

DIREKTIVA KOMISIJE 2005/38/ES**z dne 6. junija 2005****o določitvi metod vzorčenja in analiz za uradni nadzor vsebnosti toksinov iz rodu *Fusarium* v živilih****(Besedilo velja za EGP)**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

- (4) Treba je določiti splošna merila, katerim mora metoda analize ustrezati, da se zagotovi, da nadzorni laboratoriji uporabljajo metode analize s primerljivimi stopnjami zanesljivosti.

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

- (5) Ukrepi iz te direktive so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za prehranjevalno verigo in zdravje živali –

ob upoštevanju Direktive Sveta 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 o uvedbi metod Skupnosti za vzorčenje in analize za spremljanje in nadzor živil, namenjenih za prehrano ljudi ⁽¹⁾ ter zlasti člena 1(1) Direktive,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

ob upoštevanju naslednjega:

Države članice zagotovijo, da se vzorčenje za uradni nadzor vsebnosti toksinov iz rodu *Fusarium* (deoksinivalenola, zearalenona, fumonizinov B₁ in B₂ ter toksinov T-2 in HT-2) v živilih izvaja v skladu z metodami, določenimi v Prilogi I.

- (1) Uredba Komisije (ES) št. 466/2001 z dne 8. marca 2001 o določitvi mejnih vrednosti nekaterih kontaminatov v živilih ⁽²⁾ določa meje nekaterih toksinov iz rodu *Fusarium* v nekaterih živilih.

Člen 2

Države članice zagotovijo, da priprava vzorcev in metode analiz za uradni nadzor vsebnosti toksinov iz rodu *Fusarium* (deoksinivalenola, zearalenona, fumonizinov B₁ in B₂ ter toksinov T-2 in HT-2) v živilih izpolnjujejo merila, določena v Prilogi II.

- (2) Direktiva Sveta 89/397/EGS z dne 14. junija 1989 o uradnem nadzoru živil ⁽³⁾ določa splošna načela o izvajanju nadzora živil. Direktiva Sveta 93/99/EGS z dne 29. oktobra 1993 o dodatnih ukrepih v zvezi z uradnim nadzorom živil ⁽⁴⁾ uvaja sistem standardov kakovosti za laboratorije, ki so jih države članice pooblastile za uradni nadzor živil.

Člen 3

1. Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 1. julija 2006. Komisiji takoj predložijo besedilo navedenih predpisov in preglednico ujemanja med predpisi in to direktivo.

- (3) Vzorčenje je odločilno za natančnost določanja vsebnosti toksinov iz rodu *Fusarium*, ki so zelo heterogeno porazdeljeni po lotu.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

⁽¹⁾ UL L 372, 31.12.1985, str. 50. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003 Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 284, 31.10.2003, str. 1).

⁽²⁾ UL L 77, 16.3.2001, str. 1. Uredba, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 856/2005 (glej stran 3 tega Uradnega lista).

⁽³⁾ UL L 186, 30.6.1989, str. 23.

⁽⁴⁾ UL L 290, 24.11.1993, str. 14. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003.

2. Države članice predložijo Komisiji besedila glavnih predpisov nacionalne zakonodaje, sprejetih na področju, ki ga ureja ta direktiva.

Člen 4

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

Člen 5

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 6. junija 2005

Za Komisijo
Markos KYPRIANOU
Član Komisije

PRILOGA I

METODE VZORČENJA ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI TOKSINOV IZ RODU *FUSARIUM* V NEKATERIH ŽIVILIH

1. Namen in področje uporabe

Vzorčenje za uradni nadzor vsebnosti toksinov iz rodu *Fusarium* v živilih poteka v skladu z metodami, določenimi v tej prilogi. Tako dobljeni sestavljeni vzorci reprezentativno predstavljajo celoten lot. Skladnost z mejnimi vrednostmi, ki so predpisane v členu Priloge I Uredbe (ES) št. 466/2001, se ugotovi na osnovi vsebnosti, določene v laboratorijskih vzorcih.

