

MAGYAR ÉLELMISZERKÖNYV
(Codex Alimentarius Hungaricus)

Hivatalos Élelmiszervizsgálati Módszergyűjtemény

3-1-2002/26 számú előírás
(2. kiadás)

**Élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló
mintavételi és vizsgálati módszerek**

1. §

(1) Az élelmiszerekben lévő ochratoxin-A-tartalom hatósági ellenőrzése során a mintavételt az *1. számú mellékletben* meghatározott módszereknek megfelelően kell végezni.

(2) Az élelmiszerekben lévő ochratoxin-A-tartalom hatósági ellenőrzése során alkalmazott minta-előkészítésnek és vizsgálati módszereknek meg kell felelnie a *2. számú mellékletben* meghatározott követelményeknek.

2. §

Ez az előírás 2005. május 1-jén lép hatályba, ezzel egyidejűleg a 3-1-2002/26 számú előírás 1. kiadása hatályát veszti.

3. §

Ez az előírás az élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról szóló, a Bizottság 2002. március 13-i 2002/26/EK irányelvének, valamint az azt módosító, a Bizottság 2004/43/EK irányelvének való megfelelést szolgálja.

Mintavételi módszerek egyes élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának hatósági ellenőrzésére

1. Cél és alkalmazási terület

Az élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintát a következőkben leírt módszerrel kell venni. Az így kapott átlagmintát a mintázott tétel reprezentatív részének kell tekinteni. Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló, a Bizottság 2001. március 8-i 466/2001/EK rendeletében megállapított határértékeknek való megfelelést a laboratóriumi mintákból meghatározott mennyiségek alapján kell megállapítani.

2. Fogalommeghatározások

<i>Tétel</i>	Egy időben szállított, azonosítható mennyiségű élelmiszer áru, amelynek hivatalos személy által meghatározott olyan közös jellemzői vannak, mint a származás, a fajta, a csomagolástípus, a csomagoló, a feladó vagy a jelölések.
<i>Vizsgálati tétel</i>	A tétel mintavételre kiválasztott meghatározott része. Az egyes vizsgálati tételeknek fizikailag elkülöníthetőeknek és azonosíthatóaknak kell lenniük.
<i>Egyedi minta</i>	A tétel vagy a vizsgálati tétel egy helyéről vett minta.
<i>Átlagminta</i>	A tételből vagy vizsgálati tételből vett egyedi minták egyesítésével és összekeverésével kapott minta.
<i>Laboratóriumi minta</i>	A laboratóriumnak szánt minta (részminta).

3. Általános rendelkezések

3.1. Mintavevők

A mintavételt arra felhatalmazott, képzett személynek kell végeznie.

3.2. Mintavételre kijelölt anyag

A vizsgálatra kerülő minden egyes tételből külön-külön kell mintát venni. A nagyobb tételeket ezen *melléklet* különleges rendelkezéseinek megfelelően vizsgálati tételekre kell osztani, amelyekből külön-külön kell mintát venni.

3.3. Óvintézkedések

A mintavétel és a laboratóriumi minta-előkészítés során kellő óvatossággal kell eljárni, hogy elkerüljük a mintában lévő ochratoxin-A mennyiségének megváltozását, továbbá az analitikai meghatározásra gyakorolt káros hatásokat vagy azokat a hatásokat, amelyek miatt az átlagminta már nem lesz többé reprezentatív.

3.4. Egyedi minták

Az egyedi mintákat – amennyire az lehetséges – az egész tétel vagy a vizsgálati tétel különböző helyeiről kell venni. Az eljárástól való eltérést a jegyzőkönyvben fel kell tüntetni.

3.5. Az átlagminta elkészítése

Az átlagmintát az összes egyedi minta egyesítésével állítjuk elő.

3.6. Ellenminták

Szankcionálás, kifogásolás és vita esetére az egyneműsített (homogenizált) átlagmintából ellenmintát kell elkülöníteni, kivéve, ha a mintavételre vonatkozó rendelkezések másképpen írják elő.

