Uradni list
Evropske unije

SL
Serija L

2024/2052

31.7.2024

IZVEDBENA UREDBA KOMISIJE (EU) 2024/2052

z dne 30. julija 2024

o spremembi Izvedbene uredbe (EU) 2021/808 glede področja uporabe in nekaterih izvedbenih meril analiznih metod za ostanke farmakološko aktivnih snovi, ki se uporabljajo pri živalih za proizvodnjo živil

(Besedilo velja za EGP)

EVROPSKA KOMISIJA JE –

ob upoštevanju Pogodbe o delovanju Evropske unije,

ob upoštevanju Uredbe (EU) 2017/625 Evropskega parlamenta in Sveta z dne 15. marca 2017 o izvajanju uradnega nadzora in drugih uradnih dejavnosti, da se zagotovi uporaba zakonodaje o živilih in krmi, pravil o zdravju in dobrobiti živali ter zdravju rastlin in fitofarmacevtskih sredstvih, ter o spremembi uredb (ES) št. 999/2001, (ES) št. 396/2005, (ES) št. 1069/2009, (ES) št. 1107/2009, (EU) št. 1151/2012, (EU) št. 652/2014, (EU) 2016/429 in (EU) 2016/2031 Evropskega parlamenta in Sveta, uredb Sveta (ES) št. 1/2005 in (ES) št. 1099/2009 ter direktiv Sveta 98/58/ES, 1999/74/ES, 2007/43/ES, 2008/119/ES in 2008/120/ES ter razveljavitvi uredb (ES) št. 854/2004 in (ES) št. 882/2004 Evropskega parlamenta in Sveta, direktiv Sveta 89/608/EGS, 89/662/EGS, 90/425/EGS, 91/496/EGS, 96/23/ES, 96/93/ES in 97/78/ES ter sklepa Sveta 92/438/EGS (Uredba o uradnem nadzoru) ([1]) in zlasti člena 34(6) Uredbe,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2021/808 ([2]) določa pravila o izvajanju analiznih metod za ostanke farmakološko aktivnih snovi, ki se uporabljajo pri živalih za proizvodnjo živil, o razlagi rezultatov in metodah, ki jih je treba uporabljati za vzorčenje.

(2) Izvedbena uredba (EU) 2021/808 se med drugim nanaša na izvedbena merila za analizne metode v zvezi z ostanki farmakološko aktivnih snovi v krmi. Vendar bi bilo treba pojasniti, da se Izvedbena uredba nanaša le na metode, ki se uporabljajo za preverjanje skladnosti z nekaterimi pravili o določitvi regulativnih ravni v krmi, ki so zajete v večletnih nacionalnih načrtih nadzora na področju ostankov farmakološko aktivnih snovi iz Izvedbene uredbe Komisije (EU) 2022/1646 ([3]), in ne zadeva metod, ki se uporabljajo za preverjanje skladnosti s pravili o navzkrižni kontaminaciji neciljne krme s protimikrobnimi učinkovinami iz Delegirane uredbe Komisije (EU) 2024/1229 ([4]). Področje uporabe Izvedbene uredbe (EU) 2021/808 bi bilo treba ustrezno spremeniti.

(3) Od sprejetja Izvedbene uredbe (EU) 2021/808 je bilo posodobljenih več mednarodnih standardov. Ustrezne reference bi bilo treba ustrezno posodobiti, da se zagotovi, da ostanejo točne.

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

([2]) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2021/808 z dne 22. marca 2021 o izvajanju analiznih metod za ostanke farmakološko aktivnih snovi, ki se uporabljajo pri živalih za proizvodnjo živil, o razlagi rezultatov in metodah, ki jih je treba uporabljati za vzorčenje, ter o razveljavitvi odločb 2002/657/ES in 98/179/ES (UL L 180, 21.5.2021, str. 84, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2021/808/oj).

([3]) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2022/1646 z dne 23. septembra 2022 o enotnih praktičnih ureditvah za izvajanje uradnega nadzora uporabe farmakološko aktivnih snovi, ki so odobrene kot zdravila za uporabo v veterinarski medicini ali kot krmni dodatki, ter prepovedanih ali neodobrenih farmakološko aktivnih snovi in njihovih ostankov, o posebni vsebini večletnih nacionalnih načrtov nadzora in posebnih ureditvah za njihovo pripravo (UL L 248, 26.9.2022, str. 32, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2022/1646/oj).