2. Opredelitev pojmov

V tej prilogi se uporabljajo naslednje opredelitve:

- 2.1 **lot:** je določljiva količina živila, ki je prispela istočasno in za katero uradnik določi, da ima enake lastnosti, kot so poreklo, sorta, vrsta pakiranja, izvajalec pakiranja, dobavitelj ali oznake;
- 2.2 **sublot:** prepoznavni del večjega lota, v katerem se izvaja vzorčenje; vsak sublot mora biti fizično ločen in določljiv;
- 2.3 **primarni vzorec:** količina materiala, vzetega z enega mesta v lotu ali podlotu;
- 2.4 **sestavljene vzorec:** vzorec, ki je sestavljen iz vseh primarnih vzorcev, vzetih iz lota ali sublota.

3. Splošne določbe

3.1 Osebe

Vzorčenje izvaja pooblaščen oseba, ki jo imenuje država članica.

3.2 Material za vzorčenje

Vsak lot, namenjen za pregled, mora biti vzorčen posebej. V skladu s točko 4.3 je velike lote treba razdeliti na sublote in jih vzorčiti ločeno.

3.3 Previdnostni ukrepi

Med vzorčenjem in pripravo vzorcev je treba paziti, da ne pride do sprememb, ki bi vplivale na vsebnost toksinov iz rodu *Fusarium*, škodljivo vplivale na analitsko določitev ali povzročile nereprezentativnost sestavljenih vzorcev.

3.4 Primarni vzorci

Če je mogoče, je treba primarne vzorce odvzeti na različnih mestih, razporejenih po celotnem lotu ali sublota. Odstopanje od tega postopka je treba zapisati v zapisniku iz točke 3.8 te priloge.

3.5 Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec se pripravi tako, da se združijo primarni vzorci.

3.6 Enakovredni vzorci

Referenčni vzorci za izvršbo, trženje (prepoved) in referenčne (sodne) namene se jemljejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če ta postopek ni v nasprotju s predpisi držav članic.

3.7 Shranjevanje in prevoz vzorcev

Vsak vzorec je treba hraniti v čisti posodi iz kemično inertnega materiala, ki omogoča primerno zaščito pred onesaženjem in poškodbami med transportom. Upoštevati je treba vse previdnostne ukrepe, da se prepreči kakršna koli sprememba v sestavi vzorca, ki bi lahko nastala med transportom ali skladiščenjem.

3.8 *Pečatenje in označevanje vzorcev*

Vsak vzorec, odvzet za uradno uporabo, se na mestu vzorčenja zapečati in označi po predpisih države članice.

O vsakem vzorčenju je treba napisati zapisnik, ki omogoča nedvoumno prepoznavanje vsakega lota, navaja datum in mesto vzorčenja ter vse dodatne podatke, ki bi bili lahko v pomoč analitiku.

4. **Posebne določbe**4.1 *Različne vrste lotov*

Živila se lahko tržijo v razsutem stanju, posodah ali posameznih pakiranjih, kot so vrečke, vreče, pakiranje za prodajo na drobno. Postopek vzorčenja se lahko uporablja za vse različne oblike, v katerih se živila dajejo v promet.

Brez poseganja v posebne določbe iz točk 4.3, 4.4 in 4.5 se za vzorčenje lotov, ki se tržijo v posameznih pakiranjih, kot so vrečke, vreče, pakiranje za prodajo na drobno, kot vodilo lahko uporablja naslednja formula.

$$\text{Pogostost vzorčenja (SF) } n = \frac{\text{masa lota} \times \text{masa primarnega vzorca}}{\text{masa sestavljenega vzorca} \times \text{masa posameznega pakiranja}}$$

— Masa: v kg

— pogostost vzorčenja (SF): vsaka {n}-ta vrečka ali vreča, iz katere je treba vzeti primarni vzorec (decimalke se zaokrožijo na najbližje celo število).

