

A BIZOTTSÁG 519/2014/EU RENDELETE**(2014. május 16.)****a 401/2006/EK rendeletnek a nagy tételekre, a fűszerekre és étrend-kiegészítőkre vonatkozó mintavételi módszerek, a T-2 és HT-2 toxinra és citrininre vonatkozó alkalmassági kritériumok, valamint a szűrési vizsgálati módszerek tekintetében történő módosításáról****(EGT-vonatkozású szöveg)**

AZ EURÓPAI BIZOTTSÁG,

tekintettel az Európai Unió működéséről szóló szerződésre,

tekintettel a takarmány- és élelmiszerjog, valamint az állat-egészségügyi és az állatok kíméletére vonatkozó szabályok követelményeinek történő megfelelés ellenőrzésének biztosítása céljából végrehajtott hatósági ellenőrzésekről szóló, 2004. április 29-i 882/2004/EK európai parlamenti és tanácsi rendeletre ⁽¹⁾ és különösen annak 11. cikke (4) bekezdésére,

mivel:

- (1) Az 1881/2006/EK bizottsági rendelet ⁽²⁾ felső határértékeket állapít meg bizonyos élelmiszerekben előforduló egyes mikotoxinokra.
- (2) A mintavétel döntő szerepet játszik a tételekben heterogén módon eloszló mikotoxinmennyiségek meghatározásának pontosságában. Ezért kritériumokat kell meghatározni, amelyeknek a mintavételi módszereknek meg kell felelniük.
- (3) A 401/2006/EK bizottsági rendelet ⁽³⁾ rögzíti azokat a kritériumokat, amelyeket a mikotoxintartalom ellenőrzésére szolgáló mintavétel során szem előtt kell tartani.
- (4) A fűszerekre vonatkozó mintavételi szabályokat szükséges módosítani a szemcseméret különbségeinek figyelembevétele érdekében, ami a fűszerekben a mikotoxinszennyezés heterogén eloszlását okozza. Helyénvaló továbbá megállapítani a nagy tételek mintavételi szabályait, hogy Unió-szerte egységes végrehajtási módot alkalmazzanak. Indokolt továbbá annak tisztázása, hogy az almalé mintavétele esetén melyik mintavételi módszert kell alkalmazni.
- (5) A T-2 és a HT-2 toxinra vonatkozó alkalmassági kritériumokat aktualizálni kell a tudományos és technológiai fejlődés figyelembevétele érdekében. A *Monascus purpureus* vörös élesztővel fermentált rizsen alapuló étrend-kiegészítőkből előforduló citrinin felső határértéke tekintetében meg kell határozni a citrinin alkalmassági kritériumait.
- (6) A mikotoxinok elemzésére egyre gyakrabban alkalmaznak szűrési módszereket. Helyénvaló azon kritériumok meghatározása, amelyeket a szűrőmódszereknek teljesíteniük kell szabályozási célokra történő felhasználás esetén.
- (7) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állategészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A 401/2006/EK rendelet a következőképpen módosul:

1. Az I. melléklet a következőképpen módosul:

a) A B. részben, az (1) lábjegyzet helyébe a következő szöveg lép:

„(1) Az ilyen tételek mintavétele az iránymutatás L. részében meghatározott, a nagy tételek mintavételi szabályainak megfelelően történik, és az erről szóló útmutatót közzé kell tenni az alábbi honlapon: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf>

⁽¹⁾ HL L 165., 2004.4.30., 1. o.

⁽²⁾ A Bizottság 2006. december 19-i 1881/2006/EK rendelete az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok felső határértékeinek meghatározásáról (HL L 364., 2006.12.20., 5. o.).

⁽³⁾ A Bizottság 2006. február 23-i 401/2006/EK rendelete az élelmiszerek mikotoxintartalmának hatósági ellenőrzéséhez használandó mintavételi és elemzési módszerek megállapításáról (HL L 70., 2006.3.9., 12. o.)

Az élelmiszer-ipari vállalkozók által a jogszabályi rendelkezések betartása érdekében alkalmazott EN ISO 24333:2009-nek vagy a GAFTA 124. sz. mintavételi szabályának megfelelő mintavételi szabályok alkalmazása megegyezik az L. részben meghatározott mintavételi szabályokkal.

A tételek *Fusarium* toxin tekintetében történő mintavételére az élelmiszer-ipari vállalkozók által a jogszabályi rendelkezések betartása érdekében alkalmazott EN ISO 24333:2009-nek vagy a GAFTA 124. sz. mintavételi szabályának megfelelő mintavételi szabályok alkalmazása megegyezik az B. részben meghatározott mintavételi szabályokkal;

- b) A B.2. részben az 1. táblázat helyébe a következő táblázat lép:

„1. táblázat

A tételek altételekre való osztása a terméktől és a tétel tömegétől függően

Árucikk	A tétel tömege (tonna)	Az altételek tömege vagy száma	A részminták száma	Az egyesített minta tömege (kg)
Gabonafélék és gabonakészítmények	> 300 és < 1 500	3 altétel	100	10
	≥ 50 és ≤ 300	100 tonna	100	10
	< 50	—	3 – 100 (*)	1 – 10

(*) A tétel tömegétől függően – lásd a 2. táblázatot.”

- c) A B.3. pont az első francia bekezdés végén a következő mondattal egészül ki:

„A > 500 tonnás tételek esetén az elemi minták számára vonatkozó előírást az I. melléklet L.2. része tartalmazza.”