([4]) Delegirana uredba Komisije (EU) 2024/1229 z dne 20. februarja 2024 o dopolnitvi Uredbe (EU) 2019/4 Evropskega parlamenta in Sveta z določitvijo posebnih najvišjih mejnih vrednosti navzkrižne kontaminacije neciljne krme s protimikrobnimi učinkovinami in analiznih metod za te učinkovine v krmi (UL L, 2024/1229, 30.4.2024, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_del/2024/1229/oj).

(4) Za zagotovitev ustreznega preverjanja izvedbenih meril bi bilo treba v Izvedbeni uredbi (EU) 2021/808 izrecno navesti, da bi bilo treba vse odklone od določenih tehničnih meril dokumentirati in analizirati s sledljivimi dokazi. Zato bi bilo treba to zahtevo dodati k splošnim zahtevam analiznih metod.

(5) Prehodno obdobje za nekatere določbe iz člena 7 Izvedbene uredbe (EU) 2021/808 se je končalo. Zato je primerno, da se navedeni člen ustrezno spremeni.

(6) Za izboljšanje berljivosti splošnih zahtev za potrditvene metode bi bilo treba nekatere dele ustreznih določb vključiti v posebno podpoglavje, ki se nanaša na posebno uporabo kokromatografije.

(7) Na podlagi izkušenj, pridobljenih med izvajanjem Izvedbene uredbe (EU) 2021/808, variacijski koeficient pod pogoji ponovljivosti v nekaterih primerih ne more izpolnjevati zahtev glede natančnosti, zato bi bilo treba to zahtevo spremeniti, da bi se upoštevali pogoji obnovljivosti.

(8) Glede na značilnosti učinkovitosti so lahko presejalne metode treh različnih vrst. Čeprav so kvalitativne in kvantitativne metode opredeljene v Izvedbeni uredbi (EU) 2021/808, manjka razlaga semikvantitativne presejalne metode. Zato bi bilo treba razlago te vrste metode dodati k razvrstitvi analiznih metod.

(9) Zahteve za izvajanje več posameznih poskusov za vsako večjo spremembo se trenutno nanašajo na robustnost. Ker je treba ob večji spremembi preveriti tudi druge značilnosti učinkovitosti, bi bilo treba navesti reference na vse potrebne značilnosti učinkovitosti, zato bi bilo treba zadevne določbe ustrezno spremeniti.

(10) Za nedovoljeno farmakološko aktivno snov se zahteva validacija koncentracije 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe. Vendar je včasih ni mogoče razumno doseči, saj je z analiznega vidika koncentracija prenizka, zato se koncentracija 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe lahko nadomesti z najnižjo koncentracijo med 0,5- in 1,0-kratnikom referenčne vrednosti za ukrepe, ki jo je mogoče razumno doseči. V nekaterih primerih je najnižja koncentracijska točka lahko nižja od 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe, zato bi bilo treba v ustrezne opombe dodati možnost validacije na tej ravni koncentracije.

(11) Za pojasnitev skupnega števila paralelk, potrebnih za določitev ponovljivosti in obnovljivosti znotraj laboratorija, bi bilo treba to število izrecno navesti v ustreznih podkategorijah.

(12) Validacija analiznih metod se lahko izvede v skladu z alternativnimi modeli z uporabo poskusnega načrta. Trenutno je na voljo mednarodni standard ISO/TS 23471:2022, zato bi bilo treba referenco nanj dodati kot drugo možnost za izračun značilnosti metode.

(13) Izohroni pristop pri določanju stabilnosti analita omogoča boljšo določitev morebitnih nestabilnosti analita in oceno ustreznih obdobij shranjevanja. Zato bi bilo treba ta pristop dodati k možnostim za določitev stabilnosti analita.

(14) Med izvajanjem Izvedbene uredbe (EU) 2021/808 je postopek, ki opisuje določitev stabilnosti analita v matriksu, privedel do različnih razlag. Zato je primerno, da se navedeni postopek dodatno pojasni, zlasti v fazah ojačitve analita in pri uporabi ustreznih izrazov za alikvote in količine.

