Dokument ten służy wyłącznie do celów dokumentacyjnych i instytucje nie ponoszą żadnej odpowiedzialności za jego zawartość

►B

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 401/2006

z dnia 23 lutego 2006 r.

ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

(Dz.U. L 70 z 9.3.2006, s. 12)

zmienione przez:

		Dziennik Urzędowy		
		nr	strona	data
►M1	Rozporządzenie Komisji (UE) nr 178/2010 z dnia 2 marca 2010 r.	L 52	32	3.3.2010
►M2	Rozporządzenie Komisji (UE) nr 519/2014 z dnia 16 maja 2014 r.	L 147	29	17.5.2014

▼B

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 401/2006

z dnia 23 lutego 2006 r.

ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt ([1]), w szczególności jego art. 11 ust. 4,

a także mając na uwadze, co następuje:

(1) Rozporządzenie Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych ([2]) określa najwyższy dopuszczalny poziom niektórych mikotoksyn w niektórych środkach spożywczych.

(2) Pobieranie próbek ma istotne znaczenie dla precyzyjnego oznaczenia poziomów mikotoksyn, których rozmieszczenie w partii jest niejednorodne. A zatem należy ustalić kryteria ogólne, które powinna spełniać metoda pobierania próbek.

(3) Należy także ustalić kryteria ogólne, które powinna spełniać metoda analizy w celu zapewnienia stosowania przez laboratoria kontrolne metod analizy o porównywalnych poziomach skuteczności.

(4) Dyrektywa Komisji 98/53/WE z dnia 16 lipca 1998 r. ustanawiająca metody pobierania próbek oraz metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów niektórych substancji zanieczyszczających w środkach spożywczych ([3]) ustanawia metody pobierania próbek i kryteria skuteczności metod analizy, które należy stosować do celów urzędowej kontroli poziomów aflatoksyn w środkach spożywczych.

(5) Dyrektywa Komisji 2002/26/WE z dnia 13 marca 2002 r. ustanawiająca metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ochratoksyny A w środkach spożywczych ([4]), dyrektywa Komisji 2003/78/WE z dnia 11 sierpnia 2003 r. ustanawiająca metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów patuliny w środkach spożywczych ([5]) i dyrektywa Komisji 2005/38/WE z dnia 6 czerwca 2005 r. ustanawiająca metody pobierania próbek

([1]) Dz.U. L 165 z 30.4.2004, s. 1; sprostowanie w Dz.U. L 191 z 28.5.2004, s. 1.
([2]) Dz.U. L 77 z 16.3.2001, s. 1. Rozporządzenie ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 199/2006 (Dz.U. L 32 z 4.2.2006, s. 34).
([3]) Dz.U. L 201 z 17.7.1998, s. 93. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 2004/43/WE (Dz.U. L 113 z 20.4.2004, s. 14).
([4]) Dz.U. L 75 z 16.3.2002, s. 38. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 2005/5/WE (Dz.U. L 27 z 29.1.2005, s. 38).
([5]) Dz.U. L 203 z 12.8.2003, s. 40.

▼B

i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów toksyn *Fusarium* w środkach spożywczych ([1]) ustanawiają podobne metody pobierania próbek i kryteria skuteczności, odpowiednio dla ochratoksyny A, patuliny i toksyn *Fusarium*.

(6) Do celów kontroli mikotoksyn należy, w każdym przypadku, w którym jest to możliwe, stosować tę samą metodę pobierania próbek tego samego produktu. A zatem metody pobierania próbek i kryteria skuteczności metod analizy, które należy stosować do celów urzędowej kontroli wszystkich mikotoksyn należy uregulować w jednym akcie prawnym, w celu ułatwienia ich stosowania.

(7) Romieszczenie aflatoksyn w danej partii, w szczególności partii produktów spożywczych o cząstkach dużej wielkości, takich jak figi suszone lub orzechy ziemne, jest niejednorodne. W celu uzyskania takiej samej reprezentatywności, w przypadku partii produktów spożywczych o cząstkach dużej wielkości, masa próbki zbiorczej powinna być większa niż w przypadku partii produktów spożywczych o mniejszych cząstkach. Ponieważ rozmieszczenie mikotoksyn w produktach przetworzonych nie jest na ogół tak niejednorodny jak w produktach zbożowych nieprzetworzonych, należy wprowadzić prostsze przepisy pobierania próbek w odniesieniu do produktów przetworzonych.

(8) Należy zatem uchylić dyrektywy 98/53/WE, 2002/26/WE, 2003/78/WE oraz 2005/38/WE.

(9) Właściwe jest, aby data stosowania niniejszego rozporządzenia pokrywała się z datą stosowania rozporządzenia Komisji (WE) nr 856/2005 z dnia 6 czerwca 2005 r. zmieniającego rozporządzenie (WE) nr 466/2001 w odniesieniu do toksyn Fusarium ([2]).

(10) Środki przewidziane w niniejszym rozporządzeniu są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Żywnościowego i Zdrowia Zwierząt,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

Do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych, próbki pobierane są metodami określonymi w załączniku I.

Artykuł 2

Przygotowywanie próbek i metody analizy stosowane do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych odpowiadają kryteriom określonym w załączniku II.

Artykuł 3

Uchyla się dyrektywy 98/53/WE, 2002/26/WE, 2003/78/WE i 2005/38/WE.

Odesłania do uchylonych dyrektyw rozumiane są jako odesłania do niniejszego rozporządzenia.

([1]) Dz.U. L 143 z 7.6.2005, s. 18.
([2]) Dz.U. L 143 z 7.6.2005, s. 3.

▼B

Artykuł 4

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsze rozporządzenie stosuje się od dnia 1 lipca 2006 r.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich państwach członkowskich.

▼B

ZAŁĄCZNIK I ([1])

METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW MIKOTOKSYN W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH

A. PRZEPISY OGÓLNE

Kontrole urzędowe przeprowadzane są zgodnie z przepisami rozporządzenia (WE) nr 882/2004. Określone poniżej przepisy ogólne mają zastosowanie bez uszczerbku dla przepisów rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

A.1. **Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do kontroli urzędowej poziomów zawartości mikotoksyn w środkach spożywczych pobierane są metodami określonymi w niniejszym załączniku. Otrzymane w ten sposób próbki zbiorcze uważane są za reprezentatywne dla danych partii. Zgodność z najwyższymi dopuszczalnymi poziomami, ustanowionymi rozporządzeniem (WE) nr 466/2001, stwierdza się na podstawie poziomów określonych w próbkach laboratoryjnych.

A.2. **Definicje**

Do celów niniejszego załącznika stosuje się następujące definicje:

A.2.1. „partia” oznacza identyfikowalną ilość środka spożywczego, dostarczoną w tym samym czasie i uznaną przez urzędnika za posiadającą wspólne cechy charakterystyczne, takie jak pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakujący, dostawca i oznakowania;

A.2.2. „podpartia” oznacza wyznaczoną część partii w celu zastosowania do niej metody pobierania próbek; każda podpartia musi być fizycznie odrębna i możliwa do zidentyfikowania;

A.2.3. „próbka pierwotna” oznacza ilość materiału pobraną z jednego miejsca partii lub podpartii;

A.2.4. „próbka zbiorcza” oznacza połączone wszystkie próbki pierwotne, pobrane z partii lub podpartii;

A.2.5. „próbka laboratoryjna” oznacza próbkę przeznaczoną do badań laboratoryjnych.

A.3. **Przepisy ogólne**

A.3.1. *Personel*

Próbki pobiera osoba upoważniona, wyznaczona przez państwo członkowskie.

A.3.2. *Materiał, z którego należy pobrać próbki*

W przypadku każdej partii, która ma zostać zbadana, pobieranie próbek musi zostać przeprowadzone oddzielnie. Zgodnie z przepisami szczególnymi dotyczącymi pobierania próbek dla różnych mikotoksyn, duże partie dzielone są na podpartie, z których próbki pobierane są oddzielnie.

A.3.3. *Niezbędne środki ostrożności*

Podczas pobierania i przygotowywania próbek podejmuje się środki ostrożności w celu zapobieżenia jakimkolwiek zmianom, które mogłyby:

— mieć wpływ na zawartość mikotoksyn, mieć niekorzystny wpływ na wynik oznaczenia analitycznego lub spowodować, że próbki zbiorcze staną się niereprezentatywne,

— mieć wpływ na bezpieczeństwo żywności stanowiącej partie, z których należy pobrać próbki.

([1]) Dokument zawierający wytyczne przeznaczone dla właściwych organów w sprawie kontroli zgodności z prawodawstwem UE w odniesieniu do aflatoksyn dostępny jest na stronie internetowej: http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin_guidance_en.pdf. Dokument ten zawiera dodatkowe informacje praktyczne, ale informacje w nim zawarte podlegają przepisom niniejszego rozporządzenia.

▼B

Ponadto podejmuje się wszelkie środki niezbędne do zapewnienia bezpieczeństwa osób pobierających próbki.

A.3.4. *Próbki pierwotne*

W miarę możliwości próbki pierwotne pobiera się z różnych miejsc rozmieszczonych w całej partii lub podpartii. Odstąpienie od tej procedury odnotowywane jest w protokole, o którym mowa w pkt A.3.8 niniejszego załącznika I.

A.3.5. *Przygotowanie próbki zbiorczej*

Próbkę zbiorczą tworzy się poprzez połączenie próbek pierwotnych.

A.3.6. *Kontrpróbki*

Kontrpróbki do celów oznaczenia, handlu (arbitrażu) i jako materiał odniesienia pobiera się ze zhomogenizowanej próbki zbiorczej, o ile nie jest to sprzeczne z przepisami państw członkowskich, dotyczącymi praw operatorów branży żywnościowej.

A.3.7. *Pakowanie i transport próbek*

Każda próbka umieszczana jest w czystym, chemicznie obojętnym pojemniku, zapewniającym odpowiednie zabezpieczenie przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem w czasie przewozu. Wszelkie niezbędne środki podejmowane są w celu zapobieżenia jakimkolwiek zmianom w składzie próbki, które mogłyby powstać w czasie transportu lub składowania.

A.3.8. *Plombowanie i etykietowanie próbek*

Każda pobrana do celów urzędowych próbka jest plombowana w miejscu pobrania i oznaczana zgodnie z przepisami państwa członkowskiego.

Każde pobranie próbki musi zostać zarejestrowane w celu umożliwienia jednoznacznej identyfikacji każdej partii, należy podać również datę i miejsce pobrania próbki oraz wszelkie dodatkowe informacje, które mogą być przydatne dla analityka.

A.4. **Różne rodzaje partii**

Artykuły spożywcze mogą być oferowane do sprzedaży luzem, w pojemnikach lub opakowaniach jednostkowych, takich jak worki, torby i opakowania do sprzedaży detalicznej. Metoda pobierania próbek może być stosowana do wszystkich form, w których dany artykuł spożywczy oferowany jest do sprzedaży.

Bez uszczerbku dla przepisów szczególnych, ustanowionych w innych punktach niniejszego załącznika, przedstawiony poniżej wzór może być stosowany jako wskazówka w odniesieniu do pobierania próbek partii produktów oferowanych do sprzedaży w opakowaniach jednostkowych, takich jak worki, torby i opakowania do sprzedaży detalicznej.

$$\text{Częstotliwość pobierania próbek (SF) } n = \frac{\text{masa partii} \times \text{masa próbki pierwotnej}}{\text{masa próbki zbiorczej} \times \text{masa opakowania jednostkowego}}$$

— masa: w kg

— częstotliwość pobierania próbek (SF): każdy n–ty worek lub torba, z których musi zostać pobrana próbka pierwotna (liczby dziesiętne należy zaokrąglić do najbliższej liczby całkowitej).

B. METODA POBIERANIA PRÓBEK ZBOŻA I PRODUKTÓW ZBOŻOWYCH

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla aflatoksyny B1, sumy aflotoksyn, ochratoksyny A i toksyn *Fusarium* w zbożach i produktach zbożowych.

▼B

B.1. **Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów, o ile nie określono inaczej w niniejszej części B załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 100 gramów daje to próbki zbiorcze o masie większej niż 10 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele większa niż 100 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobieranych jest 100 gramów jako próbka pierwotna. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach, w których zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do wystąpienia nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.) możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy produkt o znacznej wartości oferowany jest w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbka zbiorcza może zostać uzyskana poprzez połączenie x próbek pierwotnych, gdzie x jest liczbą mniejszą niż liczba określona w tabelach 1 i 2, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej jest równa wymaganej masie próbki zbiorczej, określonej w tabelach 1 i 2.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 100 gramów, a różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 10 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele mniejsza niż 100 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, gdzie, na ile to jest możliwe, masa tak pobranej próbki pierwotnej zbliżona jest do 100 gramów.