- d) A D.2. rész az első mondatot követően a következő mondattal egészül ki:

„Ez a mintavételi módszer a viszonylag nagy szemcseméretű (a szemcseméret az amerikai mogyoróhoz vagy pl. a nagyobb szerezsendióhoz hasonló) fűszerekben előforduló ochratoxin-A, aflatoxin-B1 és összes aflatoxin mennyiségére megállapított felső határértékek hatósági ellenőrzésénél is használandó.”;

- e) Az E. rész első mondatának helyébe a következő szöveg lép:

„Ez a mintavételi módszer a viszonylag nagy szemcseméretű fűszerek kivételével a fűszerekben előforduló ochratoxin-A, aflatoxin-B1 és összes aflatoxin mennyiségére megállapított felső határértékek hatósági ellenőrzésénél (heterogén eloszlású mikotoxinszennyezés) használandó.”;

- f) Az I. rész első mondatának helyébe a következő szöveg lép:

„I. SZILÁRD ALMATERMÉKEKRE VONATKOZÓ MINTAVÉTELI MÓDSZER

Ez a mintavételi módszer az almából készült szilárd termékekben – beleértve a csecsemőknek és kisgyermeknek szánt, almából készült szilárd termékeket – előforduló patulinra megállapított felső határérték hatósági ellenőrzésénél használandó.”

- g) Az I.1. rész második bekezdése a következő mondatokkal egészül ki:

„Folyékony termékek esetében a vizsgálandó tételt közvetlenül a mintavétel előtt kézi vagy gépi eszközzel a lehető legalaposabban össze kell keverni. Ebben az esetben feltételezhető a patulin homogén eloszlása egy adott tételben belül. Így elegendő három részmintát venni egy tételből az egyesített minta előállításához.”

- h) Az I. melléklet az e rendelet I. mellékletében szereplő L. és M. részekkel egészül ki.

2. A II. mellékletben a „4.2. Általános követelmények”, „4.3. Konkrét követelmények” és „4.4. A mérési bizonytalanság becslése, a visszanyerés kiszámítása és az eredmények jelentése” pontok helyébe az e rendelet II. mellékletében szereplő szöveg lép.

2. cikk

Ez a rendelet az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2014. július 1-jétől kell alkalmazni.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 2014. május 16-án.

a Bizottság részéről
az elnök
José Manuel BARROSO

I. MELLÉKLET

„L. IGEN NAGYMÉRETŰ TÉTELEK, ILLETVE OLY MÓDON TÁROLT VAGY SZÁLLÍTOTT TÉTELEK MINTAVÉTELI MÓDSZERE, AMELY NEM TESZI LEHETŐVÉ A TELJES TÉTEL MINTAVÉTELEZÉSÉT

L.1. **Általános alapelvek**

Amennyiben egy tétel szállítási vagy tárolási módja nem teszi lehetővé, hogy elemi mintákat vegyünk a tétel valamennyi részéből, a mintavételezésre lehetőleg akkor kell sort keríteni, amikor a tétel mozgásban van (dinamikus mintavételezés).

Élelmiszerek tárolására szolgáló nagyméretű raktárak esetében a raktárak üzemeltetőit ösztönözni kell olyan berendezések felszerelésére, amelyek segítségével (automatikusan) mintát lehet venni az ott tárolt teljes tételből.

Az ebben az L. részben meghatározott mintavételezési eljárások alkalmazása esetén az élelmiszer-ipari vállalkozónak vagy képviselőjének tisztában kell lennie a mintavételezési eljárással. Ha az élelmiszer-ipari vállalkozó vagy annak képviselője kétségbe vonja a mintavételi eljárást, lehetővé kell tennie az illetékes hatóság számára, hogy a vállalkozó saját költségén a tétel minden részéből mintát tudjon venni.

A tétel egy részéből történő mintavétel abban az esetben megengedett, ha a minta mennyisége a teljes tétel legalább 10 %-át teszi ki. Ha azonos osztályú vagy megnevezésű élelmiszertétel egy részének mintavételezése esetén azt állapítják meg, hogy az nem felel meg az uniós követelményeknek, abból kell kiindulni, hogy a tétel többi része sem biztonságos, kivéve, ha a további részletes átvizsgálás során nem bizonyítható, hogy a tétel többi része nem felel meg a követelményeknek.

Az e melléklet más részeiben előírt, vonatkozó rendelkezések – mint például a rész minta tömegére vonatkozóak – alkalmazandóak a nagyon nagyméretű tétel, illetve oly módon tárolt vagy szállított tétel mintavételezése esetén, amelyek esetében nem lehetséges a teljes tétel mintavételezése.

L.2. **Az elemi minták szükséges száma nagyon nagyméretű tétel esetén**

A nagyméretű mintavételi tétel (> 500 tonna) esetében az elemi minták szükséges száma = 100 elemi minta + $\sqrt{\text{tonna}}$. Amennyiben azonban a tétel tömege 1 500 tonnánál kevesebb, és altételekre osztható a B. rész 1. táblázatának megfelelően, valamint amennyiben az altétel fizikailag elkülöníthető, a B. részben előírt számú elemi mintát kell venni.

L.3. **Hajóval szállított nagy tételek**

L.3.1. *A hajóval szállított nagy tétel mintavételezése*

A hajóval szállított nagy tétel mintavételezésére lehetőleg akkor kell sort keríteni, amikor az mozgásban van (dinamikus mintavételezés).

A mintavételezést rakterenként (fizikailag elkülöníthető egységenként) kell végezni. A rakterek kiürítése azonban egymás után, részlegesen történik, ezért a kezdeti fizikai elkülönítés a tároló létesítménybe történő áthelyezést követően már nem áll fenn. A mintavételezést ennek megfelelően vagy a kezdeti fizikai elkülönítés, vagy a tároló létesítménybe történő áthelyezést követő elkülönítés alapján lehet elvégezni.

