide piirnormid teatavates toiduainetes.

Artikkel 2

Liikmesriigid tagavad, et valmistatud proovid ja analüüsimetodid, mida kasutatakse fusariotoksiinide (deoksünivalenool, zearalenoon, fumonisiinid B₁ ja B₂ ning T-2 ja HT-2 toksiin) sisalduse ametlikuks kontrollimiseks toiduainetes, vastavad II lisas sätestatud nõuetele.

- (2) Nõukogu 14. juuni 1989. aasta direktiiviga 89/397/EMÜ toiduainete ametliku kontrolli kohta ⁽³⁾ sätestatakse toiduainete ametliku kontrolli üldpõhimõtted. Nõukogu 29. oktoobri 1993. aasta direktiiviga 93/99/EMÜ toiduainete ametlikku kontrolli käsitlevate lisameetmete kohta ⁽⁴⁾ kehtestatakse kvaliteedistandardite süsteem laborite jaoks, millele liikmesriigid on usaldanud toiduainete ametliku kontrolli.

Artikkel 3

1. Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi sätete järgimiseks vajalikud õigusaktid hiljemalt 1. juulil 2006. aastal. Liikmesriigid edastavad komisjonile viivitamata kõnealuste sätete teksti ning nimetatud sätete ja käesoleva direktiivi vahelise vastavustabeli.

- (3) Proovivõtul on otsustav osa partiis väga ebaühtlaselt jaotunud fusariotoksiinide sisalduse täpsel määramisel.

Kui liikmesriigid võtavad kõnealused sätted vastu, lisavad nad sätetesse või sätete ametliku avaldamise korral nende juurde viite käesolevale direktiivile. Viitamise viisi määravad liikmesriigid.

⁽¹⁾ EÜT L 372, 31.12.1985, lk 50. Direktiivi on muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrusega (EÜ) nr 1882/2003 (ELT L 284, 31.10.2003, lk 1).

⁽²⁾ EÜT L 77, 16.3.2001, lk 1. Määrust on viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 856/2005 (Vt käesoleva Euroopa Liidu Teataja lk 3).

⁽³⁾ EÜT L 186, 30.6.1989, lk 23.

⁽⁴⁾ EÜT L 290, 24.11.1993, lk 14. Direktiivi on muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrusega (EÜ) nr 1882/2003.

2. Liikmesriigid edastavad komisjonile käesoleva direktiiviga reguleeritavas valdkonnas vastuvõetud siseriiklike põhiliste õigusnormide teksti.

Artikkel 4

Käesolev direktiiv jõustub kahekümnnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Artikkel 5

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 6. juuni 2005

Komisjoni nimel
komisjoni liige
Markos KYPRIANOU

LISA I

**PROOVIVÕTUMEETODID FUSARIOTOKSIINIDE SISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIMISEKS
TEATAVATES TOIDUAINETES****1. Eesmärk ja reguleerimisala**

Toiduainete fusariotoksiinide sisalduse ametlikuks kontrollimiseks mõeldud proovid võetakse vastavalt käesolevas lisas kirjeldatud meetoditele. Selliselt saadud koondproove käsitatakse partiide puhul tüüpilistena. Vastavus komisjoni määruse (EÜ) nr 466/2001 lisas I sätestatud piirmääradele tehakse kindlaks laboriproovides kindlaksmääratud sisalduste alusel.

2. Mõisted

Käesolevas lisas kohaldatakse järgmisi mõisteid:

- 2.1. **Partii** – toidukauba identifitseeritav kogus, mis on tarnitud ühel ajal ja mille puhul ametnik on kindlaks määranud sellised ühised tunnused, nagu päritolu, sort, pakkimisviis, pakkija, kaubasaatja või märgistused
- 2.2. **Osapartii** – teatav suure partii osa, mille puhul kohaldatakse asjakohast proovivõtumeetodit. Iga osapartii peab olema füüsiliselt eraldatud ja identifitseeritav
- 2.3. **Valim** – materjalikogus, mis on võetud partii või osapartii ühest kohast
- 2.4. **Koondproov** – partiist või osapartiist võetud kõikide valimite üldkogus.