B.2. **Ogólne zasady pobierania próbek zboża i produktów zbożowych**

▼M2

Tabela 1

Dzielenie partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Zboża i produkty zbożowe	> 300 i < 1 500	3 podpartie	100	10
	≥ 50 i ≤ 300	100 ton	100	10
	< 50	—	3–100 (*)	1–10

(*) W zależności od masy partii — zob. tabela 2.

▼B

B.3. **Metoda pobierania próbek zboża i produktów zbożowych w przypadku partii 50 ton**

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każda partia dzielona jest na podpartie, zgodnie z zasadami określonymi w tabeli 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może być większa niż masa partii o nie więcej niż 20 %. W przypadku gdy fizyczny podział partii na podpartie nie jest możliwy, pobieranych jest co najmniej 100 próbek pierwotnych. ►M2 W przypadku partii > 500 ton liczba próbek pierwotnych jest określona w części L.2 załącznika I. ◄

— Próbki pobierane są z każdej podpartii oddzielnie.

▼B

— Liczba próbek pierwotnych: 100. Masa próbki zbiorczej = 10 kg.

— Jeżeli zastosowanie metody pobierania próbek, określonej w niniejszym punkcie, nie jest możliwe ze względu na wystąpienie nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona możliwie jak najbardziej reprezentatywna, w pełni opisana i udokumentowana. Alternatywna metoda pobierania próbek może również zostać zastosowana w przypadkach, w których zastosowanie metody pobierania próbek, o której mowa powyżej, jest praktycznie niemożliwe. Jest tak np. w przypadkach, w których duże partie zboża składowane są w magazynach lub kiedy zboże składowane jest w silosach ►M2 [1] ◄.

B.4. **Metoda pobierania próbek zboża i produktów zbożowych w przypadku partii < 50 ton**

W przypadku partii zbóż i produktów zbożowych o masie mniejszej niż 50 ton zastosowanie ma plan pobierania próbek przewidujący pobranie od 10 do 100 próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie od 1 do 10 kg. W przypadku bardzo małych partii (0,5 tony) może zostać pobrana mniejsza liczba próbek pierwotnych, ale w takim przypadku próbka zbiorcza łącząca wszystkie próbki pierwotne musi mieć masę nie mniejszą niż 1 kg.

Wartości określone w tabeli 2 mogą zostać wykorzystane do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w zależności od masy partii zbóż i produktów zbożowych

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05–≤ 0,5	5	1
> 0,5–≤ 1	10	1
> 1–≤ 3	20	2
> 3–≤ 10	40	4
> 10–≤ 20	60	6
> 20–≤ 50	100	10

B.5. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki środków spożywczych pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części B załącznika I.

[1] Pobieranie próbek z takich partii przeprowadza się zgodnie z zasadami określonymi w części L. Wytyczne dotyczące pobierania próbek z dużych partii są określone w dokumencie dostępnym na stronie internetowej: http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf
Stosowanie zasad pobierania próbek zgodnie z normą ISO 24333:2009 lub zasadami pobierania próbek GAFTA 124 przez podmioty prowadzące przedsiębiorstwo spożywcze w celu zapewnienia zgodności z przepisami prawa jest równoważne z zasadami pobierania próbek określonymi w części L.
W odniesieniu do pobierania próbek toksyn *Fusarium* stosowanie zasad pobierania próbek zgodnie z normą ISO 24333:2009 lub zasadami pobierania próbek GAFTA 124 przez podmioty prowadzące przedsiębiorstwo spożywcze w celu zapewnienia zgodności z przepisami prawa jest równoważne z zasadami pobierania próbek określonymi w części B.

▼B

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, że próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, w pełni opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

B.6. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru.

C. METODA POBIERANIA PRÓBEK OWOCÓW SUSZONYCH, W TYM SUSZONYCH WINOGRON I PRODUKTÓW POCHODNYCH, Z WYJĄTKIEM FIG SUSZONYCH

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów kontroli urzędowej najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla:

— aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w owocach suszonych, z wyjątkiem fig suszonych, i

— ochratoksyny A w suszonych winogronach (koryntkach, rodzynkach i sułtankach).

C.1. **Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów, o ile nie określono inaczej w niniejszej części C załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 100 gramów daje to próbki zbiorcze o masie większej niż 10 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele większa niż 100 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobieranych jest 100 gramów jako próbka pierwotna. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach gdy zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do wystąpienia nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy sprzedawany jest produkt o znacznej wartości w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbka zbiorcza może zostać uzyskana poprzez połączenie × próbek pierwotnych, gdzie × jest liczbą mniejszą niż liczba określona w tabelach 1 i 2, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej odpowiada wymaganej masie próbki zbiorczej, określonej w tabelach 1 i 2.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 100 gramów, a różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 10 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele mniejsza niż 100 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, gdzie, na ile to jest możliwe, masa tak pobranej próbki pierwotnej zbliżona jest do 100 gramów.

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że niemożliwe jest uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼B

C.2. **Ogólne zasady pobierania próbek owoców suszonych, z wyjątkiem fig**

Tabela 1

Podział partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Artykuł spożywczy	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Owoce suszone	≥ 15	15–30 ton	100	10
	< 15	—	10–100 (*)	1–10

(*) W zależności od masy partii – patrz tabela 2 niniejszej części niniejszego załącznika.

C.3. **Metoda pobierania próbek owoców suszonych (partie 15 ton), z wyjątkiem fig**

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każda partia dzielona jest na podpartie, zgodnie z zasadami określonymi w tabeli 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może być większa niż masa partii o nie więcej niż 20 %.

— Próbki pobierane są z każdej podpartii oddzielnie.

— Liczba próbek pierwotnych: 100. Masa próbki zbiorczej = 10 kg.

— Jeżeli zastosowanie metody pobierania próbek, określonej w niniejszym punkcie, nie jest możliwe ze względu na wystąpienie nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek pod warunkiem, że jest ona możliwie jak najbardziej reprezentatywna, w pełni opisana i udokumentowana.

C.4. **Metoda pobierania próbek owoców suszonych (partie < 15 ton), z wyjątkiem fig**

W przypadku partii owoców suszonych, z wyjątkiem fig, o masie mniejszej niż 15 ton, zastosowanie ma plan pobierania próbek przewidujący pobranie od 10 do 100 próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie od 1 do 10 kg.

Wartości określone w tabeli 2 mogą zostać wykorzystane do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w zależności od masy partii owoców suszonych

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1–≤ 0,2	15	1,5
> 0,2–≤ 0,5	20	2
> 0,5–≤ 1,0	30	3
> 1,0–≤ 2,0	40	4
> 2,0–≤ 5,0	60	6
> 5,0–≤ 10,0	80	8
> 10,0–≤ 15,0	100	10

▼B

C.5. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować inną, alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, że próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki oraz jest w pełni opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

C.6. **Przepisy szczególne dotyczące pobierania próbek owoców suszonych z wyjątkiem fig suszonych oferowanych do sprzedaży w opakowaniach próżniowych**

W przypadku partii o masie równej lub większej niż 15 ton pobieranych jest co najmniej 25 próbek pierwotnych, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie 10 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 15 ton, pobieranych jest x próbek pierwotnych, gdzie x jest liczbą równą 25 % liczby określonej w tabeli 2, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobierane są próbki (patrz: tabela 2).

C.7. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru.

D. METODA POBIERANIA PRÓBEK FIG SUSZONYCH, ORZECHÓW ZIEMNYCH I ORZECHÓW

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w figach suszonych, orzechach ziemnych i orzechach.

▼M1

D.1. **Metoda pobierania próbek fig suszonych**

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w figach suszonych.

D.1.1. *Masa próbki pierwotnej*

Masa próbki pierwotnej wynosi około 300 gramów, o ile nie określono inaczej w części D.1 załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 300 gramów uzyskuje się próbki zbiorcze o masie przekraczającej 30 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej znacznie przekracza 300 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobiera się 300 gramów jako próbkę pierwotną. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach, w których zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do niedopuszczalnych konsekwencji handlowych w następstwie uszkodzenia partii (ze względu

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg nie jest możliwe, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

na formy opakowań, środki transportu itp.), możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy produkt o znacznej wartości oferowany jest w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbkę zbiorczą można uzyskać poprzez połączenie kilku próbek pierwotnych, których liczba jest mniejsza niż liczba podana w tabelach 1, 2 i 3, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej jest równa wymaganej masie próbki zbiorczej określonej w tabelach 1, 2 i 3.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 300 gramów i różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 30 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest znacznie mniejsza niż 300 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, w wyniku czego masa tak pobranej próbki pierwotnej jest jak najbardziej zbliżona do 300 gramów.

D.1.2. *Ogólne zasady pobierania próbek fig suszonych*

Tabela 1

Dzielenie partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Suszone figi	≥ 15	15–30 ton	100	30
	< 15	—	10–100 (*)	≤ 30

(*) W zależności od masy partii – zob. tabela 2 w części D.1 niniejszego załącznika.

D.1.3. *Metoda pobierania próbek fig suszonych (partie ≥ 15 ton)*

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każdą partię dzieli się na podpartie zgodnie z tabelą 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może przekraczać podaną masę najwyżej o 20 %.

— Próbki pobiera się z każdej podpartii oddzielnie.

— Liczba próbek pierwotnych: 100.

— Masa próbki zbiorczej = 30 kg, którą to ilość należy wymieszać i podzielić na trzy równe próbki laboratoryjne o masie 10 kg przed zmieleniem (ten podział na trzy próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku fig suszonych poddawanych dalszemu sortowaniu lub innej obróbce fizycznej oraz gdy dostępny jest sprzęt umożliwiający homogenizację próbki o masie 30 kg).

— Każda próbka laboratoryjna o masie 10 kg jest oddzielnie drobno mielona i dokładnie mieszana w celu uzyskania pełnej homogenizacji, zgodnie z przepisami określonymi w załączniku II.

— Jeżeli zastosowanie opisanej powyżej metody pobierania próbek nie jest możliwe ze względu na niedopuszczalne konsekwencje handlowe w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona w jak największym stopniu reprezentatywna, szczegółowo opisana i udokumentowana.

D.1.4. *Metoda pobierania próbek fig suszonych (partie < 15 ton)*

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, zależy od masy partii, przy czym należy ich pobrać nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100.

▼M1

Do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać, oraz późniejszego podziału próbki zbiorczej można wykorzystać wartości podane w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, w zależności od masy partii i liczby próbek laboratoryjnych pobieranych z próbki zbiorczej

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg) (w przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej masa próbki zbiorczej może być inna – zob. pkt D.1.1)	Liczba próbek laboratoryjnych pobranych z próbki zbiorczej
≤ 0,1	10	3	1 (bez podziału)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	4,5	1 (bez podziału)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	6	1 (bez podziału)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	9 (– < 12 kg)	1 (bez podziału)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	12	2
> 2,0 – ≤ 5,0	60	18 (– < 24 kg)	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	24	3
> 10,0 – ≤ 15,0	100	30	3

— Masa próbki zbiorczej ≤ 30 kg, którą to ilość należy wymieszać i podzielić na dwie lub trzy równe próbki laboratoryjne o masie ≤ 10 kg przed zmieleniem (ten podział na dwie lub trzy próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku fig suszonych poddawanych dalszemu sortowaniu lub innej obróbce fizycznej oraz gdy dostępny jest sprzęt umożliwiający homogenizację próbki o masie do 30 kg).

  W przypadkach gdy masa próbki zbiorczej jest mniejsza niż 30 kg, próbkę zbiorczą dzieli się na próbki laboratoryjne zgodnie z następującymi wskazówkami:

  — < 12 kg: bez podziału na próbki laboratoryjne;

  — ≥ 12 – < 24 kg: podział na dwie próbki laboratoryjne;

  — ≥ 24 kg: podział na trzy próbki laboratoryjne.

— Każda próbka laboratoryjna jest oddzielnie drobno mielona i dokładnie mieszana w celu uzyskania pełnej homogenizacji, zgodnie z przepisami określonymi w załączniku II.

— Jeżeli zastosowanie opisanej powyżej metody pobierania próbek nie jest możliwe ze względu na niedopuszczalne konsekwencje handlowe w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona w jak największym stopniu reprezentatywna, szczegółowo opisana i udokumentowana.

D.1.5. *Metoda pobierania próbek produktów pochodnych i wieloskładnikowych produktów spożywczych*

D.1.5.1. Produkty pochodne składające się z cząstek o bardzo małej masie (jednorodny rozkład zanieczyszczenia aflatoksyną)

— Liczba próbek pierwotnych: 100; w przypadku partii o masie mniejszej niż 50 ton pobiera się od 10 do 100 próbek pierwotnych w zależności od masy partii (zob. tabela 3).