A hajó rakterének kiürítése néhány napot is igénybe vehet. A mintavételezést rendszerint a kiürítés teljes időtartama alatt, szabályos időközönként kell végezni. Hatósági ellenőr jelenléte azonban nem mindig lehetséges vagy célszerű a teljes kiürítési művelet alatt. A mintavételezést tehát a tétel egy részén (mintavételi tétel) is el lehet végezni. Az elemi minták számának meghatározása a mintavételi tétel méretének figyelembevételével történik.

Abban az esetben is, ha a hatósági mintát automata mintavevő segítségével veszik, ellenőr jelenléte szükséges. Amennyiben azonban az automatikus mintavételezés előre beállított paraméterekkel történik, amelyek a mintavételezés alatt nem módosíthatók, továbbá a csálás bármely formáját megelőzendő a mintákat pecséttel ellátott tárolóedényekbe gyűjtik, az ellenőrnek kizárólag a mintavételezés megkezdésekor és befejezésekor, valamint akkor kell jelen lennie, amikor a tárolóedényeket cserélni kell.

L.3.2. *A hajóval szállított nagy tétel statikus mintavételezése*

Statikus mintavételezés esetén a felülről hozzáférhető tárolók (silók) tekintetében előírt eljárást kell alkalmazni (lásd: L.5.1. pont).

A mintavételezést a tétel/raktér hozzáférhető részén (felülről) kell elvégezni. Az elemi minták számának meghatározása a mintavételi tétel méretének figyelembevételével történik.

L.4. A raktárakban tárolt nagy tételek mintavételezése

A mintavételezést a tétel hozzáférhető részén kell elvégezni. Az elemi minták számának meghatározása a mintavételi tétel méretének figyelembevételével történik.

L.5. A raktározási létesítmények (silók) mintavételezése**L.5.1. A felülről (könnyen) hozzáférhető silók mintavételezése**

A mintavételezést a tétel hozzáférhető részén kell elvégezni. Az elemi minták számának meghatározása a mintavételi tétel méretének figyelembevételével történik.

L.5.2. A felülről nem hozzáférhető (zárt) silók mintavételezése**L.5.2.1. Felülről nem hozzáférhető (zárt), egyedileg 100 tonnát meghaladó kapacitású silók**

Az ilyen típusú silókban tárolt élelmiszerből nem lehet statikus módon mintát venni. Ezért amennyiben silóban tárolt élelmiszer mintavételezését kell elvégezni, és nincs lehetőség a szállítmány mozgatására, meg kell állapodni a létesítmény üzemeltetőjével, hogy értesíteni fogja az ellenőrt a siló – részleges vagy teljes – kiürítésének időpontjáról annak érdekében, hogy mintát lehessen venni a mozgásban lévő élelmiszerből.

L.5.2.2. Felülről nem hozzáférhető (zárt), egyedileg 100 tonnánál kisebb kapacitású silók

Az L. rész 1. pontjának előírásaival ellentétben (a minta mennyisége legalább 10 %), a mintavételezési eljárás az 50–100 kg közötti mennyiség tartályba történő helyezését és annak mintavételezését foglalja magában. Az egyesített minta mérete megfelel a teljes tételnek, az elemi minták száma pedig a silóból mintavételezési céllal a gyűjtőbe engedett élelmiszer mennyiségének.

L.6. Nagyméretű zárt tartályokban tárolt ömlesztett élelmiszer mintavételezése

Az ilyen típusú tételekből sokszor csak a tartályból történő eltávolítás során lehet mintát venni. Bizonyos esetekben erre nincs lehetőség a behozatal vagy az ellenőrzés helyén, ezért a mintavételezésre a tartály kiürítésekor kell sort keríteni. Az üzemeltetőnek tájékoztatnia kell az ellenőrt a tárolók kiürítésének helyéről és időpontjáról.

M. MINTAVÉTELI MÓDSZER A MONASCUS PURPUREUS VÖRÖS ÉLESZTŐVEL FERMENTÁLT RIZSEN ALAPULÓ ÉTREND-KIEGÉSZÍTŐK ESETÉBEN

Ez a mintavételi módszer a *Monascus purpureus* vörös élesztővel fermentált rizsen alapuló étrend-kiegészítőkből előforduló citrinin felső határértékeinek hatósági ellenőrzésére alkalmazandó.

Mintavételezési eljárás és mintaméret

A mintavételezési eljárás azon a feltevésen alapul, hogy a *Monascus purpureus* vörös élesztővel fermentált rizsen alapuló étrend-kiegészítők olyan kiskereskedelmi egységekben kerülnek forgalomba, amelyek kiskereskedelmi csomagokként általában 30–120 kapszulát tartalmaznak.

Tétel mérete (a kiskereskedelmi csomagok száma)	A mintaként használandó kiskereskedelmi csomagok száma	Mintaméret
1 – 50	1	Minden kapszula
51 – 250	2	Minden kapszula
251 – 1 000	4	Mintavétel minden kiskereskedelmi csomagból, a kapszulák fele
> 1 000	1 000 kiskereskedelmi csomagból 4 + 1 kiskereskedelmi csomag, legfeljebb 25 kiskereskedelmi csomag	≤ 10 kiskereskedelmi csomag: minden kiskereskedelmi csomagból, a kapszulák fele > 10 kiskereskedelmi csomag: minden kiskereskedelmi csomagból megegyező számú kapszula, amely 5 kiskereskedelmi csomag tartalmával megegyező mintát eredményez”

II. MELLÉKLET

„4.2. Általános követelmények

Az élelmiszer-ellenőrzés céljára használt megerősítő analitikai módszereknek a 882/2004/EK rendelet III. mellékletének 1. és 2. tételében foglalt rendelkezéseknek kell megfelelniük.