(15) Izračun določitvene sposobnosti za presejanje (CCβ) za metodo 2 za nedovoljene ali prepovedane farmakološko aktivne snovi trenutno vključuje samo primere, v katerih izbrana ciljna koncentracija pri presejanju zagotavlja manj kot ali enako 5 % lažno skladnih rezultatov. Zato bi bilo treba dodati določbo za primere, v katerih je odstotek lažno skladnih rezultatov višji od 5.

(16) Za presejalne metode se poroča samo CCβ za posamezno snov. Zato je dodatna določba za vsoto CCβ, vključena v določbe za izračun CCβ, odvečna in bi jo bilo treba črtati.

(17) Potreba po določitvi absolutnega izkoristka metode je odvisna od nerazpoložljivosti internega standarda ali od tega, ali se uporablja umerjanje, ojačano z matriksom, ali ne. Trenutno besedilo, da se absolutni izkoristek metode določi, če se ne uporablja interni standard ali umerjanje, ojačano z matriksom, lahko povzroči zmedo, saj se lahko razume, da se oba primera pojavita skupaj, ko pa za določitev absolutnega izkoristka zadostuje le eden od dveh pogojev.

(18) Kar zadeva relativne učinke matriksa, se vrednost variacijskega koeficienta trenutno nanaša na največji numerični odstotek brez razlikovanja masnih deležev. Ker preglednica 2 iz Priloge I k Izvedbeni uredbi (EU) 2021/808 vsebuje različne sprejemljive variacijske koeficiente glede na različne masne deleže, bi se moral sprejemljivi variacijski koeficient nanašati na vrednosti iz navedene preglednice.

(19) Izvedbeno uredbo (EU) 2021/808 bi bilo zato treba ustrezno spremeniti.

(20) Ukrepi iz te uredbe so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za rastline, živali, hrano in krmo –

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

Izvedbena uredba (EU) 2021/808 se spremeni:

(1) člen 1 se nadomesti z naslednjim:

„*Člen 1*

Predmet urejanja in področje uporabe

Ta uredba določa pravila o analiznih metodah, ki se uporabljajo za vzorčenje in laboratorijske analize v zvezi z ostanki farmakološko aktivnih snovi v okviru nacionalnih načrtov, kot so opredeljeni v členu 3 Izvedbene uredbe Komisije (EU) 2022/1646 (*) . Določa tudi pravila za razlago analiznih rezultatov teh laboratorijskih analiz.

Ta uredba se uporablja za uradni nadzor, namenjen preverjanju skladnosti z zahtevami glede prisotnosti ostankov farmakološko aktivnih snovi.

_____

(*) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2022/1646 z dne 23. septembra 2022 o enotnih praktičnih ureditvah za izvajanje uradnega nadzora uporabe farmakološko aktivnih snovi, ki so odobrene kot zdravila za uporabo v veterinarski medicini ali kot krmni dodatki, ter prepovedanih ali neodobrenih farmakološko aktivnih snovi in njihovih ostankov, o posebni vsebini večletnih nacionalnih načrtov nadzora in posebnih ureditvah za njihovo pripravo (UL L 248, 26.9.2022, str. 32, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2022/1646/oj).“;

(2) v členu 2 se drugi pododstavek spremeni:

(a) točka (36) se nadomesti z naslednjim:

„(36) ‚obnovljivost‘ pomeni natančnost v pogojih, pri katerih se preizkusni rezultati dobijo z isto metodo na enakih preizkusnih primerkih v različnih laboratorijih z različnimi izvajalci, ki uporabljajo različno opremo (*);

_____

(*) ISO 5725-1:2023 Točnost (pravilnost in natančnost) merilnih metod in rezultatov – del 1: Splošna načela in definicije (poglavje 3).“;

(b) točka (47) se nadomesti z naslednjim:

„(47) ‚enote' pomenijo enote, opisane v standardu ISO 80000-1:2022 (*) in Direktivi Sveta 80/181/EGS (**);

_____

(*) ISO 80000-1:2022 Veličine in enote – del 1: Splošno (Uvod).