▼M1

Tabela 3

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w zależności od masy partii

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 1	10	1
> 1 – ≤ 3	20	2
> 3 – ≤ 10	40	4
> 10 – ≤ 20	60	6
> 20 – ≤ 50	100	10

— Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów. W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

— Masa próbki zbiorczej = 1–10 kg, która to ilość jest dostatecznie dobrze wymieszana.

D.1.5.2. Produkty pochodne składające się ze stosunkowo dużych cząstek (niejednorodny rozkład zanieczyszczenia aflatoksyną)

Zasady pobierania próbek i przyjęcia są takie same, jak w przypadku fig suszonych (D.1.3 i D.1.4).

D.1.6. *Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej*

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobiera się w miarę możliwości zgodnie z przepisami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować inne skuteczne metody pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej, pod warunkiem że gwarantują one uzyskanie próbki zbiorczej, która jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, szczegółowo opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

D.1.7. *Szczególna metoda pobierania próbek fig suszonych i produktów pochodnych oferowanych do sprzedaży w opakowaniach próżniowych*

D.1.7.1. Figi suszone

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 15 ton pobiera się co najmniej 50 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 30 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 15 ton pobiera się 50 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 2, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 2).

D.1.7.2. Produkty pochodne z fig suszonych składające się z drobnych cząstek

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 50 ton pobiera się co najmniej 25 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 10 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 50 ton pobiera się 25 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 3, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 3).

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że niemożliwe jest uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

D.1.8. *Przyjęcie partii lub podpartii*

W przypadku fig suszonych poddanych sortowaniu lub innej obróbce fizycznej:

— przyjęcie, jeżeli próbka zbiorcza lub średnia próbek laboratoryjnych nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka zbiorcza lub średnia próbek laboratoryjnych przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

W przypadku fig suszonych przeznaczonych do bezpośredniego spożycia przez ludzi:

— przyjęcie, jeżeli żadna próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli jedna lub większa liczba próbek laboratoryjnych przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

W przypadkach, w których masa próbki zbiorczej wynosi 12 kg lub mniej:

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

D.2. **Metoda pobierania próbek orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych**

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w orzechach arachidowych (orzeszkach ziemnych), innych nasionach oleistych, pestkach moreli i orzechach z drzew orzechowych. ►M2 Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się również do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla ochratoksyny A, aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w przyprawach o cząstkach stosunkowo dużej wielkości (wielkość cząstek porównywalna do orzeszków ziemnych lub większa np. gałka muszkatołowa). ◄

D.2.1. *Masa próbki pierwotnej*

Masa próbki pierwotnej wynosi około 200 gramów, o ile nie określono inaczej w części D.2 załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 200 gramów uzyskuje się próbki zbiorcze o masie przekraczającej 20 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej znacznie przekracza 200 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobiera się 200 gramów jako próbkę pierwotną. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach, w których zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do niedopuszczalnych konsekwencji handlowych w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy produkt o znacznej wartości oferowany jest

▼M1

w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbkę zbiorczą można uzyskać poprzez połączenie kilku próbek pierwotnych, których liczba jest mniejsza niż liczba podana w tabelach 1, 2 i 3, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej jest równa wymaganej masie próbki zbiorczej określonej w tabelach 1, 2 i 3.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 200 gramów i różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 20 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest znacznie mniejsza niż 200 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, w wyniku czego masa tak pobranej próbki pierwotnej jest jak najbardziej zbliżona do 200 gramów.

D.2.2. *Ogólne zasady pobierania próbek orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych*

Tabela 1

Dzielenie partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Orzechy arachidowe (orzeszki ziemne), inne nasiona oleiste, pestki moreli i orzechy z drzew orzechowych	≥ 500	100 ton	100	20
	> 125 i < 500	5 podpartie	100	20
	≥ 15 i ≤ 125	25 ton	100	20
	< 15	—	10–100 (*)	≤ 20

(*) W zależności od masy partii – zob. tabela 2 w części D.2. niniejszego załącznika.

D.2.3. *Metoda pobierania próbek orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych (partie ≥ 15 ton)*

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każdą partię dzieli się na podpartie zgodnie z tabelą 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może przekraczać podaną masę najwyżej o 20 %.

— Próbki pobiera się z każdej podpartii oddzielnie.

— Liczba próbek pierwotnych: 100.

— Masa próbki zbiorczej = 20 kg, którą to ilość należy wymieszać i podzielić na dwie równe próbki laboratoryjne o masie 10 kg przed zmieleniem (ten podział na dwie próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych poddawanych dalszemu sortowaniu lub innej obróbce fizycznej oraz gdy dostępny jest sprzęt umożliwiający homogenizację próbki o masie 20 kg).

— Każda próbka laboratoryjna o masie 10 kg jest oddzielnie drobno mielona i dokładnie mieszana w celu uzyskania pełnej homogenizacji, zgodnie z przepisami określonymi w załączniku II.

— Jeżeli zastosowanie opisanej powyżej metody pobierania próbek nie jest możliwe ze względu na konsekwencje handlowe w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona w jak największym stopniu reprezentatywna, szczegółowo opisana i udokumentowana.

▼M1

D.2.4. *Metoda pobierania próbek orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych (partie < 15 ton)*

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, zależy od masy partii, przy czym należy ich pobrać nie mniej niż 10 i nie więcej niż 100.

Do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać, oraz późniejszego podziału próbki zbiorczej można wykorzystać wartości podane w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, w zależności od masy partii i liczby próbek laboratoryjnych pobieranych z próbki zbiorczej

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg) (w przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej, masa próbki zbiorczej może być inna – zob. pkt D.2.1)	Liczba próbek laboratoryjnych pobranych z próbki zbiorczej
≤ 0,1	10	2	1 (bez podziału)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	3	1 (bez podziału)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	4	1 (bez podziału)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	6	1 (bez podziału)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	8 (– < 12 kg)	1 (bez podziału)
> 2,0 – ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 – ≤ 15,0	100	20	2

— Masa próbki zbiorczej ≤ 20 kg, którą to ilość należy wymieszać i w razie potrzeby podzielić na dwie równe próbki laboratoryjne o masie ≤ 10 kg przed zmieleniem (ten podział na dwie próbki laboratoryjne nie jest konieczny w przypadku orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych poddawanych dalszemu sortowaniu lub innej obróbce fizycznej oraz gdy dostępny jest sprzęt umożliwiający homogenizację próbek o masie do 20 kg).

W przypadkach gdy masa próbki zbiorczej jest mniejsza niż 20 kg, próbkę zbiorczą dzieli się na próbki laboratoryjne zgodnie z następującymi wskazówkami:

— < 12 kg: bez podziału na próbki laboratoryjne;

— ≥ 12 kg z podziałem na dwie próbki laboratoryjne.

— Każda próbka laboratoryjna jest oddzielnie drobno mielona i dokładnie mieszana w celu uzyskania pełnej homogenizacji, zgodnie z przepisami określonymi w załączniku II.

— Jeżeli zastosowanie opisanej powyżej metody pobierania próbek nie jest możliwe ze względu na niedopuszczalne konsekwencje handlowe w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona w jak największym stopniu reprezentatywna, szczegółowo opisana i udokumentowana.

▼M1

D.2.5. *Metoda pobierania próbek produktów pochodnych (z wyjątkiem oleju roślinnego) i wieloskładnikowych produktów spożywczych*

D.2.5.1. Produkty pochodne (inne niż olej roślinny) składające się z bardzo drobnych cząstek, tzn. mąka, masło orzechowe (jednorodny rozkład zanieczyszczenia aflatoksyną)

— Liczba próbek pierwotnych: 100; w przypadku partii o masie mniejszej niż 50 ton pobiera się od 10 do 100 próbek pierwotnych w zależności od masy partii (zob. tabela 3).

Tabela 3

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w zależności od masy partii

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 1	10	1
> 1 – ≤ 3	20	2
> 3 – ≤ 10	40	4
> 10 – ≤ 20	60	6
> 20 – ≤ 50	100	10

— Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów. W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

— Masa próbki zbiorczej = 1–10 kg, która to ilość jest dostatecznie dobrze wymieszana.

D.2.5.2. Produkty pochodne składające się ze stosunkowo dużych cząstek (niejednorodny rozkład zanieczyszczenia aflatoksyną)

Zasady pobierania próbek i przyjęcia są takie same, jak w przypadku orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych (D.2.3 i D.2.4).

D.2.6. *Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej*

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobiera się w miarę możliwości zgodnie z przepisami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować inne skuteczne metody pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej, pod warunkiem że gwarantują one uzyskanie próbki zbiorczej, która jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, szczegółowo opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

D.2.7. *Szczególna metoda pobierania próbek orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli, orzechów z drzew orzechowych i produktów pochodnych oferowanych do sprzedaży w opakowaniach próżniowych*

D.2.7.1. Pistacje, orzechy arachidowe (orzeszki ziemne) i orzechy brazylijskie

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 15 ton pobiera się co najmniej 50 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 20 kg, a w przypadku

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że niemożliwe jest uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

partii o masie mniejszej niż 15 ton pobiera się 50 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 2, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 2).

D.2.7.2. Pestki moreli, orzechy z drzew orzechowych inne niż pistacje i orzechy brazylijskie, inne nasiona oleiste

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 15 ton pobiera się co najmniej 25 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 20 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 15 ton pobiera się 25 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 2, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 2).

D.2.7.3. Produkty pochodne z orzechów z drzew orzechowych, pestek moreli i orzechów składające się z drobnych cząstek

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 50 ton pobiera się co najmniej 25 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 10 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 50 ton pobiera się 25 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 3, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 3).

D.2.8. *Przyjęcie partii lub podpartii*

W przypadku orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych poddanych sortowaniu lub innej obróbce fizycznej:

— przyjęcie, jeżeli próbka zbiorcza lub średnia próbek laboratoryjnych nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka zbiorcza lub średnia próbek laboratoryjnych przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

W przypadku orzechów arachidowych (orzeszków ziemnych), innych nasion oleistych, pestek moreli i orzechów z drzew orzechowych przeznaczonych do bezpośredniego spożycia przez ludzi:

— przyjęcie, jeżeli żadna próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli obie próbki laboratoryjne przekraczają ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

W przypadkach, w których masa próbki zbiorczej wynosi 12 kg lub mniej:

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

▼B

E. METODA POBIERANIA PRÓBEK PRZYPRAW

▼M2

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla ochratoksyny A, aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn w przyprawach z wyjątkiem przypraw o cząstkach stosunkowo dużej wielkości (niejednorodne rozmieszczenie zanieczyszczenia mikotoksynami).

▼B

E.1. **Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów, o ile nie określono inaczej w niniejszej części E załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 100 gramów daje to próbki zbiorcze o masie większej niż 10 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele większa niż 100 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobieranych jest 100 gramów jako próbka pierwotna. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach gdy zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do wystąpienia nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy produkt o znacznej wartości oferowany jest w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbka zbiorcza może zostać uzyskana poprzez połączenie × próbek pierwotnych, gdzie × jest liczbą mniejszą niż liczba określona w tabelach 1 i 2, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej odpowiada wymaganej masie próbki zbiorczej, określonej w tabelach 1 i 2.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 100 gramów, a różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 10 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest o wiele mniejsza niż 100 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, gdzie, na ile to jest możliwe, masa tak pobranej próbki pierwotnej zbliżona jest do 100 gramów.

E.2. **Ogólne zasady pobierania próbek przypraw**

Tabela 1

Podział partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Artykuł spożywczy	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Przyprawy	≥ 15	25 ton	100	10
	< 15	—	5–100 (*)	0,5–10

(*) W zależności od masy partii – patrz tabela 2 niniejszej części niniejszego załącznika.

E.3. **Metoda pobierania próbek przypraw (partie 15 ton)**

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każda partia dzielona jest na podpartie, zgodnie z zasadami określonymi w tabeli 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może być większa niż masa partii o nie więcej niż 20 %.

— Próbki pobierane są z każdej podpartii oddzielnie.

— Liczba próbek pierwotnych: 100. Masa próbki zbiorczej = 10 kg.

— Jeżeli zastosowanie metody pobierania próbek określonej powyżej nie jest możliwe ze względu na wystąpienie nieakceptowalnych konsekwencji handlowych, będących następstwem uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można

▼B

zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona możliwie jak najbardziej reprezentatywna, w pełni opisana i udokumentowana.