4.3. Egyedi követelmények

4.1.3. A megerősítő módszerekre vonatkozó egyedi követelmények

4.3.1.1. Alkalmassági kritériumok

Adott esetben, és amennyiben rendelkezésre áll, kívánatos teljesen igazolt – vagyis a releváns mátrixok tekintetében körvizsgálatokkal validált – megerősítő módszereket alkalmazni. Más alkalmas megerősítő módszerek (pl. az adott árucsoport vonatkozó mátrixain alkalmazott, laboratóriumon belül validált módszerek) is alkalmazhatók, feltéve, hogy teljesítik az alábbi táblázatban meghatározott alkalmassági kritériumokat.

Lehetőség szerint a laboratóriumon belül validált módszereket tanúsított referenciaanyaggal kell igazolni.

a) Alkalmassági kritériumok aflatoxinokra

Kritérium	Koncentráció Tartomány	Ajánlott érték	Legnagyobb megengedett érték
Vakminta	Mindegyik	Elhanyagolható	-
Kinyerés – aflatoxin M1	0,01 – 0,05 µg/kg	60 – 120 %	
	> 0,05 µg/kg	70 – 110 %	
Kinyerés – aflatoxin B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 µg/kg	50 – 120 %	
	1 – 10 µg/kg	70 – 110 %	
	> 10 µg/kg	80 – 110 %	
Reprodukálhatóság (RSDR)	Mindegyik	A Horwitz-egyenletből levezetve (*) (**)	A Horwitz-egyenletből levezetett érték kétsze- rese (*) (**)

Az RSDr megismételhetőség a szóban forgó koncentráció mellett fennálló reprodukálhatóság (RSDR) 0,66-szorosaként vehető.

Megjegyzés:

- Mind a B₁, mind pedig a B₁ + B₂ + G₁ + G₂ összeg esetében alkalmazandó értékek
- Ha az egyes B₁ + B₂ + G₁ + G₂ aflatoxinok összegét kell a jegyzőkönyvben rögzíteni, akkor vagy ismerni kell mindegyik aflatoxinnál azt, hogy az hogyan viselkedik az adott analitikai rendszerben, vagy az aflatoxinok viselkedésének azonosnak kell lenniük.

b) Alkalmassági kritériumok az ochratoxin-A-ra

Mennyiség µg/kg	Ochratoxin-A		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
< 1	≤ 40	≤ 60	50 – 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70 – 110

c) Alkalmassági kritériumok patulinra

Mennyiség µg/kg	Patulin		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
< 20	≤ 30	≤ 40	50 – 120
20 – 50	≤ 20	≤ 30	70 – 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 – 105

d) Alkalmassági kritériumok deoxinivalenolra

Mennyiség µg/kg	Deoxinivalenol		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
> 100 – ≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 – 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 – 120

e) Alkalmassági kritériumok zearalenonra

Mennyiség µg/kg	Zearalenon		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 – 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 – 120

f) Alkalmassági kritériumok fumonizin B₁-re és B₂-re egyenként

Mennyiség µg/kg	Fumonizin B ₁ és B ₂ egyenként		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 – 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 – 110

g) Alkalmassági kritériumok T-2 és HT-2 toxinra egyenként

Mennyiség µg/kg	T-2 és HT-2 toxin egyenként		
	RSD _r %	RSD _R %	Visszanyerés %
15 – 250	≤ 30	≤ 50	60 – 130
> 250	≤ 25	≤ 40	60 – 130

h) Alkalmassági kritériumok citrininre

Mennyiség µg/kg	Citrinin			Visszanyerés %
	RSD _r %	Ajánlott RSD _R %	Maximálisan megengedett RSD _R %	
Mindegyik	0,66 × RSD _R	A Horwitz-egyenletből levezetve (*) (**)	A Horwitz-egyenletből levezetett érték kétszerese (*) (**)	70 – 120

i) Megjegyzések a mikotoxinokra vonatkozó alkalmassági kritériumokhoz

- Az alkalmazott módszerek kimutatási határai nincsenek megadva a pontossági értékek a kérdéses koncentrációjaként.
- A pontossági értékek a Horwitz-egyenletből, különösen az eredeti Horwitz-egyenletből ($1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ koncentráció esetén) (*) és a módosított Horwitz-egyenletből ($C < 1,2 \times 10^{-7}$ koncentráció esetén) lettek kalkulálva (**).

(*) Horwitz-egyenlet $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ koncentráció esetén:

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

(hiv.: W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 1980, 63, 1344)

(**) Módosított Horwitz-egyenlet $C < 1,2 \times 10^{-7}$ koncentráció esetén:

$$RSD_R = 22 \%$$

(hiv.: M. Thompson, Analyst, 2000, 125, 385–386. o.)

ahol:

- RSD_R a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből számított relatív szórás $[(sR)/C] \times 100$
- C a koncentráció (azaz $1 = 100$ g/100 g, $0,001 = 1$ 000 mg/kg).

Ez egy általános pontossági egyenlet, amely független a vizsgált komponenstől és mátrixtól, és a legtöbb rutinszerű analitikai módszer esetében kizárólag a koncentrációtól függ.

4.3.1.2. Alkalmassági elv

A laboratóriumon belül validált módszerek esetében alternatívaként megengedett a alkalmassági elv (***) alkalmazása annak értékelésére, hogy a szóban forgó módszerek alkalmasak-e hatósági ellenőrzésre. Hatósági ellenőrzésre azok a módszerek alkalmasak, amelyek esetében az eredmények eredő standard mérési bizonytalansága (u) kevesebb, mint az alábbi képlettel kiszámított legnagyobb standard mérési bizonytalanság:

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

ahol:

- Uf a legnagyobb standard mérési bizonytalanság ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
- LOD a módszer kimutatási határa ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
- α egy állandó, a C értékétől függően használandó szorzótényező. Lehetséges értékeit az alábbi táblázat tartalmazza
- C a kérdéses koncentráció ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

Ha az analitikai módszer a legnagyobb standard bizonytalanságnál kisebb bizonytalanságú eredményeket ad, akkor a módszer ugyanúgy megfelelőnek tekinthető, mint az, amelyik megfelel a 4.3.1.1. pontban megadott alkalmassági kritériumoknak.

