Den Europæiske Unions
Tidende

DA
L-udgaven

2024/2052

31.7.2024

KOMMISSIONENS GENNEMFØRELSESFORORDNING (EU) 2024/2052

af 30. juli 2024

om ændring af gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 for så vidt angår dens anvendelsesområde og visse kriterier for analysemetoders ydeevne med hensyn til restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer, der anvendes i dyr bestemt til fødevareproduktion

(EØS-relevant tekst)

EUROPA-KOMMISSIONEN HAR —

under henvisning til traktaten om Den Europæiske Unions funktionsmåde,

under henvisning til Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EU) 2017/625 af 15. marts 2017 om offentlig kontrol og andre officielle aktiviteter med henblik på at sikre anvendelsen af fødevare- og foderlovgivningen og reglerne for dyresundhed og dyrevelfærd, plantesundhed og plantebeskyttelsesmidler, om ændring af Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 999/2001, (EF) nr. 396/2005, (EF) nr. 1069/2009, (EF) nr. 1107/2009, (EU) nr. 1151/2012, (EU) nr. 652/2014, (EU) 2016/429 og (EU) 2016/2031, Rådets forordning (EF) nr. 1/2005 og (EF) nr. 1099/2009 samt Rådets direktiv 98/58/EF, 1999/74/EF, 2007/43/EF, 2008/119/EF og 2008/120/EF og om ophævelse af Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 854/2004 og (EF) nr. 882/2004, Rådets direktiv 89/608/EØF, 89/662/EØF, 90/425/EØF, 91/496/EØF, 96/23/EF, 96/93/EF og 97/78/EF og Rådets afgørelse 92/438/EØF (forordningen om offentlig kontrol) ([1]), særlig artikel 34, stk. 6, og

ud fra følgende betragtninger:

(1) Ved Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 ([2]) er der fastsat regler om analysemetoders ydeevne med hensyn til restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer, der anvendes i dyr bestemt til fødevareproduktion, om fortolkningen af resultater og om de metoder, der skal anvendes til prøveudtagning.

(2) Gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 vedrører bl.a. kriterier for analysemetoders ydeevne i forbindelse med restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer i foder. Det bør imidlertid præciseres, at gennemførelsesforordningen kun vedrører de metoder, der anvendes til at verificere overholdelsen af visse regler om fastsættelse af forskriftsmæssige niveauer i foder, som er omfattet af de flerårige nationale kontrolplaner for restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer, jf. Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2022/1646 ([3]), og ikke vedrører de metoder, der anvendes til at verificere overholdelsen af reglerne om krydskontaminering af antimikrobielle aktivstoffer i foder, der ikke er målarter, jf. Kommissionens delegerede forordning (EU) 2024/1229 ([4]). Anvendelsesområdet for gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 bør derfor ændres.

(3) Siden vedtagelsen af gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 er flere internationale standarder blevet opdateret. For at sikre, at de relevante referencer forbliver nøjagtige, bør de opdateres i overensstemmelse hermed.

([1]) EUT L 95 af 7.4.2017, s. 1, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg/2017/625/oj.

([2]) Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 af 22. marts 2021 om analysemetoders ydeevne med hensyn til restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer, der anvendes i dyr bestemt til fødevareproduktion, om fortolkningen af resultater, om de metoder, der skal anvendes til prøveudtagning, og om ophævelse af beslutning 2002/657/EF og 98/179/EF (EUT L 180 af 21.5.2021, s. 84, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2021/808/oj).

([3]) Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2022/1646 af 23. september 2022 om ensartede praktiske ordninger for gennemførelsen af offentlig kontrol af anvendelsen af farmakologisk virksomme stoffer, der er godkendt som veterinærlægemidler eller som fodertilsætningsstoffer, og af forbudte eller ikke-godkendte farmakologisk virksomme stoffer og restkoncentrationer heraf, om specifikt indhold af flerårige nationale kontrolplaner og særlige ordninger for udarbejdelse heraf (EUT L 248 af 26.9.2022, s. 32, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2022/1646/oj).

