2023/2783

15.12.2023 г.

РЕГЛАМЕНТ ЗА ИЗПЪЛНЕНИЕ (ЕС) 2023/2783 НА КОМИСИЯТА

от 14 декември 2023 година

за определяне на методи за вземане на проби и за анализ за целите на контрола на количествата на растителни токсини в храните и за отмяна на Регламент (ЕС) 2015/705

(текст от значение за ЕИП)

ЕВРОПЕЙСКАТА КОМИСИЯ,

като взе предвид Договора за функционирането на Европейския съюз,

като взе предвид Регламент (ЕС) 2017/625 на Европейския парламент и на Съвета от 15 март 2017 г. относно официалния контрол и другите официални дейности, извършвани с цел да се гарантира прилагането на законодателството в областта на храните и фуражите, правилата относно здравеопазването на животните и хуманното отношение към тях, здравето на растенията и продуктите за растителна защита, за изменение на регламенти (ЕО) № 999/2001, (ЕО) № 396/2005, (ЕО) № 1069/2009, (ЕО) № 1107/2009, (ЕС) № 1151/2012, (ЕС) № 652/2014, (ЕС) 2016/429 и (ЕС) 2016/2031 на Европейския парламент и на Съвета, регламенти (ЕО) № 1/2005 и (ЕО) № 1099/2009 на Съвета и директиви 98/58/ЕО, 1999/74/ЕО, 2007/43/ЕО, 2008/119/ЕО и 2008/120/ЕО на Съвета, и за отмяна на регламенти (ЕО) № 854/2004 и (ЕО) № 882/2004 на Европейския парламент и на Съвета, директиви 89/608/ЕИО, 89/662/ЕИО, 90/425/ЕИО, 91/496/ЕИО, 96/23/ЕО, 96/93/ЕО и 97/78/ЕО на Съвета и Решение 92/438/ЕИО на Съвета (Регламент относно официалния контрол) ([1]), и по-специално член 34, параграф 6 от него,

като има предвид, че:

(1) С Регламент (ЕС) 2023/915 на Комисията ([2]) се определят максимално допустимите количества на някои растителни токсини в храните.

(2) Вземането на проби е от съществено значение за прецизността при определянето на количествата на растителни токсини в дадена партида, тъй като разпределението на растителните токсини в една партида може да бъде неравномерно. Поради това е уместно да се установят методи за вземане на проби за целите на официалния контрол на количествата на растителни токсини в храните.

(3) С Регламент за изпълнение (ЕС) 2023/2782 на Комисията ([3]) се определят методите за вземане на проби, които да бъдат използвани за целите на официалния контрол на количествата на микотоксини в храните. Като се има предвид, че както растителните токсини, така и микотоксините са неравномерно разпределени в партидите, е уместно тези методи за вземане на проби да се прилагат и по отношение на растителните токсини.

(4) Официалният контрол може да се извършва върху храни, за които не са установени конкретни максимално допустими количества на растителните токсини и процедура за вземане на проби. Поради това е уместно да бъдат посочени критерии, с които да се определи коя процедура за вземане на проби следва да се използва в тези случаи.

(5) Необходимо е също така да се определят общи критерии за ефективност, на които следва да съответства методът за анализ с цел да се гарантира, че контролните лаборатории използват методи за анализ със сравними нива на ефективност. Тъй като референтната лаборатория на Европейския съюз за микотоксини и растителни токсини определи критериите за ефективност на метода за анализ на растителни токсини в храните въз основа на най-добрата налична научна информация, е целесъобразно тези критерии да бъдат установени в настоящия регламент.

([1]) ОВ L 95, 7.4.2017 г., стр. 1.

([2]) Регламент (ЕС) 2023/915 на Комисията от 25 април 2023 г. относно максимално допустимите количества на някои замърсители в храните и за отмяна на Регламент (ЕО) № 1881/2006 (ОВ L 119, 5.5.2023 г., стр. 103).