Táblázat:

Az α mint az ebben a pontban megadott egyenletben szereplő állandó lehetséges értékei, a kérdéses koncentráció függvényében

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

(***) Hiv.: M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, 471–478. o.

4.3.2. A fémennyiségi szűrőmódszerekre vonatkozó egyedi követelmények

4.3.2.1. Alkalmazási terület

Az alkalmazási terület immunfelismerésen vagy receptorkötésen (mint például ELISA, tesztcsíkok, laterális eszközök, immunszenzorok) alapuló bioanalitikai módszerekre és kromatográfián vagy tömegspektrometriás közvetlen érzékelésen alapuló fizikai-kémiai módszerekre (pl. környezeti MS) vonatkozik. Más módszerek (pl. vékonyréteg-kromatográfia) alkalmazása nincs kizárva, feltéve, hogy a küldött jelzések közvetlenül az érintett mikotoxinokra vonatkoznak és lehetővé teszik az alábbiakban ismertetett elv alkalmazhatóságát.

Az egyedi előírások azokra a módszerekre érvényesek, amelyek esetében a mérés eredménye számszerű érték, például egy tesztcsíkleolvasó adta (relatív) érték, egy jel az LC-MS-től stb., és amelyek a szokásos statisztikán alapulnak.

A követelmények nem vonatkoznak olyan módszerekre, amelyek nem adnak számszerű értékeket (pl. csak egy vonal, amely megjelenik van nem), ami más hitelesítési megközelítést tesz szükségessé. Az ezen módszerekre vonatkozó egyedi követelmények a 4.3.3. pontban találhatók.

Ez a dokumentum a laboratóriumközi validálás szűrési módszereinek eljárásait, a laboratóriumközi gyakorlat révén validált módszer teljesítményének ellenőrzését és a szűrési módszer egy egyetlen laboratóriumon belüli validálását írja le.

4.3.2.2. Terminológia

Szűrési célkoncentráció (Screening target concentration, a továbbiakban: STC): a mikotoxin mintában való kimutatására vonatkozó adott koncentráció. Amikor az előírt határértékeknek való megfelelés vizsgálata a cél, az STC egyenlő az alkalmazandó felső határértékkel. Más célból vagy abban az esetben, amikor a felső határértéket meghatározták, az STC-t a laboratórium határozza meg.

Szűrési módszer: azoknak a mikotoxin-tartralmú mintáknak a kiválasztására irányuló módszer, amelyek a szűrési célkoncentrációt (STC-t) egy adott bizonyossággal túllépjük. A mikotoxinok szűrése céljából a 95 %-os bizonyosság tekinthető megfelelőnek. A szűrési analízis eredménye vagy »negatív« vagy »kétes«. A szűrőmódszereknek biztosítaniuk kell nagy mennyiségű minta költséghatékony feldolgozását, amely által nagyobb az esély az olyan új szennyeződések felismerésére, amelyek nagy fogyasztói expozíciót és egészségi kockázatot jelenthetnek. Ezek a módszerek bioanalitikai, LC-MS vagy HPLC módszerekre alapulnak. A minták küszöbértéket túllépő értékeit az eredeti mintának a teljes körű újraelemzése útján megerősítő módszerrel kell ellenőrizni.

A »negatív minta« azt jelenti, hogy a minta mikotoxintartalma 95 %-os bizonyossággal < STC (vagyis 5 % esélye van a minták helytelenül negatív besorolásának).

Az »álnegatív minta« azt jelenti, hogy a minta mikotoxintartalma > STC, de negatívként azonosították.

A »kétes minta« (szűrés pozitív) azt jelenti, hogy a minta túllépi a küszöbértéket (lásd lent) és az STC-nél magasabb szinten tartalmazhat mikotoxint. Minden kétes eredmény esetén megerősítő elemzés szükséges a mikotoxin egyértelmű azonosítására és mennyiségének meghatározására.

Az »álkétes minta« olyan negatív minta, amelyet kétesként azonosítottak.

A »megerősítő módszerek« olyan módszerek, amelyek teljes vagy kiegészítő információkat szolgáltatnak ahhoz, hogy elvégezhető legyen a mikotoxin egyértelmű azonosítása és számszerűsítése a kérdéses szinten.

Küszöbérték: a szűrőmódszerrel kapott reakció, jelzés vagy koncentráció, amely felett a minta »kétes« besorolási. A küszöbértéket a validálás során határozzák meg és figyelembe veszi a mérés variabilitását.

Negatív (vak mátrix) kontrollminta: olyan minta, amelyről tudni lehet, hogy nem tartalmazza ⁽¹⁾ a szűrni kívánt mikotoxint, pl. kellő érzékenységgel igazoló módszert alkalmazó előzetes meghatározás által. Ha vakminta nem nyerhető, a lehető legalacsonyabb szintet tartalmazó anyagot lehet használni, amennyiben e szint alapján levonható az a következtetés, hogy a szűrési módszer a cél szempontjából elfogadható.

Pozitív kontrollminta: mikotoxint a szűrési cél koncentrációjában tartalmazó minta, pl. tanúsított referenciaanyag, ismert tartalmú anyag, (pl. szakmai vizsga tesztanyaga) vagy igazoló módszerrel máshogy kellően jellemzett módszer. A fentiek hiányában laboratóriumban készített különféle szennyezettségi szintű minták keveréke vagy preparált és kellően jellemzett minták használhatók, feltéve, hogy bizonyítható a szennyezettségi szint ellenőrzöttsége.