3.7. A minták csomagolása és szállítása

Mindegyik mintát olyan tiszta, semleges tárolóedénybe kell tenni, amely megvédi a mintát a szennyeződéstől és a sérülésektől a szállítás során. A szükséges összes óvintézkedést meg kell tenni annak érdekében, hogy elkerüljük a minták összetételének esetleges megváltozását a szállítás vagy a tárolás során.

3.8. A minták lezárása és jelölése

Minden egyes hatósági mintát a mintavétel helyszínén le kell zárni a vonatkozó előírások szerint, és azonosító jelzéssel kell ellátni.

Minden mintavételről olyan jegyzőkönyvet kell készíteni, amely lehetővé teszi minden egyes tétel egyértelmű azonosítását, tartalmazza a mintavétel helyét és dátumát, valamint az összes olyan információt, amely feltételezhetően segítséget jelent a vizsgálónak.

4. Különleges rendelkezések

4.1. Különböző típusú tételek

Az élelmiszerek a kereskedelmi forgalomba kerülhetnek ömlesztve, konténerekben vagy egyedi csomagolásba (zsákokban, zacskókban, fogyasztói csomagolási egységekben stb.) kiszerve. A mintavételi eljárás az összes kereskedelmi kiszereési forma esetében alkalmazható.

Ezen *melléklet* 4.3., 4.4. és 4.5. pontjában meghatározott előírások figyelembevételével, a következő képlet használható az egyedi csomagolási egységekből (zsákokból, zacskókból, fogyasztói csomagolási egységekből stb.) álló tételek mintavételére:

$$\text{Mintavételi gyakoriság (SF)} \quad n = \frac{\text{a tétel tömege} \times \text{az egyedi minta tömege}}{\text{az átlagminta tömege} \times \text{a csomagolási egység tömege}}$$

- Tömeg: kilogrammban
- Mintavételi gyakoriság (SF): minden n-edik zsák vagy zacskó, amiből egyedi mintát kell venni (a tizedes jegyeket a legközelebbi egész számra kell kerekíteni).

4.2. Az egyedi minta tömege

Az egyedi minta tömegének körülbelül 100 g-nak kell lennie, kivéve, ha ez a *melléklet* másképpen rendelkezik. Fogyasztói csomagolási egységekből álló tétel esetében az egyedi minta tömege függ a fogyasztói csomagolási egység tömegétől.

4.3. A mintavételi eljárás általános terve gabonafélék és mazsola esetében

1. táblázat: A tételekből kiveendő vizsgálati tételek száma a termék és tétel tömegének függvényében

Áru	Tételtömeg (tonna)	A vizsgálati tételek tömege vagy száma	Az egyedi minták száma	Az átlagminta tömege (kg)
Gabonafélék és gabonatermékek	≥1500	500 tonna	100	10
	>300 és <1500	3 vizsgálati tétel	100	10
	≥50 és ≤300	100 tonna	100	10
	<50	-	10-100 ⁽¹⁾	1-10
Mazsola (fehér, kék, smirnai)	≥15	15-30 tonna	100	10
	<15	-	10-100 ⁽²⁾	1-10

⁽¹⁾ A tételtömegtől függően – lásd a *melléklet 2. táblázatát*.

⁽²⁾ A tételtömegtől függően – lásd a *melléklet 3. táblázatát*.

4.4. Mintavételi eljárás gabonafélék és gabonatermékek (tételtömeg ≥ 50 tonna), valamint mazsola (tételtömeg ≥ 15 tonna) esetében

- Feltéve, hogy a tétel fizikailag vizsgálati tételekre osztható, minden tételt az 1. táblázat szerint vizsgálati tételekre kell osztani. Figyelembe véve, hogy a tétel tömege nem mindig egész számú többszöröse a vizsgálati tétel tömegének, a vizsgálati tétel tömege legfeljebb 20%-kal haladhatja meg a táblázatban feltüntetett tömeget.
- Minden egyes vizsgálati tételből külön kell mintát venni.
- Az egyedi minták száma: 100. 50 tonna alatti gabonatételek, illetve 15 tonna alatti mazsolatételek esetében lásd a 4.5. pontot. Az átlagminta tömege = 10 kg.
- Ha az előzőekben leírt mintavételi módszer alkalmazására a tétel károsodásából (csomagolás, szállítóeszköz) eredő kereskedelmi következmények miatt nincs lehetőség, más alternatív módszer is alkalmazható, ha ez a lehetőségekhez képest reprezentatív és részletesen ki van dolgozva, továbbá dokumentálva van.