([3]) Регламент за изпълнение (ЕС) 2023/2782 на Комисията от 14 декември 2023 г. за определяне на методи за вземане на проби и за анализ за целите на контрола на количествата на микотоксини в храните и за отмяна на Регламент (ЕО) № 401/2006 (ОВ L, 2023/2782, 15.12.2023 г., ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) С Регламент (ЕС) 2015/705 на Комисията ([4]) се определят методите за вземане на проби и критериите за изпълнение за методите за анализ за целите на официалния контрол на количествата на ерукова киселина в храните. Тъй като методите за вземане на проби и критериите за ефективност на метода за анализ, определени в настоящия регламент, са подходящи и за целите на контрола на растителния токсин ерукова киселина в храните, е уместно в интерес на опростяването да се отмени Регламент (ЕС) 2015/705.

(7) Необходимо е да се осигури достатъчно време на контролните лаборатории да изпълнят новите изисквания, въведени с настоящия регламент. Поради това е уместно да се предвиди разумен срок преди прилагането на настоящия регламент.

(8) С цел да не се прекъсва извършването на официален контрол и други регулаторни дейности във връзка с максимално допустимите количества на растителни токсини и за да се осигури достатъчно време за повторно валидиране на методите за анализ, е уместно да се предвиди възможността методите за анализ, валидирани преди датата на прилагане на настоящия регламент, да могат да продължат да се използват за определен период от време.

(9) Мерките, предвидени в настоящия регламент, са в съответствие със становището на Постоянния комитет по растенията, животните, храните и фуражите,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

За целите на настоящия регламент се прилагат определенията в член 1 от Регламент за изпълнение (ЕС) 2023/2782.

Член 2

1) Вземането на проби за целите на контрола на количествата на растителни токсини в храните се извършва в съответствие с методите, посочени в приложение I.

2) Когато храната не може да бъде класифицирана в категория храни, за която в приложение I е посочена процедура за вземане на проби, процедурата за вземане на проби се определя въз основа на размера на частиците на храната или сходството ѝ с продукт, който може да бъде класифициран в една от категориите храни в приложение I.

3) Когато храната не може да бъде класифицирана в никоя от категориите храни, посочени в приложение I, и при условие че има доказателство за равномерното разпределение на растителния токсин в нея, вземането на проби от храната се извършва съгласно метода за вземане на проби, посочен в част Б от приложението към Регламент (ЕО) № 333/2007 на Комисията ([5]).

Член 3

Подготовката на пробите и методите за анализ за целите на контрола на количествата на растителни токсини в храните се извършват в съответствие с критериите, посочени в приложение II.

Член 4

Регламент (ЕС) 2015/705 се отменя. Позоваванията на отменения регламент се считат за позовавания на настоящия регламент за изпълнение.

([4]) Регламент (ЕС) 2015/705 на Комисията от 30 април 2015 г. за определяне на методи за вземане на проби и критерии за изпълнение за методите за анализ за целите на официалния контрол на количествата на ерукова киселина в храните и за отмяна на Директива 80/891/ЕИО на Комисията (ОВ L 113, 1.5.2015 г., стр. 29).

([5]) Регламент (ЕО) № 333/2007 на Комисията от 28 март 2007 г. за установяване на методите за вземане на проби и за анализ за целите на контрола на количествата на микроелементите и замърсителите при преработката в храни (ОВ L 88, 29.3.2007 г., стр. 29).

Член 5

Настоящият регламент влиза в сила на двадесетия ден след деня на публикуването му в *Официален вестник на Европейския съюз*.

Той се прилага от 1 април 2024 г. Методите за анализ, валидирани преди датата на прилагане на настоящия регламент, могат да продължат да се използват до 1 юли 2028 г. дори ако не отговарят на всички специфични изисквания, посочени в точка 4.2 от приложение II към настоящия регламент.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави членки.

Съставено в Брюксел на 14 декември 2023 година.

За Комисията
Председател
Ursula VON DER LEYEN

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Методи за вземане на проби за целите на контрола на количествата на растителни токсини в храните

ЧАСТ I

ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

A.1. **Общи разпоредби**

A.1.1. *Персонал*

Вземането на проби се извършва от лице, посочено от компетентния орган на държавата членка.

A.1.2. *Материал, от който се вземат проби*

Проби се вземат поотделно от всяка партида, която трябва да се изследва. В съответствие със специфичните разпоредби за вземане на проби за различните растителни токсини големите партиди се разделят на подпартиди, от които се вземат проби поотделно.