4.3.2.3. A validálási eljárás

A validálás célja a szűrőmódszer rendeltetésnek való megfelelésének igazolása. Ezt a küszöbérték meghatározásával, valamint az álnegatív minták és az álkétes minták arányának meghatározásával végzik. E két paraméterbe olyan teljesítményjellemzőket ágyaztak be, mint az érzékenység, a szelektivitás és a pontosság.

A szűrési módszerek laboratóriumok között vagy egy egyetlen laboratóriumon belül validálhatók. Amennyiben bizonyos mikotoxin/mátrix/STC-kombinációkra már rendelkezésre áll laboratóriumok között validált adat, elegendő, ha a módszert alkalmazó laboratórium ellenőrzi a módszer alkalmasságát.

4.3.2.3.1. Első validálás egy egyetlen laboratóriumban végzett validálással

Mikotoxinok:

A validálást az alkalmazási területhez tartozó minden egyes mikotoxin esetében el kell végezni. Olyan bioanalitikai módszerek esetében, amelyek bizonyos mikotoxincsoportokra kombinált választ adnak, (pl. B₁, B₂, G₁ & G₂, aflatoxinok; B₁ & B₂, fumonizinek), az alkalmazhatóságot bizonyítani kell és ki kell mutatni a vizsgálat korlátait a módszer alkalmazási területén belül. A nemkívánatos keresztreaktivitás (pl. DON-3-glikozid, 3-vagy 15-acetil-DON, DON-ra vonatkozó, immun-alapú módszerekhez) nem tekinthető úgy, hogy növeli a cél-mikotoxinok álnegatív rátáját, de növelheti az álkétes rátát. A nemkívánatos növekedést csökkenti a mikotoxinok egyértelmű azonosítását és mennyiségi meghatározását igazoló elemzés.

Mátrixok:

Minden áru esetében első validálást kell végezni, vagy – amennyiben a módszer tudvalevőleg összetett árukra is alkalmazható – minden árucsoport esetében. Az utóbbi esetben az adott csoportból egy reprezentatív és egy releváns árut kell kiválasztani (lásd az A. táblázatot).

Minta összetétele:

A validáláshoz szükséges különböző minták minimális száma 20 homogén negatív kontrollminta és 20 homogén pozitív kontrollminta, amelyek a mikotoxint STC értéken tartalmazzák, és amelyeket 5 különböző napra kiterjedő közbenső módszerpontossági (RSD_{Ri}) feltételek szerint elemeztek. Opcionálisan további 20, mikotoxint más szinten tartalmazó mintacsomagot is hozzá lehet adni a validálandó tartalomhoz annak megállapítása céljából, hogy a módszer mennyire képes különbséget tenni a különböző mikotoxin-koncentrációk között.

Koncentráció:

Minden, a rendszeres alkalmazás során használandó STC esetében validálást kell végezni.

4.3.2.3.2. Első validálás körvizsgálatok alkalmazásával

Körvizsgálatok alkalmazásával történő validálást kell végezni a körvizsgálatokról szóló nemzetközileg elismert protokolloknak (pl. ISO 5725:1994 vagy az UPAC nemzetközi harmonizált jegyzőkönyv) megfelelően, amely legalább nyolc különböző laboratóriumból érkező érvényes adat bevonását igényli. Ettől eltérően az egyetlen eltérés az egyetlen laboratóriumon belül elvégzett validáláshoz képest az, hogy áruként/szintenként ≥ 20 minta osztható egyenlően el a résztvevő laboratóriumok között úgy, hogy minden laboratóriumra legalább két minta jusson.

⁽¹⁾ A minták akkor tekinthetők komponensstől mentesnek, ha a mintában megtalálható mennyiség nem haladja meg az STC 1/5-ét. Ha a szint számszerűsítése igazoló módszerrel elvégezhető, e szintet kell figyelembe venni a validálás értékelése során.

4.3.2.4. A vakminták küszöbértékének és az álkétes eredmények rátájának meghatározása

A kötelező paraméterek kalkulációjánál a negatív és pozitív kontrollminták (relatív) válaszait veszik alapul.

Szűrési módszerek, amelyeknél a válasz a mikotoxinkoncentrációval arányos

A mikotoxinkoncentrációval arányos választ adó szűrési módszerekre az alábbiak érvényesek:

$$\text{Küszöb} = R_{\text{STC}} - t\text{-érték}_{0,05} * SD_{\text{STC}}$$

R_{STC} = a pozitív kontrollminták átlagos válasza (STC)

t-érték: egyoldalú t-érték 5 %-os álnegatív eredményt adó arányra (lásd a B. táblázatot)

SD_{STC} = szórásSzűrési módszerek a mikotoxinkoncentrációval fordítottan arányos válasszal

Ennek megfelelően, a mikotoxinkoncentrációval fordítottan arányos választ adó szűrési módszerek esetében az alábbiakban meghatározott küszöb érvényes:

$$\text{Küszöb} = R_{\text{STC}} + t\text{-érték}_{0,05} * SD_{\text{STC}}$$

A küszöb meghatározására használt ezen speciális t-érték alkalmazásával az álnegatív eredmények aránya alapértelmezésben 5 %.

A cél szempontjából való megfelelés értékelése

A negatív kontrollminták eredményeit a megfelelő álkétes eredmények becslésére használják. A t-értéket azon eset alapján számítják ki, amikor a negatív kontrollminta eredménye a küszöbérték felett van, vagyis tévesen kétesként lett besorolva.

t-érték = $(\text{küszöb} - \text{átlagvak}) / SD_{\text{vak}}$ a mikotoxinkoncentrációval arányos választ adó szűrési módszerekhez

vagy

t-érték = $(\text{átlagvak} - \text{küszöb}) / SD_{\text{vak}}$ a mikotoxinkoncentrációval fordítottan arányos választ adó szűrési módszerekhez

A kapott t-értékből a kísérletek számából kalkulált szabadsági fokok alapján az egyoldalú eloszlás esetén az álkétes minták valószínűségi értéke vagy kiszámítható (pl. »TDIST« táblázati függvényel) vagy a t-eloszlás táblázata alapján határozható meg.