E.4. **Metoda pobierania próbek przypraw (partie < 15 ton)**

W przypadku partii przypraw korzennych o masie mniejszej niż 15 ton zastosowanie ma plan pobierania próbek przewidujący pobranie od 5 do 100 próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie od 0,5 do 10 kg.

Wartości określone w tabeli 2 mogą zostać wykorzystane do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w zależności od masy partii przypraw korzennych

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01–≤ 0,1	10	1
> 0,1–≤ 0,2	15	1,5
> 0,2–≤ 0,5	20	2
> 0,5–≤ 1,0	30	3
> 1,0–≤ 2,0	40	4
> 2,0–≤ 5,0	60	6
> 5,0–≤ 10,0	80	8
> 10,0–≤ 15,0	100	10

E.5. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona uzyskanie próbki zbiorczej, która jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, jest w pełni opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 0,5 kg ([1]).

E.6. **Szczególna metoda pobierania próbek przypraw oferowanych do sprzedaży w opakowaniach próżniowych**

W przypadku partii o masie równej lub większej niż 15 ton pobieranych jest co najmniej 25 próbek pierwotnych, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie 10 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 15 ton pobieranych jest × próbek pierwotnych, gdzie × jest liczbą równą 25 % liczby określonej w tabeli 2, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobierane są próbki (patrz tabela 2).

E.7. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru.

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o masie 0,5 kg nie jest możliwe, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 0,5 kg.

▼B

F. METODA POBIERANIA PRÓBEK MLEKA I PRZETWORÓW MLECZNYCH; PREPARATÓW DO POCZĄTKOWEGO ŻYWIENIA NIEMOWLĄT I PREPARATÓW DO DALSZEGO ŻYWIENIA NIEMOWLĄT, W TYM MLEKA DO POCZĄTKOWEGO ŻYWIENIA NIEMOWLĄT I MLEKA DO DALSZEGO ŻYWIENIA NIEMOWLĄT

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla aflatoksyny M1 w mleku i przetworach mlecznych, a także w preparatach do początkowego żywienia niemowląt i preparatach do dalszego żywienia niemowląt, w tym w mleku do początkowego żywienia niemowląt i w mleku do dalszego żywienia niemowląt, a także w dietetycznych środkach spożywczych (mleku i przetworach mlecznych) specjalnego przeznaczenia medycznego, przeznaczonych szczególnie dla niemowląt.

F.1. **Metoda pobierania próbek mleka, przetworów mlecznych, preparatów dla niemowląt i preparatów pochodnych, w tym mleka dla niemowląt i mleka pochodnego**

Masa próbki zbiorczej wynosi co najmniej 1 kg lub 1 litr, z wyjątkiem przypadków gdy nie jest to możliwe, np. gdy próbkę stanowi jedna butelka.

Najmniejszą liczbę próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, określa tabela 1. Określona liczba próbek pierwotnych zależy od formy wprowadzenia produktu na rynek. W przypadku produktów płynnych luzem partia jest dokładnie mieszana, w zakresie, w jakim to jest możliwe i w jakim nie wpływa na jakość produktu, ręcznie lub mechanicznie, bezpośrednio przed pobraniem próbek. W takim przypadku można założyć jednorodne rozmieszczenie aflatoksyny M1. A zatem w celu uzyskania próbki zbiorczej z takiej partii wystarczy pobrać trzy próbki pierwotne.

Próbki pierwotne, które często mogą mieć formę butelki lub opakowania, mają podobną masę. Masa próbki pierwotnej wynosi co najmniej 100 gramów, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie co najmniej 1 kg lub o objętości co najmniej 1 litra. Odstąpienie od tej metody odnotowywane jest w protokole, o którym mowa w pkt A.3.8 załącznika I.

Tabela 1

Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii

Forma wprowadzania na rynek	Objętość lub masa partii (w litrach lub kg)	Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać	Najmniejsza objętość lub masa próbki zbiorczej (w litrach lub kg)
Luzem	—	3–5	1
W butelkach/opakowaniach	≤ 50	3	1
W butelkach/opakowaniach	50–500	5	1
W butelkach/opakowaniach	> 500	10	1

F.2. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki środków spożywczych pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I.

▼B

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, iż próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, w pełni opisana i udokumentowana ([1]).

F.3. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru (lub decyzyjnej wartości granicznej – patrz załącznik II, pkt 4.4),

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru (lub decyzyjną wartość graniczną – patrz załącznik II, pkt 4.4).

▼M1

G. METODA POBIERANIA PRÓBEK KAWY, PRODUKTÓW Z KAWY, KORZENIA LUKRECJI I EKSTRAKTU Z LUKRECJI

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla ochratoksyny A w kawie palonej ziarnistej, kawie palonej mielonej, kawie rozpuszczalnej, korzeniu lukrecji i ekstrakcie z lukrecji.

G.1. **Masa próbki pierwotnej**

Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów, o ile nie określono inaczej w niniejszej części G załącznika I.

W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej.

W przypadku opakowań do sprzedaży detalicznej o masie większej niż 100 gramów uzyskuje się próbki zbiorcze o masie przekraczającej 10 kg. Jeżeli masa pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej znacznie przekracza 100 gramów, z każdego pojedynczego opakowania do sprzedaży detalicznej pobiera się 100 gramów jako próbkę pierwotną. Ta czynność może zostać wykonana w czasie pobierania próbek lub w laboratorium. Jednakże w przypadkach, w których zastosowanie takiej metody pobierania próbek doprowadziłoby do niedopuszczalnych konsekwencji handlowych w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), możliwe jest zastosowanie alternatywnej metody pobierania próbek. Przykładowo, w przypadku gdy produkt o znacznej wartości oferowany jest w opakowaniach do sprzedaży detalicznej o masie 500 gramów lub 1 kg, próbkę zbiorczą można uzyskać poprzez połączenie pewnej liczby próbek pierwotnych, która jest mniejsza niż liczba podana w tabelach 1 i 2, pod warunkiem że masa próbki zbiorczej jest równa wymaganej masie próbki zbiorczej podanej w tabelach 1 i 2.

W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest mniejsza niż 100 gramów i różnica nie jest zbyt duża, jedno opakowanie do sprzedaży detalicznej uważane jest za jedną próbkę pierwotną, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie mniejszej niż 10 kg. W przypadku gdy masa opakowania do sprzedaży detalicznej jest znacznie mniejsza niż 100 gramów, próbka pierwotna składa się z dwóch lub większej liczby takich opakowań, w wyniku czego masa tak pobranej próbki pierwotnej jest jak najbardziej zbliżona do 100 gramów.

G.2. **Ogólne zasady pobierania próbek kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji**

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg nie jest możliwe, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

Tabela 1

Dzielenie partii na podpartie w zależności od rodzaju produktu i masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
Kawa palona ziarnista, kawa palona mielona, kawa rozpuszczalna, korzeń lukrecji i ekstrakt z lukrecji	≥ 15	15–30 ton	100	10
	< 15	—	10–100 (*)	1–10

(*) W zależności od masy partii – zob. tabela 2 w niniejszej części niniejszego załącznika.

G.3. **Metoda pobierania próbek kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji (partie ≥ 15 ton)**

— Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, każdą partię dzieli się na podpartie zgodnie z tabelą 1. Biorąc pod uwagę, że nie zawsze masa partii jest dokładną wielokrotnością masy podpartii, masa podpartii może przekraczać podaną masę najwyżej o 20 %.

— Próbki pobiera się z każdej podpartii oddzielnie.

— Liczba próbek pierwotnych: 100.

— Masa próbki zbiorczej = 10 kg.

— Jeżeli zastosowanie opisanej powyżej metody pobierania próbek nie jest możliwe ze względu na niedopuszczalne konsekwencje handlowe w następstwie uszkodzenia partii (ze względu na formy opakowań, środki transportu itp.), można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek, pod warunkiem że jest ona w jak największym stopniu reprezentatywna, szczegółowo opisana i udokumentowana.

G.4. **Metoda pobierania próbek kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji (partie < 15 ton)**

W przypadku partii kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji o masie mniejszej niż 15 ton stosuje się plan pobierania próbek przewidujący pobranie od 10 do 100 próbek pierwotnych, w zależności od masy partii, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie od 1 do 10 kg

Do ustalenia liczby próbek pierwotnych, które należy pobrać, można wykorzystać wartości podane w tabeli.

Tabela 2

Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, w zależności od masy partii kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 – ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 – ≤ 0,5	20	2
> 0,5 – ≤ 1,0	30	3
> 1,0 – ≤ 2,0	40	4
> 2,0 – ≤ 5,0	60	6

▼M1

Masa partii (w tonach)	Liczba próbek pierwotnych	Masa próbki zbiorczej (w kg)
> 5,0 – ≤ 10,0	80	8
> 10,0 – ≤ 15,0	100	10

G.5. **Metoda pobierania próbek kawy palonej ziarnistej, kawy palonej mielonej, kawy rozpuszczalnej, korzenia lukrecji i ekstraktu z lukrecji oferowanych do sprzedaży w opakowaniach próżniowych**

W przypadku partii o masie nie mniejszej niż 15 ton pobiera się co najmniej 25 próbek pierwotnych, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie 10 kg, a w przypadku partii o masie mniejszej niż 15 ton pobiera się 25 % liczby próbek pierwotnych podanej w tabeli 2, co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie proporcjonalnej do masy partii, z której pobiera się próbki (zob. tabela 2).

G.6. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobiera się w miarę możliwości zgodnie z przepisami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować inną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej, pod warunkiem że gwarantuje ona uzyskanie próbki zbiorczej, która jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, jest szczegółowo opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

G.7. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

▼B

H. METODA POBIERANIA PRÓBEK SOKU OWOCOWEGO, W TYM SOKU WINOGRONOWEGO, MOSZCZU WINOGRONOWEGO, CYDRU I WINA

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla:

— ochratoksyny A w winie, soku z winogron i moszczu winogronowym, a także

— patuliny w sokach owocowych, nektarach owocowych, napojach alkoholowych, cydrze i innych napojach fermentowanych uzyskanych z jabłek lub zawierających sok jabłkowy.

H.1. **Metoda pobierania próbek**

Objętość próbki zbiorczej wynosi co najmniej 1 litr, z wyjątkiem przypadków gdy nie jest to możliwe, np. gdy próbkę stanowi jedna butelka.

Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, określona jest w tabeli 1. Określona liczba próbek pierwotnych zależy od formy wprowadzenia produktu na rynek. W przypadku produktów płynnych luzem partia jest dokładnie mieszana, w zakresie, w jakim to

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że niemożliwe jest uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼B

jest możliwe i w jakim nie wpływa na jakość produktu, ręcznie lub mechanicznie bezpośrednio przed pobraniem próbek. W takim przypadku można założyć, że rozmieszczenie ochratoksyny A i patuliny w danej partii jest jednorodne. A zatem w celu uzyskania próbki zbiorczej z takiej partii wystarczy pobrać trzy próbki pierwotne.

Próbki pierwotne mogące często mieć formę butelki lub opakowania mają podobną masę. Masa próbki pierwotnej wynosi co najmniej 100 gramów, dając w wyniku próbkę zbiorczą o objętości co najmniej około 1 litra. Odstąpienie od tej metody odnotowywane jest w protokole, o którym mowa w pkt A.3.8 załącznika I.

Tabela 1

Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii

Forma wprowadzania na rynek	Objętość partii (w litrach)	Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać	Najmniejsza objętość próbki zbiorczej (w litrach)
Luzem (soki owocowe, napoje alkoholowe, cydr, wino)	—	3	1
W butelkach/opakowaniach (soki owocowe, napoje alkoholowe, cydr)	≤ 50	3	1
W butelkach/opakowaniach (soki owocowe, napoje alkoholowe, cydr)	50–500	5	1
W butelkach/opakowaniach (soki owocowe, napoje alkoholowe, cydr)	> 500	10	1
W butelkach/opakowaniach (wino)	≤ 50	1	1
W butelkach/opakowaniach (wino)	50–500	2	1
W butelkach/opakowaniach (wino)	> 500	3	1

H.2. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki środków spożywczych pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I ([1]).

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, że próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, w pełni opisana i udokumentowana.

H.3. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru.

▼M2

I. METODA POBIERANIA PRÓBEK PRODUKTÓW Z JABŁEK W POSTACI STAŁEJ

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla patuliny w produktach z jabłek w postaci stałej oraz produktach z jabłek w postaci stałej dla niemowląt i małych dzieci.

▼B

I.1. **Metoda pobierania próbek**

Masa próbki zbiorczej wynosi co najmniej 1 kg, z wyjątkiem przypadków gdy jest to niemożliwe, np. pobierania próbek z jednego opakowania.

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o objętości 1 litra nie jest możliwe, objętość próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 litr.