(**) Direktiva Sveta z dne 20. decembra 1979 o približevanju zakonodaje držav članic, ki se nanašajo na merske enote, in o razveljavitvi direktive 71/354/EGS (80/181/EGS) (UL L 39, 15.2.1980, str. 40, ELI: http://data.europa.eu/eli/dir/1980/181/oj).";

(3) v členu 3 se v točki (4) za prvim pododstavkom doda naslednji drugi pododstavek:

„Kadar so bili med validacijo ugotovljeni odkloni od meril iz preglednic 1 in 2 Priloge I, se vpliv teh odklonov na rezultat validacije analizira na dokumentirano sledljiv način.";

(4) v členu 7 se črta tretji odstavek;

(5) Priloga I k Izvedbeni uredbi (EU) 2021/808 se spremeni v skladu s Prilogo k tej uredbi.

Člen 2

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

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 30. julija 2024

Za Komisijo
predsednica
Ursula VON DER LEYEN

PRILOGA

Priloga I k Izvedbeni uredbi (EU) 2021/808 se spremeni:

(1) točka 1.2.1 se nadomesti z naslednjim:

„1.2.1 *Splošne zahteve za potrditvene metode*

Pri prepovedanih ali nedovoljenih snoveh je CCα tako nizka, kot jo je razumno mogoče doseči. Pri prepovedanih ali nedovoljenih snoveh, za katere je v skladu z Uredbo (EU) 2019/1871 določena referenčna vrednost za ukrepe, je CCα nižja od referenčne vrednosti za ukrepe ali enaka tej vrednosti.

Pri dovoljenih snoveh je CCα višja od mejne vrednosti ostankov ali mejne vrednosti, vendar jima mora biti čim bližja.

Za namene potrditve se uporabljajo samo analizne metode, za katere je mogoče na dokumentirano sledljiv način dokazati, da so validirane in da znaša delež lažno neskladnih snovi (alfa (α) napaka) manj ali enako 1 % za prepovedane ali nedovoljene snovi ali manj ali enako 5 % za dovoljene snovi.

Potrditvene metode zagotavljajo informacije o strukturni kemijski sestavi analita. Zato potrditvene metode, ki temeljijo samo na kromatografski analizi brez uporabe masne spektrometrične detekcije, same po sebi niso primerne za uporabo kot potrditvene metode za prepovedane ali nedovoljene farmakološko aktivne snovi. Če masna spektrometrija ni primerna za dovoljene snovi, se lahko uporabijo druge metode, kot sta HPLC-DAD in HPLC-FLD, ali njihova kombinacija.

Kadar je to potrebno glede na potrditveno metodo, se na začetku postopka ekstrakcije preizkusni količini doda primeren interni standard. Glede na razpoložljivost se uporabijo analiti stabilne izotopsko označene oblike, ki so zlasti primerni za masno spektrometrično detekcijo, ali podobne spojine, ki so strukturno tesno povezane z analitom.“;

(2) točka 1.2.1a se vstavi med točki 1.2.1 in 1.2.2:

„1.2.1a *Posebna uporaba kokromatografije, kadar interni standard ni na voljo*

Kadar ni mogoče uporabiti primernega internega standarda, se identifikacija analita po možnosti potrdi s kokromatografijo (*) . V tem primeru se zazna le en kromatografski vrh, pri čemer povečana višina vrha (ali ploščina pod vrhom) ustreza količini dodanega analita. Če to ni izvedljivo, se uporabijo v matriksu pripravljeni standardi ali z matriksom ojačani standardi.

(*) Kokromatografija je postopek, pri katerem se izvleček vzorca pred kromatografskimi koraki razdeli na dva dela. Prvi del se kromatografira kot tak. Drugi del se zmeša s standardnim analitom, ki ga je treba izmeriti. Nato se tudi ta mešanica kromatografira. Količina dodanega standardnega analita mora biti podobna ocenjeni količini analita v izvlečku. Kokromatografija se uporablja za izboljšanje identifikacije analita, kadar se uporabljajo kromatografske metode, zlasti kadar ni mogoče uporabiti nobenega primernega internega standarda.“;

(3) v točki 1.2.2.2 se stavek za preglednico 2 nadomesti z naslednjim:

„Za analize, izvedene v pogojih ponovljivosti, je variacijski koeficient v pogojih ponovljivosti običajno pod dvema tretjinama vrednosti iz preglednice 2 in je nižji od variacijskega koeficienta v pogojih obnovljivosti ali enak temu koeficientu.“;

(4) točka 1.2.3 se nadomesti z naslednjim:

„1.2.3 *Zahteve za kromatografsko ločevanje*

1.2.3.1 Najmanjši sprejemljivi retencijski čas

Pri tekočinski (LC) ali plinski kromatografiji (GC) je najmanjši sprejemljivi retencijski čas za analizirane analite dvakratnik retencijskega časa, ki ustreza prostemu volumnu kolone.