Az egyoldalú t-eloszlás adott értéke meghatározza az álkétes eredmények rátáját.

E fogalom részletes ismertetője, példával a következő forrásban található: Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216 -013-6922-1.

4.3.2.5. A módszer alkalmazási területének kiterjesztése

4.3.2.5.1. Az egyéb mikotoxinok alkalmazási területének kiterjesztése:

Amikor egy létező szűrési módszer alkalmazási területéhez új mikotoxinokat vesznek fel, teljes körű validálás szükséges a módszer alkalmasságának igazolására.

4.3.2.5.2. Más árukra való kiterjesztés:

Ha a szűrési módszerrel ismert, vagy feltételezhető, hogy más árukra is alkalmazható, az ezen egyéb árukra való alkalmazás érvényességét igazolni kell. Amíg az új áru olyan árucsoportba tartozik (lásd: A. táblázat), amelynél elvégezték az első validálást, elegendő korlátozott kiegészítő validálás elvégzése. Ehhez legalább 10 homogén negatív kontrollminta és 10 homogén kontrollminta (STC értéken történő) elemzése szükséges közbelső módszerpontosság feltételek mellett. A pozitív kontrollminták mindegyikének a küszöbérték felettinek kell lennie. Amennyiben ez a kritérium nem teljesül, teljes körű validálásra van szükség.

4.3.2.6. Körvizsgálatok útján már validált módszerek ellenőrzése

A laboratóriumi körvizsgálat útján már sikeresen validált szűrési módszerek esetében a módszer alkalmazását kell ellenőrizni. Ehhez legalább 6 negatív kontrollminta és 6 pozitív kontrollminta (STC értéken történő) elemzése szükséges. A pozitív kontrollminták mindegyikének a küszöbérték feletlinek kell lennie. Amennyiben ez a kritérium teljesül, a laboratóriumnak el kell végeznie az alapvető okok elemzését annak azonosítására, hogy miért nem teljesülnek a körvizsgálatban meghatározott specifikációk. Csak korrekciós intézkedést követően igazolható újra a laboratóriumban a módszer alkalmazása. Amennyiben a laboratórium nem alkalmas a körvizsgálat eredményeinek igazolására, a saját küszöbértékét egy teljes körű, egyetlen laboratóriumban elvégzett validálás útján kell meghatározni.

4.3.2.7. Folyamatos módszer-ellenőrzés/meglévő módszer-ellenőrzés

Az első validálást követően kiegészítő validálási adatot kell nyerni legalább két pozitív kontrollminta bevonásával, minden vizsgált mintaköteg esetében. Az egyik pozitív kontrollminta egy ismert minta (pl. első validálás során használt minta), a másik, egy ugyanabba az árucsoportba tartozó más áru (abban az esetben, ha csak egy árut elemeznek, helyette ugyanannak az árucsoportnak egy másik mintáját kell használni). Negatív kontrollminta bevonása opcionális. A két pozitív kontrollmintából nyert eredményeket hozzá kell adni a meglévő validációs csomaghoz.

Legalább évente egyszer újra meg kell határozni a küszöbértéket és újra kell értékelni a módszer érvényességét. A folyamatos módszer-ellenőrzés számos célt szolgál:

- a szűrni kívánt mintakötegek minőségellenőrzése
- információ a módszer megalapozottságáról a módszer esetében alkalmazandó laboratóriumi körülmények között
- a módszer különböző áruk esetében történő alkalmazhatóságának igazolása
- a küszöbértékek fokozatos időbeli eltolódásokhoz való igazíthatósága

4.3.2.8. Validálási jelentés

A validálási jelentésnek az alábbiakat kell tartalmaznia:

- kimutatás az STC-ről
- kimutatás a kapott küszöbértékekről

Megjegyzés: A küszöbértékeket ugyanannyi tizedesjeggyel kell megadni, mint az STC-t. A küszöbérték kiszámítására használt számszerű értékek esetében a tizedesjegyek legalább eggyel többnek kell lennie, mint az STC esetében.

- kimutatás a kalkulált álkétes rátáról
- kimutatás az álkétes ráta előállításának módjáról.

Megjegyzés: A kalkulált álkétes rátáról szóló jelentés a módszer célnak való megfelelését jelzi, és megadja az ellenőrzés tárgyát képező vakminták (vagy alacsony szintű szennyezett) számát.

A. táblázat

Árucsoportok a szűrési módszerek validálásához

Árucsoportok	Árucategóriák	A kategóriába tartozó tipikusan jellemző áruk
Magas víztartalom	Gyümölcslevek	Almalé, szőlőlé
	Alkoholtartalmú italok	Bor, sör, almabor
	Gyökér- és gumós zöldségek	Friss gyömbér
	Gabona- vagy gyümölcsalapú pürék	Csecsemőknek és kisgyermeknek szánt pürék