▼B

Najmniejszą liczbę próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, określa tabela 1. ►M2 ———————— ◄

Próbki pierwotne mają podobną masę. Masa próbki pierwotnej wynosi co najmniej 100 gramów, dając w wyniku próbkę zbiorczą o masie co najmniej 1 kg. Odstąpienie od tej metody odnotowywane jest w protokole, o którym mowa w pkt A.3.8 załącznika I.

Tabela 1

Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii

Masa partii (w kg)	Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, którą należy pobrać	Masa próbki zbiorczej (w kg)
< 50	3	1
50–500	5	1
> 500	10	1

Jeżeli partia składa się z opakowań jednostkowych, liczba opakowań, które należy pobrać w celu uzyskania próbki zbiorczej, określona jest w tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań (próbek pierwotnych), które należy pobrać w celu uzyskania próbki zbiorczej, jeżeli partia składa się z opakowań jednostkowych

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba opakowań lub jednostek, które należy pobrać	Masa próbki zbiorczej (w kg)
1–25	1 opakowanie lub jednostka	1
26–100	około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki	1
> 100	około 5 %, maksymalnie 10 opakowań lub jednostek	1

I.2. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki środków spożywczych pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, że próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, w pełni opisana i udokumentowana ([1]).

I.3. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając niepewność pomiaru i poprawkę na odzysk,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając niepewność pomiaru i poprawkę na odzysk.

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg nie jest możliwe, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼B

J. METODA POBIERANIA PRÓBEK ŻYWNOŚCI DLA NIEMOWLĄT I PRZETWORZONEJ ŻYWNOŚCI NA BAZIE ZBÓŻ DLA NIEMOWLĄT I MAŁYCH DZIECI

Niniejsza metoda pobierania próbek ma zastosowanie do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustalonych:

— dla aflatoksyn, ochratoksyny A i toksyn *Fusarium* w żywności dla niemowląt i przetworzonej żywności na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci,

— dla aflatoksyn i ochratoksyny A w dietetycznych środkach spożywczych specjalnego przeznaczenia medycznego (innych niż mleko i przetwory mleczne), przeznaczonych szczególnie dla niemowląt, i

— dla patuliny w żywności dla niemowląt innej niż przetworzona żywność na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci. Do celów kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla patuliny w soku jabłkowym i produktach z jabłek w postaci stałej dla niemowląt i małych dzieci zastosowanie ma metoda pobierania próbek określona w części I załącznika I.

J.1. **Metoda pobierania próbek**

— W przypadku żywności przeznaczonej dla niemowląt i małych dzieci zastosowanie ma metoda pobierania próbek zboża i produktów zbożowych określona w pkt B.4 załącznika I. Odpowiednio, liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, zależy od masy partii, przy czym co najmniej 10 i maksymalnie 100, zgodnie z tabelą 2, przedstawioną w pkt B.4 załącznika I. W przypadku bardzo małych partii (≤ 0,5 tony) dopuszczalne jest pobranie mniejszej liczby próbek pierwotnych, ale masa próbki zbiorczej stanowiącej połączenie wszystkich próbek pierwotnych wynosi w takim przypadku również co najmniej 1 kg.

— Masa próbki pierwotnej wynosi około 100 gramów. W przypadku partii w opakowaniach do sprzedaży detalicznej masa próbki pierwotnej zależy od masy opakowania do sprzedaży detalicznej, a w przypadku bardzo małych partii (≤ 0,5 ton) próbki pierwotne mają masę taką, że połączenie ich daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie co najmniej 1 kg. Odstąpienie od tej metody odnotowywane jest w protokole, o którym mowa w pkt A.3.8.

— Masa próbki zbiorczej = 1–10 kg, dostatecznie zmieszanych.

J.2. **Pobieranie próbek na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki środków spożywczych pobierane są w miarę możliwości zgodnie z zasadami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować alternatywną metodę pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej pod warunkiem, że gwarantuje ona, że próbka zbiorcza jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, z której pobierane są próbki, w pełni opisana i udokumentowana ([1]).

J.3. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza najwyższy dopuszczalny poziom, ponad uzasadnioną wątpliwość, uwzględniając poprawkę na odzysk i niepewność pomiaru.

▼M1

K. METODY POBIERANIA PRÓBEK OLEJÓW ROŚLINNYCH

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla mikotoksyn, w szczególności dla aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn i zearalenonu w olejach roślinnych.

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg nie jest możliwe, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

K.1. **Metody pobierania próbek olejów roślinnych**

— Masa próbki pierwotnej musi wynosić co najmniej około 100 gramów (ml) (w zależności od rodzaju partii, np. gdy olej roślinny dostarczony jest luzem, należy pobrać co najmniej 3 próbki pierwotne o objętości około 350 ml), co daje w wyniku próbkę zbiorczą o masie przynajmniej 1 kg (litra).

— Najmniejszą liczbę próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii, podano w tabeli 1. Partia jest możliwie jak najdokładniej mieszana ręcznie lub mechanicznie bezpośrednio przed pobraniem próbek. W takim przypadku można założyć jednorodne rozmieszczenie aflatoksyny w obrębie danej partii, w związku z tym z partii wystarczy pobrać trzy próbki pierwotne, aby utworzyć próbkę zbiorczą.

Tabela 1

Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać z partii

Forma wprowadzania na rynek	Masa partii (w kg) Objętość partii (w litrach)	Najmniejsza liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać
Luzem (*)	—	3
w opakowaniach	≤ 50	3
w opakowaniach	> 50 do 500	5
w opakowaniach	> 500	10

(*) Pod warunkiem że fizyczne wyodrębnienie poszczególnych podpartii jest możliwe, duże partie olejów roślinnych luzem dzieli się na podpartie, zgodnie z przepisami określonymi w tabeli 2 w niniejszej części.

Tabela 2

Dzielenie partii na podpartie w zależności od masy partii

Rodzaj produktu	Masa partii (w tonach)	Masa lub liczba podpartii	Najmniejsza liczba próbek pierwotnych	Najmniejsza masa próbki zbiorczej (w kg)
Oleje roślinne	≥ 1 500	500 ton	3	1
	> 300 i < 1 500	3 podpartie	3	1
	≥ 50 i ≤ 300	100 ton	3	1
	< 50	—	3	1

K.2. **Metody pobierania próbek olejów roślinnych na etapie sprzedaży detalicznej**

Na etapie sprzedaży detalicznej próbki pobiera się w miarę możliwości zgodnie z przepisami określonymi w niniejszej części załącznika I.

W przypadku gdy nie jest to możliwe, można zastosować inne skuteczne metody pobierania próbek na etapie sprzedaży detalicznej, pod warunkiem że gwarantują one uzyskanie próbki zbiorczej, która jest dostatecznie reprezentatywna dla partii, szczegółowo opisana i udokumentowana. W każdym przypadku próbka zbiorcza musi mieć masę co najmniej 1 kg ([1]).

([1]) W przypadku gdy część, z której należy pobrać próbki, jest tak mała, że niemożliwe jest uzyskanie próbki zbiorczej o masie 1 kg, masa próbki zbiorczej może być mniejsza niż 1 kg.

▼M1

K.3. **Przyjęcie partii lub podpartii**

— przyjęcie, jeżeli próbka laboratoryjna nie przekracza najwyższego dopuszczalnego poziomu, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru,

— odrzucenie, jeżeli próbka laboratoryjna przekracza ponad wszelką wątpliwość najwyższy dopuszczalny poziom, przy uwzględnieniu poprawki na odzysk i niepewność pomiaru.

▼M2

L. METODA POBIERANIA PRÓBEK W PRZYPADKU BARDZO DUŻYCH PARTII LUB PARTII SKŁADOWANYCH LUB TRANSPORTOWANYCH W SPOSÓB POWODUJĄCY, ŻE POBIERANIE PRÓBEK Z CAŁEJ PARTII NIE JEST MOŻLIWE

L.1. **Zasady ogólne**

Jeżeli sposób transportu lub składowania partii nie pozwala na pobieranie próbek pierwotnych z całej partii, próbki powinny w miarę możliwości być pobierane z partii będącej w ruchu (dynamiczne pobieranie próbek).

W przypadku dużych magazynów przeznaczonych do składowania żywności podmioty należy zachęcać do instalowania w takich magazynach sprzętu umożliwiającego (automatyczne) pobieranie próbek z całej składowanej partii.

Jeżeli stosuje się procedury pobierania próbek przewidziane w niniejszej części L, o procedurze pobierania próbek poinformować należy podmiot prowadzący przedsiębiorstwo spożywcze lub jego przedstawiciela. Jeżeli podmiot prowadzący przedsiębiorstwo spożywcze lub jego przedstawiciel kwestionują tę procedurę, umożliwiają oni właściwemu organowi pobieranie próbek w całej partii na koszt podmiotu lub jego przedstawiciela.

Pobieranie próbek z części partii jest dozwolone, pod warunkiem że wielkość objętej próbą części wynosi co najmniej 10 % partii, która ma zostać objęta próbą. Jeżeli pobrano próbki z części partii żywności tej samej klasy lub o takim samym opisie i stwierdzono, że część ta nie spełnia wymogów unijnych, domniemywa się, że dotyczy to całej partii, chyba że z dalszej szczegółowej oceny nie wynikają żadne dowody na to, że pozostała część partii jest niezadowalająca.

Odpowiednie przepisy, takie jak przepisy dotyczące masy próbki pierwotnej, zawarte w innych częściach niniejszego załącznika stosuje się do pobierania próbek w przypadku bardzo dużych partii lub partii składowanych lub transportowanych w sposób powodujący, że pobieranie próbek z całej partii nie jest możliwe.

L.2. **Liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać w przypadku bardzo dużych partii**

W przypadku dużych objętych próbą części (> 500 ton) liczba próbek pierwotnych, które należy pobrać, wynosi 100 próbek pierwotnych + √ ton. W przypadku partii mniejszej niż 1 500 ton, która może zostać podzielona na podpartie zgodnie z częścią B tabela 1, oraz pod warunkiem że podpartie te można oddzielić fizycznie, musi jednak zostać pobrana liczba próbek pierwotnych przewidziana w części B.

L.3. **Duże partie transportowane statkiem**

L.3.1. *Dynamiczne pobieranie próbek z dużych partii transportowanych statkiem*

Próbki z dużych partiach na statkach powinny być w miarę możliwości pobierane, gdy produkt jest w ruchu (dynamiczne pobieranie próbek).

Próbki pobiera się w podziale na ładownie (jednostki, które można fizycznie rozdzielić). Ładownie są jednak opróżniane częściowo jedna po drugiej, co powoduje, że początkowy podział fizyczny nie występuje po przeniesieniu do miejsca składowania. Próbki można zatem pobierać na podstawie początkowego podziału fizycznego lub na podstawie podziału po przeniesieniu do miejsca składowania.

▼M2

Rozładunek statku może trwać kilka dni. Próbki należy zazwyczaj pobierać w regularnych odstępach czasu podczas całego rozładunku. Obecność urzędowego inspektora przy pobieraniu próbek nie zawsze jest jednak możliwa lub właściwa podczas całego rozładunku. Dlatego zezwala się na pobieranie próbek z części partii (część objęta próbą). Liczbę próbek pierwotnych określa się poprzez uwzględnienie wielkości części objętej próbą.

Nawet jeżeli urzędowa próbka jest pobierana automatycznie, obecność inspektora jest konieczna. Jeżeli próbki pobierane są jednak automatycznie według uprzednio ustalonych parametrów, których nie można zmienić w trakcie procesu pobierania próbek, zaś próbki pierwotne zbierane są do zapieczętowanego pojemnika, co wyklucza wszelką możliwość oszustwa, wówczas obecność inspektora jest wymagana tylko na początku pobierania próbek, przy każdej zmianie pojemnika na próbki i na końcu pobierania próbek.

L.3.2. *Statyczne pobieranie próbek z partii transportowanych statkiem*

W przypadkach gdy pobieranie próbek odbywa się w sposób statyczny, należy zastosować procedurę przewidzianą dla miejsc składowania (silosów) dostępnych od góry (zob. pkt L.5.1).

Próbki muszą być pobierane z dostępnej części partii/ładowni (od góry). Liczbę próbek pierwotnych określa się poprzez uwzględnienie wielkości części objętej próbą.

L.4. **Pobieranie próbek z dużych partii składowanych w magazynach**

Próbki muszą być pobierane z dostępnej części partii. Liczbę próbek pierwotnych określa się poprzez uwzględnienie wielkości części objętej próbą.