([4]) Kommissionens delegerede forordning (EU) 2024/1229 af 20. februar 2024 om supplerende regler til Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EU) 2019/4 for så vidt angår fastsættelse af specifikke maksimumsgrænser for krydskontaminering for antimikrobielle virksomme stoffer i ikkemålfoder og metoder til analyse af disse stoffer i foder (EUT L, 2024/1229, 30.4.2024, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_del/2024/1229/oj).

(4) For at sikre, at kriterierne for metodens ydeevne kontrolleres tilstrækkeligt, bør det udtrykkeligt nævnes i gennemførelsesforordning (EU) 2021/808, at eventuelle afvigelser fra de fastsatte tekniske kriterier bør dokumenteres og analyseres med sporbar dokumentation. Dette krav bør derfor føjes til de generelle krav til analysemetoderne.

(5) Overgangsperioden for visse bestemmelser i artikel 7 i gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 er udløbet. Nævnte artikel bør derfor ændres.

(6) For at forbedre læsbarheden af de generelle krav til verifikationsmetoder bør visse dele af de relevante bestemmelser medtages i et særligt underkapitel, der henviser til den specifikke anvendelse af co-kromatografi.

(7) På grundlag af erfaringerne med gennemførelsen af gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 kan variationskoefficienten under repeterbarhedsbetingelser i visse tilfælde ikke opfylde kravene til præcision, og dette krav bør derfor ændres for at tage hensyn til reproducerbarhedsbetingelser.

(8) Afhængigt af ydeevnekarakteristikaene kan screeningsmetoderne være af tre forskellige typer. Selv om kvalitative og kvantitative metoder er defineret i gennemførelsesforordning (EU) 2021/808, mangler der en forklaring på den semikvantitative screeningsmetode. Der bør derfor tilføjes en forklaring på denne type metode til klassificeringen af analysemetoder.

(9) Kravene til gennemførelse af flere individuelle forsøg for hver større ændring henviser i øjeblikket til robusthed. Da de øvrige ydeevnekarakteristika også skal kontrolleres ved den større ændring, bør der være en henvisning til alle de nødvendige ydeevnekarakteristika, og de relevante bestemmelser bør derfor ændres.

(10) For et ikke-tilladt farmakologisk virksomt stof kræves der om validering af en koncentration på 0,5 gange referencegrundlaget for tiltag (RPA). Af og til er den dog ikke med rimelighed opnåelig, da koncentrationen er for lille set fra en analytisk synsvinkel, og koncentrationen på 0,5 gange RPA kan derfor erstattes af den laveste koncentration på mellem 0,5 og 1,0 gange RPA, som det med rimelighed er opnåelig. I visse tilfælde kan det laveste kalibrerede niveau være lavere end 0,5 gange RPA, og derfor bør muligheden for validering på dette koncentrationsniveau tilføjes i de relevante fodnoter.

(11) For at præcisere det samlede antal replikater, der kræves til bestemmelse af repeterbarhed og intern reproducerbarhed, bør dette antal udtrykkeligt nævnes i de relevante underkategorier.

(12) Validering af analysemetoderne kan udføres i henhold til alternative modeller ved hjælp af en forsøgsplan. Der findes i øjeblikket en international standard ISO/TS 23471: 2022, og dens referencebør derfor tilføjes som endnu en mulighed for beregning af metodens karakteristika.

(13) Når en analyts stabilitet bestemmes, giver en isokronisk tilgang mulighed for en bedre bestemmelse af potentielle analytinstabiliteter samt et skøn over passende opbevaringsperioder. Denne tilgang bør derfor føjes til mulighederne for at bestemme analyttens stabilitet.