4.5. Mintavételi előírás gabonafélék és gabonatermékek (tételtömeg < 50 tonna), valamint mazsola (tételtömeg < 15 tonna) esetében

50 tonnánál kisebb gabonatételek és 15 tonnánál kisebb mazsolatételek esetében, a mintavételi terv szerint, a tételtömegtől függően 10-100 egyedi mintát kell kivenni, amely 1-10 kg átlagmintát eredményez.

A következő táblázatban lévő számok megadják a kiveendő egyedi minták számát.

2. táblázat: A kiveendő egyedi minták száma a gabonatételek tömegének függvényében

Tételtömeg (tonna)	Az egyedi minták száma
≤1	10
>1 – ≤3	20
>3 – ≤10	40
>10 – ≤20	60
>20 – ≤50	100

3. táblázat: A kiveendő egyedi minták száma a mazsolatétel tömegének függvényében

Tételtömeg (tonna)	Az egyedi minták száma
≤0,1	10
>0,1 – ≤0,2	15
>0,2 – ≤0,5	20
>0,5 – ≤1,0	30
>1,0 – ≤2,0	40
>2,0 – ≤5,0	60
>5,0 – ≤10,0	80
>10,0 – ≤15,0	100

4.6. A csecsemők és kisgyermekek számára készült élelmiszerek mintavételi eljárása

Ezen *melléklet* 4.5. pontjában gabonafélékre és gabonából készült termékekre meghatározott mintavételi eljárás alkalmazandó. Ez azt jelenti, hogy az egyedi minták száma a 4.5. pontban található táblázatnak megfelelően a tétel nagyságától függően legalább 10 és legfeljebb 100.

- Az egyedi minta tömegének körülbelül 100 g-nak kell lennie. Fogyasztói kiszerezésű tételek esetében az egyedi minta tömege a fogyasztói kiszerezés tömegétől függ.
- A megfelelően összekevert átlagminta tömege 1–10 kg.

4.7. Fogyasztói kiszerezésű termék mintavétele

A fogyasztói csomagolású élelmiszerek mintavételét lehetőség szerint az előzőekben említett mintavételi előírásoknak megfelelően kell végezni. Ahol erre nincs lehetőség, ott a fogyasztói csomagolású termékek mintavételére más, hatékony mintavételi eljárást kell alkalmazni, feltéve, hogy az eljárás kellően reprezentatív mintát eredményez.

5. A tétel vagy a vizsgálati tétel megfelelése

- A tétel megfelelő, ha az átlagminta vizsgálatával meghatározott átlagérték, a mérési bizonytalanságot és a visszanyerést figyelembe véve, nem haladja meg a felső határértéket.
- A tétel nem megfelelő, ha az átlagminta vizsgálatával meghatározott átlagérték a mérési bizonytalanságot és a visszanyerést figyelembe véve, egyértelműen meghaladja a felső határértéket.

2. számú melléklet a 3-1-2002/26 számú előíráshoz

Minta-előkészítés és egyes élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló vizsgálati módszerekkel szemben támasztott követelmények

1. Óvintézkedések

Mivel az ochratoxin-A-nak a mintában való eloszlása nem homogén, a minta előkészítésekor – és különösen homogenizáláskor – nagyon gondosan kell eljárni.

A laboratóriumba érkező összes anyagot fel kell használni a vizsgálati anyag elkészítésére.

2. A laboratóriumi minta kezelése

Minden laboratóriumi mintát olyan eljárással kell finomra őrölni és alaposan összekeverni, amelyről már bebizonyosodott, hogy teljes homogenitást eredményez.

Ha a felső határérték szárazanyagra van megadva, akkor a szárazanyag-tartalmat a homogén mintából olyan eljárással kell meghatározni, amelyről már bebizonyosodott, hogy a szárazanyag-tartalmat pontosan méri.

3. A minták felosztása szankcionálás és kifogásolás esetére

Szankcionálás, kifogásolás és vita esetére az egyneműsített (homogenizált) anyagból ellenmintákat kell elkülöníteni, kivéve, ha a mintavételre vonatkozó rendelkezések másképpen írják elő.