L.5. **Pobieranie próbek z miejsc składowania (silosów)**

L.5.1. *Pobieranie próbek z silosów (łatwo) dostępnych od góry*

Próbki muszą być pobierane z dostępnej części partii. Liczbę próbek pierwotnych określa się poprzez uwzględnienie wielkości części objętej próbą.

L.5.2. *Pobieranie próbek z silosów niedostępnych od góry (silosów zamkniętych)*

L.5.2.1. Silosy niedostępne od góry (zamknięte) o wielkości > 100 ton

Pobieranie próbek żywności składowanej w takich silosach nie może odbywać się w sposób statyczny. Jeżeli z paszy składowanej w silosie muszą zostać pobrane próbki i nie ma możliwości jej przeniesienia, należy uzgodnić z podmiotem, że poinformuje on inspektora o tym, kiedy będzie miał miejsce częściowy lub całkowity rozładunek silosu, aby umożliwić pobranie próbek żywności będącej w ruchu.

L.5.2.2. Silosy niedostępne od góry (zamknięte) o wielkości < 100 ton

W przeciwieństwie do przepisów w pkt L.1 (kontrolowana część równa co najmniej 10 %) procedura pobierania próbek polega na umieszczeniu 50–100 kg w pojemniku i pobraniu z niego próbki. Wielkość próbki zbiorczej odpowiada wielkości całej partii, a liczba próbek pierwotnych odpowiada ilości żywności pobranej z silosu do pojemnika w celu pobrania próbek.

L.6. **Pobieranie próbek z żywności luzem w dużych zamkniętych pojemnikach**

Próbki z takich partii mogą być pobierane jedynie po rozładunku. W niektórych przypadkach rozładunek w miejscu przywozu lub kontroli nie jest możliwy, w związku z czym próbki powinny zostać pobrane w momencie rozładunku takich pojemników. Podmiot musi poinformować inspektora o miejscu i czasie rozładunku pojemników.

▼**M2**

M. METODA POBIERANIA PRÓBEK Z SUPLEMENTÓW ŻYWNOŚCIOWYCH NA BAZIE RYŻU PODDANEGO FERMENTACJI GRZYBAMI *MONASCUS PURPUREUS*

Niniejszą metodę pobierania próbek stosuje się do celów urzędowej kontroli najwyższych dopuszczalnych poziomów ustanowionych dla cytryniny w suplementach żywnościowych na bazie ryżu poddanego fermentacji grzybami *Monascus purpureus*.

Procedura pobierania próbek i wielkość próbki

Procedura pobierania próbek opiera się na założeniu, że suplementy żywnościowe na bazie ryżu poddanego fermentacji grzybami *Monascus purpureus* są wprowadzane do obrotu w opakowaniach detalicznych zawierających zwykle po 30–120 kapsułek.

Wielkość partii (liczba opakowań detalicznych)	Liczba opakowań detalicznych, które mają zostać skontrolowane	Wielkość próbki
1–50	1	Wszystkie kapsułki
51–250	2	Wszystkie kapsułki
251–1 000	4	Z każdego objętego próbą opakowania detalicznego połowa kapsułek
> 1 000	4 + 1 opakowań detalicznych na 1 000 opakowań detalicznych, przy czym maksymalnie 25 opakowań detalicznych	≤ 10 opakowań detalicznych: z każdego opakowania detalicznego połowa kapsułek > 10 opakowań detalicznych: z każdego opakowania detalicznego pobiera się równą liczbę kapsułek, tak aby uzyskać próbkę równoważną zawartości 5 opakowań detalicznych

▼B

ZAŁĄCZNIK II

KRYTERIA PRZYGOTOWYWANIA PRÓBEK I METOD ANALIZY STOSOWANYCH DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW MIKOTOKSYN W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH

1. WPROWADZENIE

1.1. **Środki ostrożności**

Ponieważ na ogół rozmieszczenie mikotoksyn jest niejednorodne, próbki są przygotowywane i specjalnie homogenizowane, ze szczególną starannością.

W przypadku gdy homogenizacja dokonywana jest przez laboratorium, cała próbka otrzymana przez laboratorium jest homogenizowana.

W przypadku analizy aflatoksyn w trakcie wykonywania wszystkich czynności procedury należy, na ile jest to możliwe, unikać światła dziennego, ponieważ pod wpływem promieni ultrafioletowych aflatoksyny ulegają stopniowemu rozkładowi.

1.2. **Obliczanie stosunku łupiny do jądra całych orzechów**

Najwyższe dopuszczalne poziomy aflatoksyn, ustalone w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001 mają zastosowanie do części jadalnej. Poziom aflatoksyn w części jadalnej może zostać oznaczony w następujący sposób:

— próbki orzechów „w łupinach” mogą zostać pozbawione łupin, a poziom aflatoksyn może zostać oznaczony w części jadalnej,

— orzechy „w łupinach” mogą zostać poddane procedurze przygotowywania próbki. Metoda pobierania próbek i analizy obejmuje oszacowanie masy jądra orzecha w próbce zbiorczej. Masa jądra orzecha w próbce zbiorczej jest szacowana po ustaleniu odpowiedniego współczynnika stosunku łupiny orzecha do jądra orzecha w całych orzechach. Wartość tego stosunku wykorzystywana jest do ustalenia masy jądra w próbce luzem, która została poddana procedurom przygotowywania i analizy próbki.

Około 100 orzechów całych pobieranych jest oddzielnie, losowo z partii lub odkładanych jest na bok z każdej próbki zbiorczej. W przypadku każdej próbki laboratoryjnej wartość tego stosunku może zostać określona poprzez zważenie orzechów całych, pozbawienie ich łupin i zważenie oddzielnie części składającej się z łupin i części składającej się z jąder.

Jednakże wartość stosunku łupiny do jądra może zostać ustalona przez laboratorium na podstawie szeregu próbek, a następnie przyjęta do celów dalszych prac analitycznych. W przypadku stwierdzenia, że dana próbka laboratoryjna przekracza dany poziom, wartość stosunku, o którym mowa zostaje ustalona dla tej próbki, przy wykorzystaniu około 100 orzechów, które zostały odłożone.

2. OBRÓBKA PRÓBKI OTRZYMANEJ PRZEZ LABORATORIUM

Każda próbka laboratoryjna jest drobno rozdrobniona i dokładnie mieszana w procesie, co do którego wykazano, że zapewnia uzyskanie pełnej homogenizacji.

W przypadku gdy najwyższy dopuszczalny poziom ma zastosowanie do suchej masy, zawartość produktu w suchej masie oznaczana jest na podstawie części próbki zhomogenizowanej, z zastosowaniem metody, co do której wykazano, że zapewnia dokładne oznaczenie zawartości w suchej masie.

3. KONTRPRÓBKI

Kontrpróbki do celów oznaczenia, handlu (obrona) i jako materiał odniesienia (arbitraż) pobiera się z materiału zhomogenizowanego, o ile nie jest to sprzeczne z przepisami państw członkowskich, dotyczącymi praw operatorów branży żywnościowej.

▼B

4. METODY ANALIZY, KTÓRE ZOBOWIĄZANE SĄ STOSOWAĆ LABORATORIA I WYMAGANIA WOBEC LABORATORIÓW KONTROLNYCH

4.1. **Definicje**

Poniżej przedstawione są najczęściej stosowane definicje, których stosowania należy wymagać od laboratoriów.

r = powtarzalność, wartość, której z określonym prawdopodobieństwem (zazwyczaj 95 %) nie powinna przekraczać różnica bezwzględna pomiędzy wynikami dwóch odrębnych oznaczeń, otrzymanymi w warunkach powtarzalności, tzn. tej samej próbki, tego samego wykonawcy, tej samej aparatury, tego samego laboratorium i krótkiego odstępu czasu $r = 2{,}8 \times s_r$.

s_r = odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności.

RSD_r = odchylenie standardowe względne, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$.

R = odtwarzalność, wartość, której z określonym prawdopodobieństwem (zazwyczaj 95 %) nie powinna przekraczać różnica bezwzględna pomiędzy wynikami pojedynczego badania, otrzymanymi w warunkach odtwarzalności, tzn. z tego samego materiału, przez wykonawców w różnych laboratoriach, z zastosowaniem znormalizowanej metody oznaczania; $R = 2.8 \times s_R$.

s_R = odchylenie standardowe, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności.

RSD_R = odchylenie standardowe względne, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwtarzalności $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

▼M2

4.2. **Wymagania ogólne**

Potwierdzające metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z przepisami pkt 1 i 2 załącznika III do rozporządzenia (WE) nr 882/2004.

4.3. **Wymagania szczególne**

4.3.1. *Wymagania szczególne dotyczące metod potwierdzających*

4.3.1.1. Kryteria skuteczności

Zaleca się, w miarę możliwości i dostępności, stosowanie w pełni zwalidowanych metod potwierdzających (tj. metod zwalidowanych w drodze badań międzylaboratoryjnych dla odpowiednich matryc). Dozwolone jest także stosowanie innych odpowiednich zwalidowanych metod potwierdzających (tj. metod zwalidowanych wewnętrznie na odpowiednich matrycach należących do danej grupy produktów), pod warunkiem że spełniają one kryteria skuteczności określone w poniższych tabelach.

W miarę możliwości walidacja metod zwalidowanych wewnętrznie obejmuje certyfikowany materiał odniesienia.

▼M2

a) kryteria skuteczności dla aflatoksyn

Kryterium	Zakres stężenia	Wartość zalecana	Najwyższa dopuszczalna wartość
Próba ślepa	Cały	Pomijalnie mała	—
Odzysk — aflatoksyna M1	0,01–0,05 µg/kg	60 do 120 %	
	> 0,05 µg/kg	70 do 110 %	
Odzysk — aflatoksyny B_1, B_2, G_1, G_2	< 1,0 µg/kg	50 do 120 %	
	1–10 µg/kg	70 do 110 %	
	> 10 µg/kg	80 do 110 %	
Odtwarzalność RSDR	Cały	Wynika z równania Horwitza (*) (**)	2 × wartość wynikająca z równania Horwitza (*) (**)

Powtarzalność RSDr można obliczyć jako 0,66 × odtwarzalność RSDR dla odpowiedniego stężenia.

Uwaga:

— wartości, które mają zastosowanie zarówno w odniesieniu do aflatoksyny B_1, jak i sumy aflatoksyn $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$

— jeżeli wymagane jest podanie sumy indywidualnych aflatoksyn $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$a, odpowiedź każdej z nich w systemie analitycznym musi być znana albo równoważna;

b) kryteria skuteczności dla ochratoksyny A

Poziom (w µg/kg)	Ochratoksyna A		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
< 1	≤ 40	≤ 60	50 do 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70 do 110

c) kryteria skuteczności dla patuliny

Poziom (w µg/kg)	Patulina		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
< 20	≤ 30	≤ 40	50 do 120
20–50	≤ 20	≤ 30	70 do 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 do 105

d) kryteria skuteczności dla deoksyniwalenolu

Poziom (w µg/kg)	Deoksyniwalenol		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
> 100 — ≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 do 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 do 120

▼M2

e) kryteria skuteczności dla zearalenonu

Poziom (w µg/kg)	Zearalenon		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 do 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 do 120

f) kryteria skuteczności osobno dla fumonizyny B_1 i B_2

Poziom (w µg/kg)	Fumonizyna B_1 i B_2 osobno		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 do 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 do 110

g) kryteria skuteczności osobno dla toksyny T-2 i HT-2

Poziom (w µg/kg)	Toksyna T-2 i HT-2 osobno		
	RSD_r (w %)	RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
15–250	≤ 30	≤ 50	60 do 130
> 250	≤ 25	≤ 40	60 do 130

h) kryteria skuteczności dla cytryniny

Poziom (w µg/kg)	Cytrynina			
	RSD_r (w %)	Zalecane RSD_R (w %)	Najwyższe dozwolone RSD_R (w %)	Odzysk (w %)
Cały	0,66 × RSD_R	Wynika z równania Horwitza (*) (**)	2 × wartość wynikająca z równania Horwitza (*) (**)	70 do 120

i) uwagi do kryteriów skuteczności dla mikotoksyn

— granica wykrywalności stosowanych metod nie jest podana jako wartość precyzji dla odpowiednich stężeń,

— wartość precyzji jest obliczana z równania Horwitza, w szczególności pierwotnego równania Horwitza (dla stężeń $1{,}2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0{,}138$) (*) i zmodyfikowanego równania Horwitza (dla stężeń $C < 1{,}2 \times 10^{-7}$) (**).