(14) Under gennemførelsen af gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 førte den procedure, der beskriver bestemmelsen af analyts stabilitet i matrix, til forskellige fortolkninger. Denne procedure bør derfor præciseres yderligere, navnlig i forbindelse med spiking af analytten og anvendelse af korrekte udtryk for delprøver og portioner.

(15) Beregningen af detektionsevnen ved screening (CCβ) for metode 2 for ikke-godkendte eller forbudte farmakologisk virksomme stoffer omfatter kun de tilfælde, hvor den valgte screeningsmålkoncentration giver mindre end eller lig med 5 % falsk overensstemmende resultater. Der bør derfor tilføjes en bestemmelse om tilfælde, hvor procentdelen af falsk overensstemmende resultater er højere end 5.

(16) For screeningsmetoderne indberettes kun CCβ for det enkelte stof. Derfor er den supplerende bestemmelse om summen af CCβ, der indgår i bestemmelserne om beregning af CCβ, overflødig, og den bør udgå.

(17) Behovet for at bestemme metodens absolutte genfinding afhænger af, om den interne standard ikke er tilgængelig, eller om der anvendes en matrixspiket kalibrering eller ej. Den nuværende ordlyd, hvorefter den absolutte genfinding af metoden skal bestemmes, hvis der ikke anvendes n intern standard eller matrixspiket kalibrering, kan være forvirrende, da det kan forstås på den måde, at begge tilfælde forekommer sammen, når kun én af de to betingelser er tilstrækkelig til at bestemme den absolutte genfinding.

(18) Med hensyn til relative matrixeffekter henviser værdien af variationskoefficienten i øjeblikket til en maksimal numerisk procentdel uden differentiering af massefraktionerne. Da tabel 2 i bilag I til gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 viser forskellige acceptable variationskoefficienter afhængigt af de forskellige massefraktioner, bør den acceptable variationskoefficient henvise til værdierne i nævnte tabel.

(19) Gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 bør derfor ændres.

(20) Foranstaltningerne i denne forordning er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Komité for Planter, Dyr, Fødevarer og Foder —

VEDTAGET DENNE FORORDNING:

Artikel 1

I Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 foretages følgende ændringer:

1) Artikel 1 affattes således:

»*Artikel 1*

Genstand og anvendelsesområde

Ved denne forordning fastsættes der regler om de analysemetoder, der skal anvendes til prøveudtagning og laboratorieanalyser i forbindelse med restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer inden for rammerne af nationale planer, jf. artikel 3 i Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2022/1646 (*). Den fastsætter også regler for fortolkning af analyseresultater af disse laboratorieanalyser.

Denne forordning finder anvendelse på offentlig kontrol med henblik på at verificere overholdelsen af kravene vedrørende forekomst af restkoncentrationer af farmakologisk virksomme stoffer.

_____

(*) Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2022/1646 af 23. september 2022 om ensartede praktiske ordninger for gennemførelsen af offentlig kontrol af anvendelsen af farmakologisk virksomme stoffer, der er godkendt som veterinærlægemidler eller som fodertilsætningsstoffer, og af forbudte eller ikke-godkendte farmakologisk virksomme stoffer og restkoncentrationer heraf, om specifikt indhold af flerårige nationale kontrolplaner og særlige ordninger for udarbejdelse heraf (EUT L 248 af 26.9.2022, s. 32, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2022/1646/oj).«

2) Artikel 2, stk. 2, ændres således:

a) Nr. 36) affattes således:

»36) »reproducerbarhed«: præcision under betingelser, hvor der opnås uafhængige testresultater med den samme metode på identiske prøveemner på forskellige laboratorier af forskellige personer med forskelligt udstyr (*)

_____

(*) ISO 5725-1:2023, Nøjagtighed (korrekthed og præcision) af målemetoder og resultater — Del 1: Generelle principper og definitioner (kapitel 3).«

b) Nr. 47) affattes således:

»47) »enheder«: de enheder, der er beskrevet i ISO 80000-1:2022 (*) og i Rådets direktiv 80/181/EØF (**)

_____

(*) ISO 80000-1:2022 Fysiske størrelser og enheder — Del 1: Generelt.