3. Üldsätted**3.1. Personal**

Proove võtab liikmesriigi määratud volitatud isik.

3.2. Materjal, millest proovid võetakse

Igast uuritavast partiist tuleb võtta eraldi proov. Vastavalt punktile 4.3 tuleb suured partiid jaotada osapartiideks eraldi proovide võtmiseks.

3.3. Ettevaatusabinõud

Proovide võtmisel ja proovide ettevalmistamisel tuleb tarvitusele võtta ettevaatusabinõud, et vältida mis tahes muutusi, mis võivad mõjutada fusariotoksiini sisaldust, mõjutada negatiivselt analüüsi tulemusi või muuta koondproovide tüüpilisust.

3.4. Valimid

Võimaluse korral tuleb valimid võtta ühtlaselt partii või osapartii erinevatest kohtadest. Nimetatud meetodikast kõrvalekaldumised tuleb märkida registris.

3.5. Koondproovi valmistamine

Koondproov saadakse valimite ühendamisel.

3.6. Paralleelproovid

Eeskirjade täitmise tagamise, kaubanduse (kaitse) ja võrdlemise eesmärgil võetakse homogeniseeritud koondproovist paralleelproovid, välja arvatud siis, kui selline meetodika ei ole kooskõlas liikmesriikide reeglitega.

3.7. Proovide pakkimine ja vedu

Iga proov asetatakse puhtasse, inertsest materjalist pakendisse, mis kaitseb piisavalt saastumise ja veo ajal tekkida võivate vigastuste eest. Mis tahes muutuste vältimiseks proovi koostises veo või ladustamise ajal võetakse kasutusele kõik vajalikud ettevaatusabinõud.

3.8. Proovide pitseerimine ja märgistamine

Iga ametlikuks kasutamiseks võetud proov pitseeritakse proovivõtukohas ning märgistatakse liikmesriigi eeskirjade järgi.

Iga proovivõtt registreeritakse, mis võimaldab iga partii üheselt kindlaks teha ning saada teavet proovivõtu ajast ja kohast, samuti muud lisateavet, mis võib analüüsijale abiks olla.

4. Erisätted

4.1. Partiide liigid

Toidukaupu võib turustada lahtiselt, konteinerites või üksikpakendites nagu kotid, pakid, müügi- pakendid. Proovi- võtumeetodit saab kohaldada kauba turustamise kõigi vormide puhul.

Ilma et see piiraks punktide 4.3, 4.4 ja 4.5 erisätete kohaldamist, võib üksikpakendina nagu kotid, pakid, müügi- pakendid turustatavatest partiidest proovide võtmise suunisenä kasutada järgmist valemit:

$$\text{Proovide võtmise sagedus (PVS) } n = \frac{\text{Partii mass} \times \text{valimi mass}}{\text{Koondproovi mass} \times \text{üksikpakendi mass}}$$

— mass: kilogrammides

— proovide võtmise sagedus (PVS): iga (arv) kott või pakk, millest valim tuleb võtta (kümnend arvud tuleks ümardada lähima täisarvuni).

4.2. Valimi kaal

Kui käesolevas lisas ei ole määratud teisiti, peab valimi mass olema ligikaudu 100 grammi. Müügi- pakendites partiide puhul sõltub valimi mass müügi- pakendi massist.

4.3. Üldülevaade teravilja ja teraviljatoodete proovide võtmise menetlusest

Tabel 1

Partiide jaotamine osapartiideks sõltuvalt tootest ja partii massist

Kaup	Partii mass (tonnides)	Osapartiide mass või arv	Valimite arv	Koondproovi mass (kg)
Teravili ja teraviljatooted	≥ 1 500	500 tonni	100	10
	> 300 ja < 1 500	3 osapartiid	100	10
	≥ 50 ja ≤ 300	100 tonni	100	10
	< 50	—	3–100 (*)	1–10

(*) Sõltuvalt partii massist – vaata tabelit 2.