(*) Równanie Horwitza dla stężeń $1{,}2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0{,}138$:

$RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$

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

(**) Zmodyfikowane równanie Horwitza (*) dla stężeń $C < 1{,}2 \times 10^{-7}$:

$RSD_R = 22\ \%$

(Zob. *M. Thompson, Analyst, 2000, 125, s. 385–386*)

gdzie:

— RSD_R jest odchyleniem standardowym względnym, obliczonym na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności [(sR/) × 100],

— C jest stężeniem wyrażonym jako stosunek (np. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Jest to wzór na precyzję uogólnioną, którego wynik nie zależy ani od analitu, ani od matrycy, ale w przypadku większości rutynowych metod analizy zależy wyłącznie od stężenia.

▼M2

4.3.1.2. Podejście oceny adekwatności

W przypadku metod zwalidowanych wewnętrznie alternatywnie można zastosować podejście oceny adekwatności ([1]), aby ocenić ich przydatność do celów kontroli urzędowej. Metody nadające się do zastosowania w ramach urzędowej kontroli muszą cechować się niepewnością standardową (u) niższą od maksymalnej niepewności standardowej obliczonej przy wykorzystaniu poniższego wzoru:

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

gdzie:

— *Uf* jest maksymalną niepewnością standardową (w µg/kg),

— LOD jest granicą wykrywalności metody (w µg/kg),

— α jest stałą wartością liczbową, którą należy stosować w zależności od wartości C. Poszczególne wartości, które należy stosować podane są w tabeli poniżej,

— C jest stężeniem (w µg/kg).

Jeżeli dana metoda analityczna umożliwia otrzymanie wyników z niepewnością pomiaru mniejszą niż maksymalna niepewność standardowa, taką metodę należy uznać za równie odpowiednią, co metoda spełniająca kryteria skuteczności określone w pkt 4.3.1.1.

Tabela

Wartości liczbowe, które należy stosować dla α jako stałej we wzorze przedstawionym w niniejszym punkcie, w zależności od stężenia

C (w µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51–500	0,18
501–1 000	0,15
1 001–10 000	0,12
> 10 000	0,1

4.3.2. *Wymagania szczególne dotyczące półilościowych metod przesiewowych*

4.3.2.1. Zakres stosowania

Zakres stosowania odnosi się do metod bioanalitycznych opartych na rozpoznaniu immunologicznym lub wiązaniu z receptorem (np. test ELISA, testy paskowe, urządzenia „lateral flow", immunoczujniki) i metod fizykochemicznych opartych na chromatografii lub bezpośredniego wykrywania metodą spektrometrii mas (np. spektrometrii mas pod ciśnieniem atmosferycznym). Inne metody (np. chromatografia cienkowarstwowa) nie są wykluczone, pod warunkiem że generowane sygnały odnoszą się bezpośrednio do danych mikotoksyn i pozwalają na zastosowanie zasady opisanej poniżej.

Wymagania szczególne mają zastosowanie do metod, których wynikiem jest wartość numeryczna, np. (względna) odpowiedź z czytnika testu paskowego, sygnał z chromatografii cieczowej połączonej ze spektrometrią mas itp., oraz przy zastosowaniu normalnych zasad statystycznych.

Wymagania te nie mają zastosowania do metod, które nie dają wartości numerycznych (np. jedynie linię, która jest obecna albo nie) i wymagają innego podejścia do walidacji. Wymagania szczególne dotyczące tych metod są określone w pkt 4.3.3.

([1]) Zob. *M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, s. 471-478.*

▼M2

Niniejszy dokument opisuje procedury walidacji metod przesiewowych za pomocą walidacji międzylaboratoryjnej, kontroli skuteczności metody zwalidowanej za pomocą procedury międzylaboratoryjnej oraz walidacji metod przesiewowych przez jedno laboratorium.

4.3.2.2. Terminologia

Przesiewowe stężenie docelowe („screening target concentration” — STC): określone stężenie wykrycia mikotoksyn w próbce. Jeżeli celem jest zbadanie zgodności z przepisami, przesiewowe stężenie docelowe jest równe obowiązującemu najwyższemu dopuszczalnemu poziomowi. Do innych celów lub w przypadkach, gdy nie ustanowiono najwyższego dopuszczalnego poziomu, przesiewowe stężenie docelowe jest określane z góry przez laboratorium.

Metoda przesiewowa: oznacza metodę stosowaną do wyboru próbek o poziomach mikotoksyn z określoną pewnością przekraczających przesiewowe stężenie docelowe. Do celów badań przesiewowych mikotoksyn za adekwatną uznaje się pewność w wysokości 95 %. Wynik analizy przesiewowej jest „ujemny” lub „podejrzany”. Metody przesiewowe muszą pozwalać na oszczędną i wysoką przepustowość w zakresie badania próbek i zwiększać w ten sposób szansę wykrycia nowych incydentów o wysokim stopniu narażenia i ryzyku dla zdrowia konsumentów. Metody te opierają się na metodach bioanalitycznych, chromatografii cieczowej połączonej ze spektrometrią mas lub wysokosprawnej chromatografii cieczowej. Wyniki z próbek przekraczających wartość graniczną sprawdza się za pomocą pełnej ponownej analizy pierwotnej próbki z zastosowaniem metody potwierdzającej.

„Próbka ujemna” oznacza, że zawartość mikotoksyn w danej próbce jest < STC przy pewności wynoszącej 95 % (tj. istnieje 5 % prawdopodobieństwa, że próbki będą niewłaściwie zgłaszane jako ujemne).

„Próbka fałszywie ujemna” oznacza, że zawartość mikotoksyn w danej próbce jest > STC, ale została ona zidentyfikowana jako ujemna.

„Próbka podejrzana” (przesiew dodatni) oznacza, że próbka przekracza poziom graniczny (zob. poniżej) i może zawierać wyższy poziom mikotoksyn niż STC. Każdy podejrzany wynik powoduje zastosowanie analizy potwierdzającej w celu jednoznacznej identyfikacji i oznaczenia ilościowego mikotoksyny.

„Próbka fałszywie podejrzana” jest próbką ujemną, która została zidentyfikowana jako podejrzana.

„Metody potwierdzające” oznaczają metody, które dają pełne lub uzupełniające informacje umożliwiające identyfikację i oznaczenie ilościowe mikotoksyn w sposób jednoznaczny na poziomie zainteresowania.

Poziom graniczny: odpowiedź, sygnał lub stężenie uzyskane przy pomocy metody przesiewowej, powyżej którego próbka jest klasyfikowana jako „podejrzana”. Poziom graniczny jest określany podczas walidacji i uwzględnia zmienność pomiarów.

Próba kontrolna ujemna (matrycy zerowej): próbka, o której wiadomo, że jest wolna ([1]) od mikotoksyny, której ma dotyczyć badanie przesiewowe, np. na podstawie uprzedniego oznaczania przy użyciu metody potwierdzającej o wystarczającej czułości. Jeśli nie można uzyskać ślepej próby, można wykorzystać materiał o najniższym możliwym do uzyskania poziomie, o ile poziom ten pozwala na wyciągnięcie wniosku, że dana metoda przesiewowa jest adekwatna.

Próba kontrolna dodatnia: próbka zawierająca mikotoksynę w przesiewowym stężeniu docelowym, np. certyfikowany materiał odniesienia, materiał o znanej zawartości (np. badany materiał badania biegłości) lub materiał w inny sposób w wystarczającym stopniu scharakteryzowany przy pomocy metody potwierdzającej. W razie braku takich materiałów można wykorzystać mieszaninę próbek o różnych poziomach zanieczyszczenia lub próbkę wzbogaconą przygotowaną w laboratorium i w wystarczającym stopniu scharakteryzowaną, pod warunkiem że można dowieść, że poziom zanieczyszczenia został sprawdzony.

([1]) Próbki uznaje się za wolne od analitu, jeśli ilość obecna w próbce nie przekracza 1/5 STC. Jeżeli poziom może zostać oznaczony ilościowo przy zastosowaniu metody potwierdzającej, poziom ten musi zostać uwzględniony przy ocenie walidacji.

▼M2

4.3.2.3. Procedura walidacji

Celem walidacji jest wykazanie zgodności z przeznaczeniem metody przesiewowej. Robi się to poprzez określenie wartości granicznej oraz określenie odsetka wyników fałszywie ujemnych i fałszywie podejrzanych. W tych dwóch parametrach uwzględnione są parametry skuteczności, takie jak czułość, selektywność i precyzja.

Metody przesiewowe mogą być walidowane za pomocą walidacji międzylaboratoryjnej lub walidacji przez jedno laboratorium. Jeżeli dla określonej kombinacji mikotoksyna/matryca/STC dostępne są już dane dotyczące walidacji międzylaboratoryjnej, wystarczające jest zweryfikowanie skuteczności tej metody w laboratorium ją stosującym.

4.3.2.3.1. Wstępna walidacja przez jedno laboratorium

Mikotoksyny:

Walidację przeprowadza się dla każdej indywidualnej mikotoksyny objętej zakresem. W przypadku metod bioanalitycznych, które dają łączną odpowiedź dla pewnej grupy mikotoksyn (np. aflatoksyn B_1, B_2, G_1 i G_2; fumonizyn B_1 i B_2), należy wykazać ich zastosowanie oraz wspomnieć o ograniczeniach badania w zakresie metody. Uznaje się, że niepożądana reakcja krzyżowa (np. DON-3-glikozyd, 3- lub 15-acetylo-DON przy metodach immunologicznych w odniesieniu do DON) nie zwiększa odsetka wyników fałszywie ujemnych dla docelowych mikotoksyn, ale może zwiększać odsetek wyników fałszywie podejrzanych. Ten niepożądany wzrost można zmniejszyć przy pomocy analizy potwierdzającej w celu jednoznacznej identyfikacji i oznaczania ilościowego mikotoksyn.

Matryce:

Wstępną walidację należy przeprowadzić dla każdego produktu lub, jeżeli o danej metodzie wiadomo, że ma zastosowanie do wielu produktów, dla każdej grupy produktów. W tym drugim przypadku z danej grupy wybiera się jeden reprezentatywny i odpowiedni produkt.

Zestaw próbek:

Minimalna liczba różnych próbek wymaganych do walidacji wynosi 20 jednorodnych prób kontrolnych ujemnych i 20 jednorodnych prób kontrolnych dodatnich, które zawierają mikotoksynę w stężeniu STC, poddanych w warunkach precyzji pośredniej (RSD_{Ri}) analizie rozłożonej na 5 różnych dni. Do zestawu walidacyjnego można dodać dodatkowe zestawy 20 prób zawierających mikotoksynę na innych poziomach, aby dowiedzieć się, do jakiego stopnia dana metoda umożliwia rozróżnienie między różnymi stężeniami mikotoksyn.

Stężenie:

Dla każdego STC, które ma być wykorzystane do rutynowego zastosowania, musi zostać przeprowadzona walidacja.

4.3.2.3.2. Wstępna walidacja w drodze badań międzylaboratoryjnych

Walidację w drodze badań międzylaboratoryjnych przeprowadza się zgodnie z uznanym na szczeblu międzynarodowym protokołem dotyczącym badań międzylaboratoryjnych (np. ISO 5725:1994 lub „IUPAC International Harmonised Protocol”), który wymaga włączenia ważnych danych z co najmniej ośmiu różnych laboratoriów. Poza tym jedyną różnicą w porównaniu do walidacji przez jedno laboratorium jest fakt, że $\geq$ 20 próbek na produkt/poziom musi zostać równomiernie rozdzielonych pomiędzy uczestniczące laboratoria, przy czym na jedno laboratorium przypadają przynajmniej dwie próbki.

▼M2

4.3.2.4. Określanie poziomu granicznego i odsetka wyników fałszywie podejrzanych próby ślepej

(Względne) odpowiedzi próby kontrolnej ujemnej i próby kontrolnej dodatniej przyjmuje się za podstawę obliczenia wymaganych parametrów.

Metody przesiewowe o odpowiedzi proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn

Do metod przesiewowych o odpowiedzi proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn zastosowanie ma, co następuje:

$$Wartość\ graniczna = R_{STC} — wartość\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = średnia odpowiedź próby kontrolnej dodatniej (przy STC)

wartość t: jednostronna wartość t dla odsetka wyników fałszywie ujemnych w wysokości 5 % (zob. tabela B)

SD_{STC} = odchylenie standardowe

Metody przesiewowe o odpowiedzi odwrotnie proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn

Podobnie dla metod przesiewowych o odpowiedzi odwrotnie proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn wartość graniczną określa się jako:

$$wartość\ graniczna = R_{STC} + wartość\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

Przy stosowaniu tej szczególne wartości t do określenia wartości granicznej odsetek wyników fałszywie ujemnych jest domyślnie ustalony na poziomie 5 %.