1.2.3.2 Retencijski čas analita v izvlečku

Retencijski čas analita v izvlečku ustreza retencijskemu času kalibracijskega standarda, v matriksu pripravljenega ali z matriksom ojačanega standarda, z dovoljenim odstopanjem ±0,1 minute. Za hitro kromatografijo, pri kateri je retencijski čas krajši od dveh minut, je sprejemljiv odklon za manj kot 5 % retencijskega časa.

1.2.3.3 Retencijski čas v primeru uporabe internega standarda

Če se uporablja interni standard, razmerje med kromatografskim retencijskim časom analita in retencijskim časom internega standarda, tj. relativni retencijski čas analita, ustreza retencijskemu času kalibracijskega standarda, v matriksu pripravljenega ali z matriksom ojačanega standarda z največjim odklonom 0,5 % pri plinski kromatografiji in 1 % pri tekočinski kromatografiji za metode, validirane od datuma začetka veljavnosti te uredbe.“;

(5) v točki 2.1 se preglednica 5 nadomesti z naslednjim:

„Preglednica 5

Razvrstitev analiznih metod po značilnostih učinkovitosti, ki jih je treba določiti

Metoda	Potrjevanje		Presejanje		
	Kvalitativno	Kvantitativno	Kvalitativno	Semikvantitativno (+)	Kvantitativno
Snovi	A	A, B	A, B	A, B	A, B
Identifikacija v skladu s točko 1.2	x	x			
CCα	x	x			
CCβ	–		x	x	x
Pravilnost		x			x
Natančnost		x		(x)	x
Relativni učinek matriksa/absolutni izkoristek (*)		x			x
Selektivnost/specifičnost		x	x	x	x
Stabilnost (#)		x	x	x	x
Robustnost		x	x	x	x

x: Z validacijo je treba dokazati, da so izpolnjene zahteve glede značilnosti učinkovitosti.
(x) Zahtev glede natančnosti iz poglavja 1.2.2.2 ni treba izpolnjevati pri semikvantitativnih presejalnih metodah. Določi pa se natančnost, da se dokaže primernost metode za izogibanje lažno skladnim rezultatom analiz.
A: prepovedane ali nedovoljene snovi
B: dovoljene snovi
(+) Semikvantitativna presejalna metoda je presejalna metoda, ki daje kvantitativne rezultate, vendar ne izpolnjuje zahtev glede natančnosti iz preglednice 2 Priloge I k tej uredbi.
(*) Ustrezno za metode masne spektrometrije (MS), da se z validacijo dokaže, da so izpolnjene zahteve glede značilnosti učinkovitosti. Relativni učinek matriksa metode se določi, kadar ta učinek med postopkom validacije ni bil ocenjen. Absolutni izkoristek metode se določi, če se ne uporablja interni standard ali umerjanje, ojačano z matriksom.
(#) Če so podatki o stabilnosti analitov v matriksu na voljo iz znanstvene literature ali drugega laboratorija, zadevnemu laboratoriju teh podatkov ni treba še enkrat določiti. Vendar je sklicevanje na razpoložljive podatke o stabilnosti analitov v raztopini sprejemljivo le, če se uporabljajo enaki pogoji.“;

(6) točka 2.2.1 se nadomesti z naslednjim:

„2.2.1 *Konvencionalna validacija*

Za izračun parametrov v skladu s konvencionalnimi metodami je treba izvesti več posameznih eksperimentov (glej preglednico 5 v tej prilogi). Pri večjih spremembah je treba preveriti stalno veljavnost značilnosti učinkovitosti. Pri metodah z več analiti se lahko hkrati analizira več analitov, če se izključijo morebitne pomembne motnje. Podobno se lahko določi več značilnosti učinkovitosti. Da bi se čim bolj zmanjšala delovna obremenitev, je priporočljivo, da se poskusi čim bolj kombinirajo (npr. ponovljivost in obnovljivost znotraj laboratorija s specifičnostjo, analiza slepih vzorcev za določitev odločitvene meje za potrditev in preskušanje specifičnosti).“;