4.4. Teravilja ja teraviljatoodete proovide võtmise menetlus partiide puhul ≥ 50 tonni

— Tingimusel, et osapartiid saab füüsiliselt eraldada, tuleb iga partii jaotada osapartiideks vastavalt tabelile 1. Võttes arvesse, et partii mass ei ole alati osapartiide massi täiskordne, võib osapartii mass ületada nimetatud massi kuni 20 %.

— Iga osapartiist tuleb võtta eraldi proovid.

— Proovide arv: 100. Koondproovi mass = 10 kg.

— Kui käesolevas punktis sätestatud proovivõtumeetodi kasutamine on võimatu kaubanduslike tagajärgede tõttu, mis tulenevad partii kahjustamisest näiteks pakendamise viisi valemil valikul või transpordivahenditega, võib kohaldada alternatiivset proovivõtumeetodit, tingimusel et see on võimalikult tüüpiline ning kogu meetod on kirjeldatud ja dokumenteeritud.

4.5. Teravilja ja teraviljatoodete proovide võtmise menetlus partiide puhul < 50 tonni

Väiksemate kui 50-tonniste teravilja- ja teraviljatoodete partiide puhul tuleb kasutada proovivõtumeetodit, mille käigus võetakse partii massist sõltuvalt 10–100 valimit massiga 100 g, mis annab koondproovi massiks 1–10 kg. Väga väikeste partiide korral ($\leq 0,5$ tonni) võib võtta vähem valimeid, kuid kõiki proove ühendav koondproov peab samuti sel juhul olema vähemalt 1 kg.

Valimite arvu kindlaksmääramiseks võib kasutada tabelis 2 esitatud arve.

Tabel 2

Valimite arv sõltuvalt teravilja- ja teraviljatoodete partii massist

Partii mass (tonni)	Valimite arv
$\leq 0,05$	3
$> 0,05 - \leq 0,5$	5
$> 0,5 - \leq 1$	10
$> 1 - \leq 3$	20
$> 3 - \leq 10$	40
$> 10 - \leq 20$	60
$> 20 - \leq 50$	100

4.6. Imikutele ja väikelastele mõeldud toidu proovide võtmise menetlus

- Punktis 4.5 sätestatud teravilja- ja teraviljatoodete proovide võtmise menetlust kohaldatakse imikutele ja väikelastele mõeldud toidu puhul. Selle kohaselt sõltub valimite arv partii massist ning ei ole väiksem kui 10 ja suurem kui 100, kooskõlas punktis 4.5 esitatud tabeliga 2. Väga väikeste partiide korral ($\leq 0,5$ tonni) võib võtta vähem valimeid, kuid kõiki valimeid ühendav koondproov peab samuti sel juhul olema vähemalt 1 kg
- ühe valimi mass peab olema umbes 100 grammi. Müügipakendite puhul sõltub valimi mass müügipakendi massist ja väga väikeste partiide korral ($\leq 0,5$ tonni) peab valimite mass olema selline, et kõiki proove ühendav koondproov oleks samuti sel juhul vähemalt 1 kg;
- koondproovimass = 1–10 kg piisavalt segatuna.

4.7. Proovide võtmine jaemüügi etapis

Jaemüügi etapis tuleb võimaluse korral võtta toiduainetest proove vastavalt punktides 4.4 ja 4.5 proovide võtmist reguleerivatele sätetele. Juhul kui see ei ole võimalik, võib jaemüügi etapis kasutada teisi tõhusaid proovide võtmise meetodeid, tingimusel et oleks tagatud kontrollitava partii piisav tüüpilisus.