Ocena adekwatności

Wyniki z próby kontrolnej ujemnej wykorzystuje się do oszacowania odpowiadającego odsetka wyników fałszywie podejrzanych. Wartość t oblicza się tak, by odpowiadała sytuacji, gdy wynik z próby kontrolnej ujemnej jest powyżej wartości granicznej, a zatem jest błędnie klasyfikowany jako podejrzany.

wartość t = (wartość graniczna — $średnia_{ślepa\ próba}$)/$SD_{ślepa\ próba}$dla metod przesiewowych o odpowiedzi proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn

lub

wartość t = ($średnia_{ślepa\ próba}$ — wartość graniczna)/$SD_{ślepa\ próba}$dla metod przesiewowych o odpowiedzi odwrotnie proporcjonalnej do stężenia mikotoksyn

Z uzyskanej wartości t, na podstawie stopni swobody obliczonych z szeregu eksperymentów, prawdopodobieństwo próbek fałszywie podejrzanych przy jednostronnej dystrybucji może zostać obliczone (np. funkcja TDIST w arkuszu kalkulacyjnym) lub uzyskane z tabeli dystrybucji t.

Odpowiednia wartość jednostronnej dystrybucji t określa odsetek wyników fałszywie podejrzanych.

Koncepcja ta jest szczegółowo opisana wraz z przykładem w „Analytical and Bioanalytical Chemistry” DOI 10.1007/s00216 -013-6922-1.

4.3.2.5. Rozszerzenie zakresu stosowania metody

4.3.2.5.1. Rozszerzenie zakresu na inne mikotoksyny:

Gdy do zakresu istniejącej metody przesiewowej dodaje się nowe mikotoksyny, wymagana jest pełna walidacja, aby wykazać przydatność danej metody.

▼M2

4.3.2.5.2. Rozszerzenie na inne produkty:

Jeśli metoda przesiewowa ma — zgodnie z wiedzą lub oczekiwaniami — zastosowanie do innych produktów, należy zweryfikować jej trafność w odniesieniu do tych innych produktów. Jeśli nowy produkt należy do grupy produktów (zob. tabela A), dla których przeprowadzono już wstępną walidację, wystarczająca jest dodatkowa walidacja o ograniczonym zakresie. W tym celu poddaje się analizie w warunkach precyzji pośredniej co najmniej 10 jednorodnych prób kontrolnych ujemnych i 10 jednorodnych prób kontrolnych dodatnich (przy STC). Wszystkie próby kontrolne dodatnie muszą być powyżej wartości granicznej. Jeśli kryterium to nie zostało spełnione, wymagana jest pełna walidacja.

4.3.2.6. Weryfikacja metod już zwalidowanych za pomocą badań międzylaboratoryjnych

W przypadku metod przesiewowych, które zostały już pomyślnie zwalidowane w drodze badań międzylaboratoryjnych, skuteczność metody musi zostać zweryfikowana. W tym celu poddaje się analizie w warunkach precyzji pośredniej co najmniej 6 prób kontrolnych ujemnych i 6 prób kontrolnych dodatnich (przy STC). Wszystkie próby kontrolne dodatnie muszą być powyżej wartości granicznej. Jeśli kryterium to nie zostało spełnione, laboratorium musi przeprowadzić analizę przyczyn w celu określenia, dlaczego nie może spełnić specyfikacji uzyskanej w ramach badania międzylaboratoryjnego. Dopiero po podjęciu działań naprawczych przeprowadza ono ponowną weryfikację skuteczności metody w laboratorium. Jeśli laboratorium nie jest w stanie zweryfikować wyników z badań międzylaboratoryjnych, będzie musiało ustalić własną wartość graniczną w ramach pełnej walidacji w jednym laboratorium.

4.3.2.7. Ciągła weryfikacja metody/bieżąca walidacja metody

Po wstępnej walidacji uzyskuje się dodatkowe dane dotyczące walidacji poprzez włączenie przynajmniej dwóch prób kontrolnych dodatnich dla każdej partii próbek poddawanych badaniu przesiewowemu. Jedna próba kontrolna dodatnia jest próbą znaną (np. wykorzystaną podczas wstępnej walidacji), a druga jest innym produktem z tej samej grupy produktów (jeśli analizowany jest tylko jeden produkt, wykorzystuje się zamiast tego inną próbę tego produktu). Włączenie próby kontrolnej ujemnej jest fakultatywne. Wyniki uzyskane dla dwóch prób kontrolnych dodatnich dodaje się do istniejącego zestawu walidacyjnego.

Co najmniej raz do roku wartość graniczną ustala się od nowa a wiarygodność tej metody poddaje się ponownej ocenie. Ciągła weryfikacja metody ma kilka celów:

— kontrolę jakości partii próbek poddanej badaniu przesiewowemu,

— dostarczenie informacji na temat stabilności metody w warunkach laboratorium, które ją stosuje,

— uzasadnienie stosowania metody do różnych produktów,

— pozwolenie na dostosowanie wartości granicznych w przypadku stopniowych przesunięć wraz z upływem czasu.

4.3.2.8. Sprawozdanie z walidacji

Sprawozdanie z walidacji zawiera:

— wskazanie STC,

— wskazanie uzyskanej wartości granicznej.

▼M2

Uwaga: Wartość graniczna musi mieć tyle samo znaczących cyfr, co STC. Wartości liczbowe wykorzystane do obliczenia wartości granicznej muszą mieć co najmniej jedną znaczącą cyfrę więcej niż STC.

— wskazanie obliczonego odsetka wyników fałszywie podejrzanych,

— wskazanie, w jaki sposób obliczono odsetek wyników fałszywie podejrzanych.

Uwaga: Wskazanie obliczonego odsetka wyników fałszywie podejrzanych pokazuje, czy metoda jest adekwatna, ponieważ określa liczbę ślepych prób (lub prób o niskim poziomie zanieczyszczenia), które będą podlegały weryfikacji.

Tabela A

Grupy produktów do walidacji metod przesiewowych

Grupy produktów	Kategorie produktów	Typowe reprezentatywne produkty włączone do tej kategorii
Wysoka zawartość wody	Soki owocowe	Sok jabłkowy, sok winogronowy
	Napoje alkoholowe	Wino, piwo, cydr
	Warzywa korzeniowe i bulwiaste	Świeży imbir
	Przeciery na bazie zbóż lub owoców	Przeciery przeznaczone dla niemowląt lub małych dzieci
Wysoka zawartość oleju	Orzechy z drzew orzechowych	Orzech włoski, orzech laskowy, kasztan jadalny
	Nasiona oleiste i produkty z nich	Rzepak oleisty, słonecznik, nasiona bawełny, nasiona soi, orzechy ziemne, sezam itp.
	Owoce oleiste i produkty z nich	Oleje i pasty (np. masło orzechowe, tahina)
Wysoka zawartość skrobi lub białka i niska zawartość wody i tłuszczu	Ziarna zbóż i produkty z nich	Pszenica, żyto, jęczmień; kukurydza, ryż, owies Chleb pełnoziarnisty, chleb biały, krakersy, śniadaniowe przetwory zbożowe, makarony
	Produkty dietetyczne	Suche proszki do przygotowywania żywności dla niemowląt i małych dzieci
Wysoka zawartość kwasu i wysoka zawartość wody (*)	Produkty z cytrusów	
„Trudne lub szczególne produkty” (**)		Ziarna kakaowe i produkty z nich, kopra i produkty z niej, kawa, herbata Przyprawy, lukrecja
Wysoka zawartość cukru i niska zawartość wody	Owoce suszone	Figi, rodzynki, porzeczki, sułtanki
Mleko i przetwory mleczne	Mleko	Mleko krowie, kozie i bawole
	Ser	Ser krowi i kozi
	Produkty mleczarskie (np. mleko w proszku)	Jogurt, śmietana

(*) Jeżeli do stabilizacji zmian pH na etapie ekstrakcji stosowany jest bufor, ta grupa produktów może zostać połączona w jedną grupę produktów „Wysoka zawartość wody”.

(**) „Trudne lub szczególne produkty” powinny być w pełni walidowane, jedynie jeśli są często poddawane analizie. Jeśli są one jedynie okazjonalnie poddawane analizie, walidacja może zostać ograniczona do sprawdzenia poziomów zgłaszania z zastosowaniem ekstraktu ślepej próbki wzbogaconej.

▼M2

Tabela B

Jednostronna wartość t dla odsetka wyników fałszywie ujemnych wynoszącego 5 %

Stopnie swobody	Liczba replikacji	Wartość 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
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. *Wymagania dotyczące jakościowych metod przesiewowych (metod, które nie dają wartości numerycznych)*

Opracowanie wytycznych walidacyjnych dla metod testów binarnych jest obecnie przedmiotem prac różnych organów normalizacyjnych (np. AOAC, ISO). AOAC opracowało niedawno wytyczne w tej sprawie. Można uznać, że dokument ten przedstawia aktualny stan wiedzy w tej dziedzinie. Zatem metody, które dają binarne wyniki (np. oględziny testów paskowych), powinny być walidowane zgodnie z tymi wytycznymi.

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

4.4. **Szacowanie niepewności pomiaru, obliczanie odzysku i podawanie wyników** ([1])

([1]) Więcej informacji na temat szacowania niepewności pomiaru oraz procedur oceny odzysku można znaleźć w sprawozdaniu pod tytułem „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” („Raport na temat relacji między wynikami analiz, niepewnością pomiaru, współczynnikami odzysku a przepisami prawodawstwa UE dotyczącego żywności i paszy”) — http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼M2

4.4.1. *Metody potwierdzające*

Wynik analityczny musi zostać podany w następujący sposób:

a) w postaci skorygowanej o wartość odzysku, przy czym poziom odzysku należy wskazać. Korekta o wartość odzysku nie jest konieczna, jeśli stopień odzysku wynosi 90–110 %;

b) jako x +/– U, gdzie x oznacza wynik analizy, a U rozszerzoną niepewność pomiaru, przy zastosowaniu współczynnika rozszerzenia w wysokości 2, który daje wynik w przedziale ufności ok. 95 %.

W przypadku żywności pochodzenia zwierzęcego niepewność pomiaru może zostać uwzględniona poprzez ustalenie decyzyjnej wartości granicznej (CCα), zgodnie z decyzją Komisji 2002/657/WE ([1]) (pkt 3.1.2.5 załącznika I — przypadek substancji, dla których ustalono dopuszczalną wartość graniczną).

Jeżeli wynik analizy jest jednak znacznie (o > 50 %) niższy niż najwyższy dopuszczalny poziom lub dużo wyższy niż najwyższy dopuszczalny poziom (tj. 5 razy wyższy niż najwyższy dopuszczalny poziom) oraz pod warunkiem że stosowane są odpowiednie procedury w zakresie jakości, a analiza wykonywana jest jedynie do celów sprawdzenia zgodności z przepisami prawa, wynik analizy można podać bez korekty na odzysk; w takim przypadku można pominąć podawanie stopnia odzysku i niepewności pomiaru.

Obowiązujące zasady interpretacji wyników analitycznych w świetle przyjęcia lub odrzucenia partii mają zastosowanie do wyników analitycznych otrzymanych na próbce do celów urzędowej kontroli. W przypadku analizy do celów obrony lub arbitrażu zastosowanie mają przepisy krajowe.

4.4.2. *Metody przesiewowe*

Wynik badań przesiewowych wyrażany jest jako zgodny lub podejrzewany o niezgodność.

„Podejrzewany o niezgodność” oznacza, że próbka przekracza poziom graniczny i może zawierać wyższy poziom mikotoksyn niż STC. Każdy podejrzany wynik powoduje zastosowanie analizy potwierdzającej w celu jednoznacznej identyfikacji i oznaczenia ilościowego mikotoksyny.

„Zgodny” oznacza, że zawartość mikotoksyn w próbce jest < STC przy pewności wynoszącej 95 % (tj. istnieje 5 % prawdopodobieństwa, że próbki będą niewłaściwie zgłaszane jako ujemne). Wynik analizy przedstawia się jako „< poziom STC” wraz z określeniem poziomu STC.

▼B

4.5. **Laboratoryjne normy jakości**

Laboratorium musi przestrzegać przepisów art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt ([2]).

([1]) Decyzja Komisji 2002/657/WE z dnia 14 sierpnia 2002 r. wykonująca dyrektywę Rady 96/23/WE dotyczącą wyników metod analitycznych i ich interpretacji (Dz.U. L 221 z 17.8.2002, s. 8).

([2]) Patrz również: środki przejściowe określone w art. 18 rozporządzenia Komisji (WE) nr 2076/2005 z dnia 5 grudnia 2005 r. ustanawiającego środki przejściowe do celów wdrożenia rozporządzeń (WE) nr 853/2004, nr 854/2004 i nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady oraz zmieniające rozporządzenia (WE) nr 853/2004 i (WE) nr 854/2004 (Dz.U. L 338 z 22.12.2005, s. 83).