4. A laboratóriumban alkalmazott vizsgálati módszer és a laboratóriumi ellenőrzéssel szemben támasztott követelmények

4.1. Fogalommeghatározások

A leggyakrabban emlegetett precizitási jellemzők az ismételhetőség és a reprodukálhatóság.

$r =$ Az ismételhetőség az az érték, amelynél az ismételhetőség feltételei (vagyis azonos minta, azonos vizsgáló, azonos eszköz, azonos laboratórium, rövid időkülönbség) mellett kapott két vizsgálati eredmény közötti abszolút különbség 95%-os valószínűséggel kisebbnek várható, $r = 2,8 \times s_r$.

$s_r =$ Az ismételhetőség feltételei mellett kapott eredményekből számított szórás.

$RSD_r =$ Az ismételhetőség feltételei mellett kapott eredményekből számított relatív standard szórás $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, ahol \bar{x} a körvizsgálatban részt vevő összes laboratórium által a mintára kapott vizsgálati eredmények középértéke.

$R =$ A reprodukálhatóság az az érték, amelynél a reprodukálhatóság feltételei (vagyis azonos minta, különböző vizsgáló, különböző laboratórium, azonos standard vizsgálati módszer) mellett kapott két vizsgálati eredmény közötti abszolút különbség 95%-os valószínűséggel kisebbnek várható, $R = 2,8 \times s_R$.

$s_R =$ A reprodukálhatóság feltételei mellett kapott eredményekből számított szórás.

$RSD_R =$ A reprodukálhatóság feltételei mellett kapott eredményekből számított relatív szórás $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

4.2. Általános követelmények

A hatósági élelmiszer-ellenőrzés során vett minták vizsgálatát olyan módszerekkel kell végezni, amelyek megfelelnek a hatósági élelmiszer-ellenőrzésről szóló 92/2004. (V. 25.) FVM-ESZCSM-GKM együttes rendelet 14. §-ának (1) bekezdésében előírt feltételeknek.

4.3. Különleges követelmények

Azokban az esetekben, amikor az élelmiszerek ochratoxin-A-tartalmának meghatározására nincs előírt vizsgálati módszer, a laboratóriumok bármilyen vizsgálati módszert választhatnak, amely megfelel a következő követelményeknek:

Ochratoxin-A vizsgálati módszer teljesítőképességi jellemzői

Szint µg/kg	Ochratoxin-A		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Visszanyerés (%)
<1	≤40	≤60	50-120
1-10	≤20	≤30	70-110

- A módszerek kimutatási határértékei nincsenek megadva, mivel a kérdéses koncentrációkhoz tartozó precizitásértékek vannak megadva.
- A precizitásértékeket a Horwitz-egyenlettel számítják:
$$RSD_R = 2^{(1-0,5\log C)}$$

ahol:

- RSD_R a reprodukálhatóság feltételei mellett kapott eredményekből számított relatív szórás $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$,
- C a koncentrációarány (vagyis 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

Az előző képlet egy általános precizitási képlet, amely a legtöbb rutinszerűen használt analitikai módszer esetében független a vizsgált anyagtól és a mátrixtól, és egyedül a koncentrációtól függ.

4.4. A visszanyerés számítása és az eredmények megadása

Az analitikai vizsgálat eredményét a visszanyeréssel korigálva vagy korrekció nélkül kell megadni. Az eredmény megadásának módját és a visszanyerést meg kell adni. A visszanyeréssel korigált analitikai eredményt a megfelelőség ellenőrzésére használhatjuk (lásd az 1. számú melléklet 5. pontját).

Az analitikai eredményt $x \pm U$ formában kell megadni, ahol x az analitikai eredmény, U a kiterjesztett mérési bizonytalanság, 2-es kiterjesztési tényezővel számolva, ami megközelítően 95%-os konfidenciaszintnek felel meg.

4.5. Laboratóriumi minőségirányítási normák

A laboratóriumoknak meg kell felelniük a hatósági élelmiszer-ellenőrzésre vonatkozó jogszabályi előírásoknak.