5. Partii või osapartii heakskiitmine

- Partii kiidetakse heaks, kui koondproov vastab lubatud piirmääradele, võttes arvesse mõõtemääramatust ja saagise parandust;
- partiid ei kiideta heaks, kui koondproov ületab lubatud piirmäära üle mõistliku piiri, võttes arvesse mõõtemääramatust ja saagise parandust.

LISA II

PROOVIDE VALMISTAMINE JA KASUTATAVATE ANALÜÜSIMEETODITE KRITERIUMID FUSARIO-TOKSIINIDE SISALDUSE AMETLIKUS KONTROLLIKS TEATAVATES TOIDUAINETES**1. Ettevaatusabinõud**

Kuna fusariotoksiinide jaotumine on ebaühtlane, tuleb proovid valmistada ja eelkõige homogeniseerida äärmiselt hoolikalt.

Kogu laborisse saabuv materjal tuleb ära kasutada katsematerjali valmistamiseks.

2. Laborisse saabunud proovi töötlemine

Iga laboriproov tuleb jahvatada peeneks ja hoolikalt segada, kasutades meetodit, mis tagab täieliku homogeniseerumise.

Juhul kui piirmäära kohaldatakse kuivainele, määratakse toote kuivaine sisaldus kindlaks homogeniseeritud proovi osa põhjal, kasutades meetodit, mis määrab täpselt kindlaks kuivaine sisalduse.

3. Proovide jagamine eeskirjade täitmise tagamiseks ja kaitse eesmärgil

Homogeniseeritud materjalist võetakse paralleelproovid eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks, välja arvatud siis, kui selline meetodika ei ole liikmesriikide reeglitega kooskõlas.

4. Laboris kasutatav analüüsimeetod ja labori kontrollimise nõuded**4.1. Mõisted**

Enimkasutatavad mõisted, mille kasutamist laborilt nõutakse, on järgmised:

Kõige sagedamini kasutatavad täpsusparameetrid on korratavus ja reprodutseeritavus.

r = Korratavus – väärtus, millest allpool korratavuse tingimustes (st sama proov, sama analüüsija, samad seadmed, sama labor ja lühike ajavahemik) tehtud kahe üksikkatse tulemuste absoluutne erinevus on teatava tõenäosusega (harilikult 95 %), seega $r = 2,8 \times s_r$

s_r = Standardhälve – arvutatakse korratavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal

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

R = Reprodutseeritavus – väärtus, millest allpool reprodutseeritavuse tingimustes (st sama katsematerjal, mida analüüsivad erinevates laborites said, kasutades standardmeetodit) üksikkatsete tulemuste absoluutne erinevus on teatava tõenäosusega (harilikult 95 %); $R = 2,8 \times s_R$

s_R = Standardhälve – arvutatakse reprodutseeritavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal

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

4.2. Üldnõuded

Toiduainete kontrolliks kasutatud analüüsimeetodid peavad vastama direktiivi 85/591/EMÜ lisa punktide 1 ja 2 sätetele.

4.3. *Erinõuded*

4.3.1. Tulemuslikkuse kriteeriumid

Juhul kui toiduainete fusariotoksiinide sisalduse määramiseks ei ole ühenduse õigusaktides erimeetodeid ette nähtud, võivad laborid valida mis tahes meetodi eeldusel, et valitud meetod vastab järgmistele nõuetele:

a) Tulemuslikkuse kriteeriumid deoksünivalenooli puhul

Sisaldus µg/kg	Deoksünivalenool		
	RSD _r %	RSD _R %	Saagis %
> 100–≤ 500	≤ 20	≤ 40	60–110
> 500	≤ 20	≤ 40	70–120

b) Tulemuslikkuse kriteeriumid zearalenooni puhul

Sisaldus µg/kg	Zearalenoon		
	RSD _r %	RSD _R %	Saagis %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60–120
> 50	≤ 25	≤ 40	70–120