4.2 *Masa primarnega vzorca*

Masa primarnega vzorca mora znašati približno 100 gramov, če v tej prilogi ni določeno drugače. Če gre za lote, sestavljene iz pakiranj za prodajo na drobno, je masa primarnega vzorca odvisna od mase pakiranja za prodajo na drobno.

4.3 *Splošni pregled metode vzorčenja za žita in žitne proizvode*

Preglednica 1

Razdelitev lotov v sublote glede na proizvod in maso lota

Proizvod	Masa lota (v tonah)	Masa ali število subplotov	Št. primarnih vzorcev	Masa sestavljenega vzorca (kg)
Žita in žitni proizvodi	≥ 1 500	500 ton	100	10
	> 300 in < 1 500	3 sublota	100	10
	≥ 50 in ≤ 300	100 ton	100	10
	< 50	—	3–100 (*)	1–10

(*) Odvisno od mase lota – glej preglednico 2.

4.4 *Metode vzorčenja za žita in žitne proizvode za lote ≥ 50 ton*

— Če je subplot mogoče fizično ločiti, je treba vsak lot razdeliti na sublote po preglednici 1. Ob upoštevanju, da masa lota ni vedno natančen večkratnik mase subplotov, lahko masa sublota presega navedeno maso za največ 20 %.

— Vsak subplot je treba vzorčiti ločeno.

— Število primarnih vzorcev: 100. Masa sestavljenega vzorca = 10 kg.

— Če opisane metode vzorčenja ni mogoče izvesti zaradi posledic pri trženju, ki bi nastale zaradi poškodovanja lota, npr. zaradi oblik pakiranja, prevoznih sredstev, se lahko uporablja druga metoda vzorčenja, ki je kar najbolj reprezentativna ter v celoti opisana in dokumentirana.

4.5 Postopek za vzorčenje žit in žitnih proizvodov za lote < 50 ton

Za lote žit pod 50 ton se uporablja načrt vzorčenja z 10 do 100 primarnih vzorcev, odvisno od mase leta, ki se združijo v sestavljeni vzorec z 1 do 10 kg. Pri zelo majhnih lotih ($\leq 0,5$ tone) se lahko vzame nižje število primarnih vzorcev, vendar mora sestavljeni vzorec, ki združuje vse primarne vzorce, tudi v tam primeru tehtati najmanj 1 kg.

Za določitev števila primarnih vzorcev, ki jih je treba vzeti, se uporablja preglednica 2.

Preglednica 2

Število primarnih vzorcev, ki jih je treba vzeti, glede na maso leta žita in žitnih proizvodov

Masa leta (v tonah)	Št. primarnih vzorcev
$\leq 0,05$	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 Metode vzorčenja živil, namenjenih za dojenčke in majhne otroke

- Metode vzorčenja žit in žitnih proizvodov, kot so določene v točki 4.5, se uporabljajo tudi pri živilih, namenjenih za dojenčke in majhne otroke. Skladno s tem je število primarnih vzorcev, ki jih je treba vzeti, odvisno od mase leta in je najmanj 10 in največ 100, v skladu s preglednico 2 v točki 4.5. Pri zelo majhnih lotih ($\leq 0,5$ tone) se lahko vzame manjše število primarnih vzorcev, vendar mora sestavljeni vzorec, ki združuje vse primarne vzorce, tudi v tem primeru tehtati najmanj 1 kg.
- Masa primarnega vzorca mora biti približno 100 gramov. Če gre za lote, sestavljene iz pakiranj za prodajo na drobno, je masa primarnega vzorca odvisna od mase pakiranja za prodajo na drobno, v primeru zelo majhnih lotov ($\leq 0,5$ tone) morajo imeti primarni vzorci tako maso, da ob združitvi vsota mase sestavljenega vzorca znaša najmanj 1 kg.
- Masa sestavljenega vzorca = 1–10 kg, dobro premešano.