(**) Rådets direktiv 80/181/EØF af 20. december 1979 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om måleenheder og om ophævelse af direktiv 71/354/EØF (EFT L 39 af 15.2.1980, s. 40, ELI: http://data.europa.eu/eli/dir/1980/181/oj).«

3) I artikel 3, nr. 4), efter første afsnit, tilføjes følgende som andet afsnit:

»Når der er observeret afvigelser fra kriterierne i tabel 1 og 2 i bilag I under valideringen, skal virkningen af disse afvigelser på resultatet af valideringen analyseres på en dokumenteret, sporbar måde.«

4) Artikel 7, stk. 3, udgår.

5) Bilag I til gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 ændres som angivet i bilaget til nærværende forordning.

Artikel 2

Denne forordning træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 30. juli 2024.

På Kommissionens vegne
Ursula VON DER LEYEN
Formand

BILAG

I bilag I til gennemførelsesforordning (EU) 2021/808 foretages følgende ændringer:

1) Punkt 1.2.1 affattes således:

»1.2.1. *Generelle krav til verifikationsmetoder*

For forbudte eller ikke-godkendte stoffer skal CCα være så lav, som det med rimelighed er opnåeligt. For forbudte eller ikke-godkendte stoffer, for hvilke der er fastsat en RPA i henhold til forordning (EU) 2019/1871, skal CCα være lavere end eller lig med referencegrundlaget for tiltag.

For godkendte stoffer skal CCα være højere end, men så tæt som muligt på MRL eller ML.

Til verifikationsformål må der kun anvendes analysemetoder, for hvilke det på en dokumenteret, sporbar måde kan godtgøres, at de er validerede og har en falsk ikke-overensstemmende andel (α-fejl) på højst 1 % for forbudte eller ikke-godkendte stoffer eller på højst 5 % for godkendte stoffer.

Verifikationsmetoder skal give information om analyttens strukturelle kemiske sammensætning. Verifikationsmetoder, der udelukkende er baseret på kromatografisk analyse uden anvendelse af massespektrometrisk detektion, er derfor ikke i sig selv egnede som verifikationsmetoder for forbudte eller ikke-godkendte farmakologisk virksomme stoffer. Hvis massespektrometri ikke er egnet til godkendte stoffer, kan der anvendes andre metoder såsom HPLC-DAD og HPLC-FLD eller en kombination heraf.

Hvis verifikationsmetoden tilsiger det, tilsættes testportionen i begyndelsen af ekstraktionen en egnet intern standard. Afhængigt af hvad der er til rådighed, anvendes der enten isotopmærkede varianter af analytten, som er særligt egnede til massespektrometrisk detektion, eller analoge forbindelser, der strukturelt ligger tæt på analytten.«

2) Følgende indsættes som punkt 1.2.1a mellem punkt 1.2.1 og 1.2.2:

»1.2.1a. *Specifik anvendelse af co-kromatografi, når der ikke findes nogen intern standard*

Hvis der ikke kan anvendes en egnet intern standard, verificeres identifikationen af analytten ved co-kromatografi (*). I så fald må der kun fremkomme én top, og forøgelsen af tophøjden (eller arealet) er lig med mængden af tilsat analyt. Hvis dette ikke er praktisk muligt, anvendes matrixtilpassede eller matrixspikede standarder.