c) Tulemuslikkuse kriteeriumid fumonisiini B₁ ja B₂ puhul

Saagis µg/kg	Fumonisiin B ₁ või B ₂		
	RSD _r %	RSD _R %	Saagis %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60–120
> 500	≤ 20	≤ 30	70–110

d) Tulemuslikkuse kriteeriumid T-2 ja HT-2 toksiini puhul

Saagis µg/kg	T-2 toksiin		
	RSD _r %	RSD _R %	Saagis %
50–250	≤ 40	≤ 60	60–130
> 250	≤ 30	≤ 50	60–130

Saagis µg/kg	HT-2 toksiin		
	RSD _r %	RSD _R %	Saagis %
100–200	≤ 40	≤ 60	60–130
> 200	≤ 30	≤ 50	60–130

Meetodis kasutatud avastamispiire ei ole märgitud, kuna on esitatud täpsusväärtused iga vaadeldava kontsentratsiooni puhul.

Täpsusväärtused arvutatakse Horwitzi võrrandist:

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

kus:

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

C on kontsentratsiooni määr (s.t 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg)

Kõnealune valem on üldine täpsusvõrrand, mille puhul on leitud, et see on enim kasutatud analüüsimeetodite puhul sõltumatu analüüsist ja maatriksist, sõltudes üksnes kontsentratsioonist.

4.3.2. Otstarbele vastavus

Juhul kui täielikult tõendatud analüüsimeetodid on piiratud, võib analüüsimeetodite sobivuse hindamiseks alternatiivina kasutada otstarbele vastavust, mis määratleb üksiknäitaja – sobivusfunktsiooni. Sobivusfunktsioon on määramatusfunktsioon, mis määratleb eesmärgile vastavad määramatuse suurimad tasemed.

Arvestades koostöökatsetega täielikult tõendatud analüüsimeetodite piiratud arvu, mis on, seda eriti T-2 ja HT-2 toksiini määramisel, võib määramatuse funktsiooni, mis täpsustab suurimat lubatavat määramatust, samuti kasutada laboris kasutatava analüüsimeetodi sobivuse kontrollimiseks (otstarbele vastavus). Labor võib kasutada meetodit, mille puhul tulemuste määramatus ei ületa maksimaalset standardväärtust. Maksimaalne standardmääramatus arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus:

— Uf on suurim standardmääramatus ($\mu\text{g/kg}$)

— LOD on meetodi avastamispiir ($\mu\text{g/kg}$)

— α on konstant, C väärtusest sõltuv arvtegur. Kasutatavad väärtused on sätestatud tabelis 3

— C on määratav kontsentratsioon ($\mu\text{g/kg}$).

Kui analüütilise meetodi tulemus määramatuse mõõtmisel on väiksem kui suurim standardmääramatus, on see meetod rakendatav samaväärselt punktis 4.3.1 esitatud tulemuslikkuse kriteeriumidele vastava meetodiga.

Tabel 3

Konstandi α kasutatavad arvväärtused käesolevas punktis sätestatud valemis sõltuvalt määratavast kontsentratsioonist:

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

4.4. Saagise arvutamine ja tulemuste esitamine

Esitatakse saagiseparandiga või saagiseparandita analüüsitulemused. Tuleb teatada aruandluse viis ja saagise määr. Vastavuskontrolli puhul kasutatakse saagiseparandiga analüüsitulemusi (vaata I lisa 5 punkt).

Analüüsitulemus tuleb esitada kujul $x \pm U$, kus x on analüüsitulemus ja U on laiendatud mõõtemääramatus.

U on laiendatud mõõtemääramatus, kusjuures kasutatakse kattuvuskoefitsienti 2, mis annab usaldusväärsuse taseme ligikaudu 95 %.

4.5. Laborite kvaliteedinõuded

Laborid peavad vastama nõukogu direktiivis 93/99/EMÜ sätestatule.