4.7 Vzorčenje na stopnji prodaje na drobno

Vzorčenje živil na stopnji prodaje na drobno se po možnosti izvede v skladu z navedenimi določbami za vzorčenje iz točk 4.4 in 4.5. Če to ni mogoče, se uporabijo druge učinkovite metode vzorčenja na stopnji prodaje na drobno, če zagotavljajo zadostno reprezentativnost vzorčenega leta.

5. Sprejemljivost leta ali sublota

- Sprejetje: če sestavljeni vzorec ustreza mejni vrednosti, ob upoštevanju merilne negotovosti in popravka za izkoristek.
- Zavrnitev: če sestavljeni vzorec brez utemeljenega dvoma presega mejno vrednost, ob upoštevanju merilne negotovosti in popravka za izkoristek.

PRILOGA II

PRIPRAVA VZORCA IN ZAHTEVE METODE ANALIZE, KI SE UPORABLJAJO ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI TOKSINOV IZ RODU FUSARIUM V NEKATERIH ŽIVILIH**1. Previdnostni ukrepi**

Ker je porazdelitev toksinov *Fusarium* nehomogena, je treba vzorce pripraviti in zlasti homogenizirati izredno pazljivo.

Za pripravo testnega vzorca je treba uporabiti ves material, ki je prispel v laboratorij.

2. Obdelava vzorca, prispelega v laboratorij

Vsak laboratorijski vzorec se drobno zmelje in premeša po postopku, s katerim se dokazano doseže popolna homogenizacija.

Če se mejna vrednost nanaša na suho snov, je treba določiti vsebnost suhe snovi proizvoda na delu homogeniziranega vzorca, pri tem pa se uporabi postopek, s katerim se dokazano ugotovi natančna vsebnost suhe snovi.

3. Razdelitev vzorcev za uradni nadzor ali drugo mnenje

Enakovredni vzorci za uradni nadzor, za potrebe nosilcev dejavnosti za pridobitev drugega mnenja in sodne namene se jemljejo iz homogenizirane snovi, če ta postopek ni v nasprotju s predpisi države članice o vzorčenju.

4. Metoda analize, ki jo uporablja laboratorij, in nadzorne zahteve laboratorija**4.1 Opredelitev pojmov**

V nadaljevanju so navedene nekatere splošne opredelitve, ki jih mora laboratorij upoštevati:

splošna parametra natančnosti sta ponovljivost in obnovljivost.

r = ponovljivost, vrednost manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preizkusa, dobljenih pri pogojih ponovljivosti, in sicer isti vzorec, isti izvajalec, ista naprava, isti laboratorij in kratek časovni interval, znotraj določene verjetnosti (ponavadi 95 %) in zato je $r = 2,8 \times s_r$

s_r = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti

RSD_r = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$

R = obnovljivost, vrednost, manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preizkusa, dobljenih pri pogojih obnovljivosti, in sicer ista snov, ki so ga izvajalci dobili z uporabo standardizirane preskusne metode v različnih laboratorijih, znotraj določene verjetnosti (ponavadi 95 %); $R = 2,8 \times s_R$

s_R = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti

RSD_R = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

4.2 Splošne zahteve

Metode analize, uporabljene za nadzor živil, morajo biti v skladu z določbami iz točk 1 in 2 Priloge k Direktivi 85/591/EGS.