(*) Ved »co-kromatografi« forstås en metode, hvor prøveekstraktet inden kromatografi deles i to dele. Den ene del kromatograferes uden videre. Den anden del blandes med den standardanalyt, der skal måles. Så kromatograferes blandingen. Mængden af tilsat standardanalyt skal svare til den skønnede mængde analyt i ekstraktet. Co-kromatografi anvendes til at forbedre identifikationen af en analyt, når man anvender kromatografiske metoder, navnlig hvis der ikke kan anvendes nogen egnet intern standard.«

3) I punkt 1.2.2.2 affattes punktummet efter tabel 2 således:

»For analyser udført under repeterbarhedsforhold, er variationskoefficienten under repeterbarhedsforhold normalt under to tredjedele af værdierne i tabel 2, og den skal være lavere end eller lig med variationskoefficienten under reproducerbarhedsforhold.«

4) Punkt 1.2.3 affattes således:

»1.2.3. *Krav til kromatografisk separation*

1.2.3.1. Mindste acceptable retentionstid

For væske- eller gaskromatografi (LC og GC) er den mindste acceptable retentionstid for den undersøgte analyt i alle tilfælde to gange retentionstiden svarende til kolonnens dødvolumen.

1.2.3.2. Retentionstid for analytten i ekstraktet

Retentionstiden for analytten i ekstraktet skal svare til kalibreringsstandardens, en matrixtilpasset standards eller en matrixspiket standards med en tolerance på ± 0,1 minut. Ved hurtig kromatografi, hvor retentionstiden er under 2 minutter, accepteres en afvigelse på mindre end 5 % af retentionstiden.

1.2.3.3. Retentionstid, hvis der anvendes en intern standard

Hvis der anvendes en intern standard, skal forholdet mellem analyttens kromatografiske retentionstid og den interne standards, dvs. analyttens relative retentionstid, svare til den tid, som kalibreringsstandarden, den matrixtilpassede standard eller den matrixspikede standard har, med en afvigelse på højst 0,5 % for gaskromatografi og 1 % for væskekromatografi for metoder, der er valideret fra datoen for denne forordnings ikrafttræden.«

5) I punkt 2.1 affattes tabel 5 således:

»Tabel 5

Klassificering af analysemetoder efter de ydeevnekarakteristika, der skal bestemmes

Metode	Verifikation		Screening		
	Kvalitativ	Kvantitativ	Kvalitativ	Semikvantitativ (+)	Kvantitativ
Stoffer	A	A, B	A, B	A, B	A, B
Identifikation i overensstemmelse med 1.2	x	x			
CCα	x	x			
CCβ	—		x	x	x
Korrekthed		x			x
Præcision		x		(x)	x
Relativ matrixeffekt/absolut genfinding (*)		x			x
Selektivitet/specificitet		x	x	x	x
Stabilitet (#)		x	x	x	x
Robusthed		x	x	x	x

x: Det skal ved valideringen godtgøres, at kravene til ydeevnekarakteristikken er opfyldt.
x) Præcisionskravene i kapitel 1.2.2.2 behøver ikke at være opfyldt for semikvantitative screeningsmetoder. Præcisionen skal dog bestemmes for at godtgøre metodens egnethed til at undgå falsk overensstemmende analyseresultater.
A: forbudte eller ikke-godkendte stoffer
B: godkendte stoffer
(+) En semikvantitativ screeningsmetode er en screeningsmetode, der giver kvantitative resultater, men som ikke opfylder præcisionskravene i tabel 2 i bilag I til denne forordning.
(*) Det er relevant for MS-metoder ved valideringen at godtgøre, at kravene til ydeevnekarakteristika er opfyldt. Metodens relative matrixeffekt bestemmes, hvis denne effekt ikke blev vurderet under valideringsproceduren. Metodens absolutte genfinding bestemmes, hvis der ikke anvendes en intern standard eller matrixspiket kalibrering.
(#) Hvis der foreligger stabilitetsdata for analytter i en matrix fra videnskabelig litteratur eller fra et andet laboratorium, er det ikke nødvendigt, at disse data igen bestemmes af det pågældende laboratorium. En henvisning til foreliggende stabilitetsdata for analytter i opløsning kan dog kun accepteres, hvis der anvendes identiske betingelser.«

6) Punkt 2.2.1 affattes således:

»2.2.1. *Konventionel validering*

Beregning af parametrene ifølge konventionelle metoder forudsætter, at der gennemføres en række individuelle forsøg (jf. tabel 5 i dette bilag). Ved større ændringer skal ydeevnekarakteristikaenes fortsatte gyldighed verificeres. Ved multimetoder kan flere analytter analyseres samtidig, hvis blot man forinden udelukker evt. relevante interferenser. Adskillige karakteristika for metodens ydeevne kan bestemmes på lignende måde. For at minimere arbejdsbyrden anbefales det derfor, at forsøg i så høj grad som muligt kombineres (f.eks. repeterbarhed og intern reproducerbarhed med specificitet, analyse af blindprøver for at bestemme beslutningsgrænsen til verifikation og test for specificitet).«

7) Punkt 2.2.1.2., punkt 1, litra a), affattes således:

»a) 0,5 (**), 1,0 og 1,5 gange RPA eller

_____

(**) Hvis validering af et ikke-godkendt farmakologisk virksomt stof med en koncentration på 0,5 gange RPA ikke med rimelighed er opnåelig, kan koncentrationen på 0,5 gange RPA erstattes af den laveste koncentration på mellem 0,5 og 1,0 gange RPA, som med rimelighed er opnåelig, eller af.LCL, hvis den er lavere en 0,5 gange RPA.«

8) Punkt 2.2.1.3 ændres således:

a) Punkt 1, litra a), affattes således:

»a) 0,5 (***), 1,0 og 1,5 gange RPA eller

_____

(***)*** Hvis validering af et ikke-godkendt farmakologisk virksomt stof med en koncentration på 0,5 gange RPA ikke med rimelighed er opnåelig, kan koncentrationen på 0,5 gange RPA erstattes af den laveste koncentration på mellem 0,5 og 1,0 gange RPA, som med rimelighed er opnåelig, eller af.LCL, hvis den er lavere en 0,5 gange RPA.«

b) Punkt 6 affattes således:

»6. Ovenstående trin gentages ved mindst to andre lejligheder til i alt mindst 18 replikater pr. niveau.«

9) Punkt 2.2.1.4 ændres således:

a) Punkt 1, litra a), affattes således:

»a) 0,5 (****), 1,0 og 1,5 gange RPA eller

_____

(****) Hvis validering af et ikke-godkendt farmakologisk virksomt stof med en koncentration på 0,5 gange RPA ikke med rimelighed er opnåelig, kan koncentrationen på 0,5 gange RPA erstattes af den laveste koncentration på mellem 0,5 og 1,0 gange RPA, som med rimelighed er opnåelig, eller af.LCL, hvis den er lavere en 0,5 gange RPA.«

b) Punkt 5 affattes således:

»5. Ovenstående trin gentages ved mindst to andre lejligheder (til i alt mindst 18 replikater pr. niveau) med forskellige batcher af blindmateriale, forskellige personer og så mange forskellige betingelser som muligt, f.eks. forskellige batcher af reagenser, opløsningsmidler, forskellige rumtemperaturer, forskellige apparater eller en variation af andre parametre.«

10) I punkt 2.2.2 affattes punktummet efter tabel 6 således:

»Metodens karakteristika beregnes som beskrevet i Jülicher et al. (*****) eller i ISO/TS 23471:2022 (******).

_____

(*****) Jülicher, B., Gowik, P. and Uhlig, S. (1998) Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept. Analyst, 123, 173.

(******) ISO/TS 23471:2022 Forsøgsplaner til vurdering af usikkerhed — Anvendelse af faktorforsøg til bestemmelse af usikkerhedsfunktioner.«

11) Punkt 2.5, tredje afsnit, affattes således:

»Hvis de krævede stabilitetsdata ikke foreligger, bør følgende metoder anvendes. Desuden giver anvendelsen af en isokronisk tilgang (*******) med en opbevaringstemperaturplan, der svarer til den i tabel 7 i dette bilag, mulighed for at bestemme potentielle analytinstabiliteter samt et skøn over passende oplagringsperioder og kan også anvendes.