(7) v točki 2.2.1.2, točka 1, se podtočka (a) nadomesti z naslednjim:

„(a) 0,5 (**) , 1,0 in 1,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe; ali

_____
(**) Kadar pri nedovoljeni farmakološko aktivni snovi validacije koncentracije 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe ni mogoče razumno doseči, se lahko koncentracija, ki je 0,5-kratnik referenčne vrednosti za ukrepe, nadomesti z najnižjo koncentracijo med 0,5- in 1,0-kratnikom referenčne vrednosti za ukrepe, ki jo je razumno mogoče doseči, ali z najnižjo koncentracijsko točko, če je nižja od 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe.“

(8) točka 2.2.1.3 se spremeni:

(a) v točki 1 se podtočka (a) nadomesti z naslednjim:

„(a) 0,5 (***), 1,0 in 1,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe; ali

_____
(***) Kadar pri nedovoljeni farmakološko aktivni snovi validacije koncentracije 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe ni mogoče razumno doseči, se lahko koncentracija, ki je 0,5-kratnik referenčne vrednosti za ukrepe, nadomesti z najnižjo koncentracijo med 0,5- in 1,0-kratnikom referenčne vrednosti za ukrepe, ki jo je razumno mogoče doseči, ali z najnižjo koncentracijsko točko, če je nižja od 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe.“

(b) točka 6 se nadomesti z naslednjim:

„6. Te korake ponovite vsaj dvakrat za skupno najmanj 18 paralelk na raven.“;

(9) točka 2.2.1.4 se spremeni:

(a) v točki 1 se podtočka (a) nadomesti z naslednjim:

„(a) 0,5 (****) , 1,0 in 1,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe; ali

_____

(****) Kadar pri nedovoljeni farmakološko aktivni snovi validacije koncentracije 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe ni mogoče razumno doseči, se lahko koncentracija, ki je 0,5-kratnik referenčne vrednosti za ukrepe, nadomesti z najnižjo koncentracijo med 0,5- in 1,0-kratnikom referenčne vrednosti za ukrepe, ki jo je razumno mogoče doseči, ali z najnižjo koncentracijsko točko, če je nižja od 0,5-kratnika referenčne vrednosti za ukrepe.“

(b) točka 5 se nadomesti z naslednjim:

„5. Te korake ponovite vsaj dvakrat (za skupno najmanj 18 paralelk na raven) z različnimi serijami slepega materiala, različnimi izvajalci in v čim več različnih pogojih okolja, npr. z različnimi serijami reagentov in topil, pri različnih sobnih temperaturah, z različnimi instrumenti ali variacijo drugih parametrov.“

(10) V točki 2.2.2 se stavek za preglednico 6 nadomesti z naslednjim:

„Značilnosti metode se izračunajo, kot je opisano v Jülicher in drugi (*****) ali v standardu ISO/TS 23471:2022 (******) .

_____

(*****) Jülicher, B., Gowik, P. in Uhlig, S. (1998) *Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept* (Ocena metod detekcije pri analiziranju sledov s pomočjo koncepta znotrajlaboratorijske validacije na podlagi statističnih podatkov). Analitik, 123, 173.

(******) ISO/TS 23471:2022, Poskusne zasnove za oceno negotovosti – uporaba faktorskih zasnov za določanje funkcij negotovosti.“;

(11) v točki 2.5 se tretji odstavek nadomesti z naslednjim:

„Če zahtevani podatki o stabilnosti niso na voljo, je treba uporabiti naslednje pristope. Poleg tega tudi izvajanje izohronega pristopa (*******) s shemo temperature shranjevanja, podobno tisti iz preglednice 7 te priloge, omogoča določitev morebitnih nestabilnosti analita in tudi oceno ustreznih obdobij shranjevanja ter se prav tako lahko uporabi.