4.3 Posebne zahteve

4.3.1 Izvedbena merila

Kadar na ravni Skupnosti niso predpisane posebne metode za določanje ravni toksinov iz rodu *Fusarium* v živilih, lahko laboratoriji izberejo katero koli metodo, če izbrana metoda izpolnjuje naslednje zahteve:

(a) Izvedbena merila za deoksinivalenol

Vsebnost µg/kg	Deoksinivalenol		
	RSD _r %	RSD _R %	Izkoristek %
> 100–≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 do 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 do 120

(b) Izvedbena merila za zearalenon

Vsebnost µg/kg	Zearalenon		
	RSD _r %	RSD _R %	Izkoristek %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 do 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 do 120

(c) Izvedbena merila za fumonizina B₁ in B₂

Vsebnost µg/kg	Fumonizina B ₁ ali B ₂		
	RSD _r %	RSD _R %	Izkoristek %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 do 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 do 110

(d) Izvedbena merila za toksinona T-2 in HT-2

Vsebnost µg/kg	Toksin T-2		
	RSD _r %	RSD _R %	Izkoristek %
50–250	≤ 40	≤ 60	60 do 130
> 250	≤ 30	≤ 50	60 do 130

Vsebnost µg/kg	Toksin HT-2		
	RSD _r %	RSD _R %	Izkoristek %
100–200	≤ 40	≤ 60	60 do 130
> 200	≤ 30	≤ 50	60 do 130

Meje zaznavnosti uporabljenih metod niso navedene, ker so vrednosti za natančnost dane pri izbranih koncentracijah.

Vrednosti za natančnost se izračunajo s Horwitzovo enačbo:

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

pri čemer je

RSD_R relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

C je razmerje koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

To je posplošena enačba za natančnost, ki je neodvisna od analita in matrice ter je za vse običajne metode analize odvisna izključno od koncentracije.

4.3.2 Pristop „ustreznost namenu“

Kadar je število popolnoma validiranih metod analize omejeno, se lahko uporabi alternativen pristop, t. i. „pristop ustreznost namenu“, ki opredeli parameter, funkcijo ustreznosti, za ocenitev sprejemljivosti metod analize. Funkcija ustreznosti je funkcija negotovosti, ki opredeli mejne vrednosti negotovosti z vidika ustreznosti svojemu namenu.

Zaradi omejenega števila metod analize, popolnoma validiranih z medlaboratorijskim primerjalnim preizkusom, predvsem za določanje toksinov T-2 in HT-2, se lahko za ocenjevanje primernosti analitskih metod („ustreznost namenu“), ki naj se uporabljajo v laboratoriju, uporabi tudi pristop funkcije negotovosti, ki določa najvišjo sprejemljivo negotovost. Laboratorij lahko uporabi metodo, ki daje rezultate v mejah najvišje standardne negotovosti. Najvišja standardna negotovost se izračuna po naslednji enačbi:

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

kjer je:

- Uf najvišja standardna negotovost ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD meja zaznavnosti metode ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α konstanten, numerični faktor, ki se uporabi glede na vrednost C. Vrednosti, ki se uporabljajo, so določene v preglednici 3,
- C izbrana koncentracija ($\mu\text{g}/\text{kg}$).

Če metoda analize daje rezultate z merilnimi negotovostmi nižjimi od najvišje standardne negotovosti, je ta metoda enako primerna kot metoda, ki izpolnjuje izvedbena merila, določena v točki 4.3.1.

Preglednica 3

Numerične vrednosti, ki se uporabljajo za α kot konstanto v enačbi iz te točke glede na izbrano koncentracijo

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

4.4 *Izračun izkoristka in poročanje rezultatov*

Pri rezultatu analize je treba navesti, ali je pri izračunu upoštevan izkoristek ali ne. Navesti je treba tudi način poročanja in vrednost izkoristka. Rezultat analize z upoštevanjem izkoristka se uporabi za preverjanje skladnosti (glej Prilogo I, točka 5).

Rezultat analize je treba navesti kot $x \pm U$, kjer je x rezultat analize in U razširjena negotovost meritve.

U je razširjena negotovost z uporabo količnika zajetja 2, ki pomeni stopnjo zaupanja približno 95 %.

4.5 *Standardi kakovosti za laboratorije*

Laboratoriji morajo biti v skladu z določbami Direktive Sveta 93/99/EGS.