Árucsoportok	Árुकategóriák	A kategóriába tartozó tipikusan jellemző áruk
Magas olajtartalom	Fán termő héjas gyümölcsűek	Dió, mogyoró, gesztenye
	Olajos magvak és ezekből készült termékek	Olajrepce, napraforgó, gyapotmag, szójabab, amerikai mogyoró, szezám, szezám, szezám stb.
	Olajos gyümölcsök és azokból készült termékek	Olajok és paszták/krémek (pl. mogyoróvajkrém, szezám, szezám)
Magas keményítő- és/vagy fehérjetartalom és alacsony víz- és zsírtartalom	Gabonaőrlemények és ezekből készült termékek	Magvak: búza, rozs, árpa, kukorica, rizs, zab, teljes kiőrlésű lisztből készült kenyér, fehérkenyér, sós kekszek, reggeli gabonapelyhek, tésztafélék
	Diétás készítmények	Csecsemők és kisgyerekek számára szánt ételek elkészítésére szolgáló szárított porok
Magas savtartalom és magas víztartalom (*)	Citrustermékek	
»Problémás vagy egyedi áruk« (**)		Kakaóbab és ebből készült termékek, kopra és ebből készült termékek, kávé, tea Fűszerek, édesgyökér
Magas cukor-, alacsony víztartalom	Szárított gyümölcs	Füge, mazsola, ribizlifélék, malagaszőlő
Tej és tejtermékek	Tej	Tehén-, kecske- és bivalytej
	Sajt	Tehén-, kecskesajt
	Tejipari termékek (pl. tejpor)	Joghurt, tejszín

(*) Amennyiben a pH-érték stabilizálására puffert használnak az extrakciós lépést követően, akkor az árucsoportot egy »Magas víztartalom« árucsoportba lehet összevonni.

(**) A »Problémás vagy egyedi áruk« csak akkor kell teljes körűen validálni, ha azokat rendszeresen analizálják. Ha azokat csak alkalmasszerűen analizálják, akkor a validálást a preparált kivonat megfelelő szintjének ellenőrzésére lehet korlátozni.

B. táblázat

Egyoldalú t-érték 5 %-os álnegatív rátához

Szabadságfok	A párhuzamos próbák száma	t-érték (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

Szabadságfok	A párhuzamos próbák száma	t-érték (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. *A minőségi szűrés módszereinek követelményei (azok a módszerek, amelyek nem adnak számszerű értéket)*

A bináris vizsgálat módszere validálási útmutatójának elkészítését jelenleg különféle szabványosító testületek végzik (pl. AOAC, ISO). Az AOAC nemrég útmutatót készített e tárgyban. Ez a dokumentum tükrözi e terület jelenlegi helyzetét. Ezért a bináris értéket adó módszerek (pl. tesztsík vizuális ellenőrzése) ezen útmutató alapján validálandók.

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

4.4. **A mérési bizonytalanság becslése, a visszanyerés kiszámítása és az eredmények jelentése ⁽¹⁾**

4.4.1. *Megerősítő módszerek*

A vizsgálati eredményt az alábbiak szerint kell megadni:

- Visszanyerésre korrigáltan, ebben az esetben fel kell tüntetni a visszanyerés mértékét. Nem szükséges feltüntetni a visszanyerési korrekciót, ha a visszanyerés aránya 90–110 % közötti.
- $x \pm U$ formában, ahol x a vizsgálati eredmény, U a kiterjesztett mérési bizonytalanság, a kiterjesztési tényező 2, amely körülbelül 95 %-os konfidenciaszintet eredményez.

Állati eredetű élelmiszereknél a mérési bizonytalanság figyelembe vehető a 2002/657/EK bizottsági határozat ⁽²⁾ szerinti döntési határérték (CC_d) meghatározásával (az I. melléklet 3.1.2.5. pontja – Megállapított engedélyezett határértékkel rendelkező anyagok).

Ha azonban a vizsgálat eredménye jelentősen (> 50 %) alacsonyabb, mint a legmagasabb szint vagy sokkal magasabb, mint a legmagasabb szint (vagyis a legmagasabb szint több mint ötszöröse), és feltéve, hogy megfelelő minőségi eljárásokat alkalmaznak és az analízis célja kizárólag a jogszabályi rendelkezéseknek való megfelelés ellenőrzése, a vizsgálati eredményeket visszanyerési korrekció nélkül lehet feltüntetni a jegyzőkönyvben és ezekben az esetekben el lehet hagyni a visszanyerés arányának és a mérési bizonytalanságnak jegyzőkönyvi feltüntetését.

⁽¹⁾ A mérési bizonytalanság becslésére és a visszanyerés meghatározására vonatkozó eljárásokkal kapcsolatban a Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation (Jelentés az analitikai eredmények, mérési bizonytalanság, visszanyerési tényezők és a közösségi élelmiszer- és takarmányjogi rendelkezések közötti kapcsolatról) című jelentésben található további információ: http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

⁽²⁾ A Bizottság 2002. augusztus 14-i 2002/657/EK határozata a 96/23/EK tanácsi irányelvnek az analitikai módszerek elvégzése és az eredmények értelmezése tekintetében történő végrehajtásáról (HL L 221., 2002.8.17., 8. o.).

A tétel elfogadására vagy el nem fogadására vonatkozóan az analitikai eredmények itt ismertetett értelmezési szabályai a hatósági ellenőrzéshez vett mintákkal kapott analitikai eredményre vonatkoznak. Az érdekvédelmi és szakértői célokra végzett vizsgálatok esetében a nemzeti szabályok alkalmazandók.

4.4.2. Szűrési módszerek

A szűrés eredményét »megfelelő« vagy »feltehetően nem megfelelő« megjelöléssel kell megadni.

A »feltehetően nem megfelelő« azt jelenti, hogy a minta túllépi a küszöbértéket és az STC-nél magasabb szinten tartalmazhat mikotoxint. Minden kétes eredmény esetén megerősítő elemzés szükséges a mikotoxin egyértelmű azonosítására és mennyiségének meghatározására.

A megfelelő azt jelenti, hogy a minta mikotoxintartalma 95 %-os bizonyossággal < STC (vagyis 5 % esélye van a minták helytelenül negatív besorolásának). Az analitikai eredményt: »< STC-szint«-ként adják meg, az STC-szint meghatározása mellett.”