_____

(*******) Lamberty, A., Schimmel, H. in Pauwels, J. (1998) *The study of the stability of reference materials by isochronous measurements* (Študija stabilnosti referenčnih materialov z izohronimi meritvami). Fres. J. Anal. Chem. 360, 359.“;

(12) točka 2.5.2 se nadomesti z naslednjim:

„2.5.2 *Določitev stabilnosti analitov v matriksu*

1. Če je mogoče, uporabite nastale vzorce. Če ni na voljo nobenega nastalega matriksa, se uporabi slepi matriks, ojačan z analitom.

2. Če je nastali zadevni matriks na voljo, ga homogenizirajte, po možnosti dokler je matriks še svež. Matriks razdelite na pet deležev in analizirajte en alikvot iz vsakega deleža.

3. Če ni na voljo nobenega nastalega matriksa, vzemite nekaj slepega matriksa in ga homogenizirajte. Matriks razdelite na pet deležev. Vsak delež ojačajte z analitom okoli koncentracijskega območja, analit pa naj bi bil po možnosti pripravljen v majhni količini vodne raztopine. En alikvot iz vsakega deleža analizirajte takoj.

4. Deleže (podvzorce) homogeniziranega nastalega matriksa ali ojačanega slepega matriksa shranite pri temperaturi, ki odraža pogoje shranjevanja, sprejete v laboratoriju za zadevno kombinacijo analita/matriksa, in določite koncentracije analita po kratkoročnem shranjevanju, srednjeročnem shranjevanju in dolgoročnem shranjevanju (vsaj dokler se vzorec običajno hrani v laboratoriju).

5. Povprečna vrednost petih alikvotov iz enega deleža, ki je bil shranjen, od povprečne vrednosti petih sveže pripravljenih alikvotov odstopa za največ obnovljivost znotraj laboratorija metode. Povprečna vrednost petih sveže pripravljenih alikvotov se uporabi kot osnova za izračun razlike v odstotkih.

6. Zabeležite najdaljši sprejemljivi čas shranjevanja in optimalne pogoje shranjevanja.“;

(13) točka 2.7 se spremeni:

(a) v točki 1 se točka (b) nadomesti z naslednjim:

„(b) Metoda 2: preiskava ojačanega slepega materiala na ravni koncentracije prvotno izbrane ciljne koncentracije pri presejanju. Na tej ravni koncentracije je treba analizirati 20 ojačanih slepih materialov, da se zagotovi zanesljiva osnova za to določitev. Če na tej ravni koncentracije ostane samo ≤ 5 % lažno skladnih rezultatov, je raven enaka določitveni sposobnosti metode. Če se pridobi > 5 % lažno skladnih rezultatov, se izbrana ciljna koncentracija pri presejanju poveča, preiskava pa se ponovi, da se preveri skladnost z zahtevo za ≤ 5 % lažno skladnih rezultatov.“;

(b) v točki 2 se črta drugi odstavek;

(14) v točki 2.9 se prvi odstavek nadomesti z naslednjim:

„Absolutnega izkoristka metode ni treba določiti, če so na voljo interni standard, umerjanje, ojačano z matriksom, ali oboje. V vseh drugih primerih se določi absolutni izkoristek metode.“;

(15) v točki 2.10 se zadnji odstavek nadomesti z naslednjim:

„Variacijski koeficient za MF (standard, normaliziran za IS) ni večji od vrednosti, navedenih v preglednici 2 te priloge.“;

(16) v poglavju 3 se tretji odstavek nadomesti z naslednjim:

„Med rutinsko analizo je analiza certificiranih referenčnih materialov najprimernejša možnost za zagotovitev dokazov o učinkovitosti metode. Ker so certificirani referenčni materiali, ki vsebujejo ustrezne analite na zahtevanih ravneh koncentracije, redko na voljo, se lahko kot alternativa uporabijo tudi referenčni materiali, ki jih zagotavljajo in označujejo EURL ali laboratoriji, akreditirani po standardu ISO/IEC 17043:2023 (********) . Kot še ena alternativa se lahko uporabijo tudi interni referenčni materiali, ki se redno nadzirajo.

_____

(********) ISO/IEC 17043:2023 Ugotavljanje skladnosti – splošne zahteve za preskušanje strokovne usposobljenosti.“.