_____

(*******) Lamberty, A., Schimmel, H. and Pauwels, J. (1998) The study of the stability of reference materials by isochronous measurements. Fres. J. Anal. Chem. 360, 359.«

12) Punkt 2.5.2 affattes således:

»2.5.2. *Bestemmelse af analyttens/analytternes stabilitet i matrix*

1. Om muligt anvendes naturlige prøver. Hvis der ikke er naturlig matrix til rådighed, anvendes matrixblindprøve spiket med analytten.

2. Hvis der er naturlig matrix til rådighed, homogeniseres den, helst mens matrixen endnu er nu. Matrixen opdeles i fem portioner, og der analyseres en delprøve af hver portion.

3. Hvis der ikke er naturlig matrix til rådighed, tages noget matrixblindprøve, der homogeniseres. Matrixen deles i fem portioner. Hver portion spikes med analytten omkring det relevante niveau, som helst skal laves i en lille mængde i vandig opløsning. Den ene delprøve af hver portion analyseres straks.

4. Portionerne (underprøver) af den homogeniserede matrix eller den spikede blindmatrix opbevares ved en temperatur, der afspejler de opbevaringsbetingelser, der anvendes på laboratoriet for en given analyt/matrixkombination, og koncentrationerne af analytten bestemmes efter kortvarig oplagring, opbevaring på mellemlang sigt og langtidsopbevaring (som minimum så længe prøven normalt opbevares i laboratoriet).
5. Middelværdien af fem delprøver af én portion, der blev opbevaret, må ikke afvige mere end metodens interne reproducerbarhed fra middelværdien af fem nylavede delprøver. Middelværdien af de fem nylavede delprøver anvendes som grundlag for beregningen af den procentvise forskel.
6. Den maksimale acceptable opbevaringstid og de optimale opbevaringsforhold registreres.«

13) Punkt 2.7 ændres således:

a. Punkt 1, litra b), affattes således:

»b) Metode 2: Undersøgelse af spiket blindmateriale ved den oprindeligt valgte STC's koncentrationsniveau. På dette koncentrationsniveau skal der analyseres 20 spikede blindprøver for at sikre et pålideligt grundlag for denne bestemmelse. Hvis der resterer ≤ 5 % falsk overensstemmende resultater, er niveauet lig med metodens detektionsevne. Hvis der opnås > 5 % falsk overensstemmende resultater, forhøjes den valgte STC, og undersøgelsen gentages for at verificere overholdelsen af kravet om ≤ 5 % falsk overensstemmende resultater.«

b) Artikel 2, andet afsnit, udgår.

14) Punkt 2.9, første afsnit, affattes således:

»Det er ikke nødvendigt at bestemme metodens absolutte genfinding, hvis en intern standard, en matrixspiket kalibrering eller begge de nævnte er til rådighed. I alle andre tilfælde bestemmes metodens absolutte genfinding.«

15) Punkt 2.10, sidste afsnit, affattes således:

»Variationskoefficienten må ikke være større end de værdier, der er anført i tabel 2 i dette bilag for MF (standard normaliseret til IS).«

16) Kapitel 3, tredje afsnit, affattes således:

»I forbindelse med rutineanalyser er analyse af certificerede referencematerialer den foretrukne mulighed med henblik på at dokumentere metodens ydeevne. Da CRM, der indeholder de relevante analytter på de krævede koncentrationsniveauer, sjældent er tilgængelige, kan også referencematerialer, der er fremstillet og karakteriseret af EURL eller laboratorier, der er i besiddelse af en ISO/IEC 17043:2023 (********)-akkreditering, anvendes som alternativ. Som et andet alternativ kan der anvendes internt referencemateriale, der kontrolleres regelmæssigt.

_____

(********) ISO/IEC 17043:2023 Overensstemmelsesvurdering — Generelle krav til præstationsprøvning.«