A.1.3. *Предпазни мерки, които трябва да бъдат взети*

В хода на вземането на проби и подготовката на пробите се прилагат предпазни мерки, за да се избегнат промени, които:

— биха повлияли на съдържанието на растителни токсини, биха имали неблагоприятно въздействие върху аналитичното определяне или биха направили съставните проби непредставителни,

— биха повлияли на безопасността на храните в партидите, от които се вземат проби.

Вземат се също така всички необходими мерки, за да се осигури безопасността на лицата, които вземат пробите.

A.1.4. *Точкови проби*

Доколкото е възможно, точковите проби се вземат от различни места, разпределени из цялата партида или подпартида. Отклоненията от тази процедура се записват в протокола, посочен в точка A.1.8 от настоящото приложение.

A.1.5. *Подготовка на сборната проба*

Сборната проба се образува чрез обединяване на точковите проби.

A.1.6. *Проби за повторен анализ*

Пробите за повторен анализ за целите на официалния контрол, защитата и арбитража се вземат от хомогенизираната сборна проба, освен ако процедурата не противоречи на установените в държавите членки правила относно правата на стопанския субект в областта на храните.

A.1.7. *Пакетиране и предаване на проби*

Всяка проба се поставя в чист съд от инертен материал, който осигурява подходяща защита от замърсяване и повреда при транспортиране. Предприемат се всички необходими предпазни мерки, за да се избегне промяна в състава на пробата, каквато би могла да възникне при транспортиране или съхранение.

A.1.8. *Запечатване и етикетиране на проби*

Всяка проба, взета за официална употреба, се запечатва на мястото на вземането ѝ и се обозначава съгласно правилата на държавата членка.

За всяко вземане на проби се съхранява протокол, който позволява всяка партида да бъде еднозначно идентифицирана и съдържа датата и мястото на вземане на пробите, както и допълнителна информация, която може да бъде от помощ на анализатора.

A.2. **Различни видове партиди**

Хранителните стоки могат да се търгуват в насипно състояние, в контейнери или в отделни опаковки, като чували, торби, опаковки за продажба на дребно/отделни опаковки. Методът за вземане на проби може да се използва за стоки, пуснати на пазара в насипно състояние, контейнери или отделни опаковки, като чували, торби, опаковки за продажба на дребно/отделни опаковки или във всяка друга различна форма.

Без да се засягат специфичните разпоредби за вземане на проби, посочени в други части от настоящото приложение, за изчисляване на честотата на пробовземане от партиди, пуснати на пазара в отделни опаковки, като чували, торби, опаковки за продажба на дребно/отделни опаковки, се използва следната формула:

$$\text{Честота на пробовземане (SF) } n = \frac{\text{тегло на партидата x тегло на точковата проба}}{\text{тегло на сборната проба x тегло на отделната опаковка}}$$

— тегло — в kg,

— честота на пробовземане (SF) — всяка n-та отделна опаковка, от която се взема точкова проба (десетичните числа следва да се закръглят до най-близкото цяло число).

A.3. **Вземане на проби от стоки, чиито обем е по-голям от теглото им**

С изключение на хранителните стоки по част II, букви Л и М от приложение I към Регламент за изпълнение (ЕС) 2023/2782, когато се вземат проби от хранителни стоки, чиито обем е по-голям от теглото им (т.е. обем (dm^3)/тегло (kg) > 5), изискванията за теглото могат да бъдат заменени с равнозначни изисквания за обема (т.е. 1 kg се заменя с 1 dm^3).

ЧАСТ II

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

Прилагат се методите за вземане на проби, посочени в част II от приложение I към Регламент за изпълнение (ЕС) 2023/2782.

За вземане на проби от картофи и картофени продукти (гликоалкалоиди) и от мед (пиролизидинови алкалоиди) обаче се прилага част Б от приложението към Регламент (ЕО) № 333/2007.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

Критерии за подготовка на пробите и за методи за анализ за целите на контрола на количествата на растителни токсини в храните

1. УВОД Предпазни мерки

Тъй като разпределението на растителни токсини обикновено не е равномерно, пробите се подготвят, и по-специално хомогенизират, с изключително внимание.

Когато хомогенизирането се извършва в лабораторията, се хомогенизира цялата проба, така както е получена в лабораторията.

2. ОБРАБОТКА НА ПРОБАТА, ТАКА КАКТО Е ПОЛУЧЕНА В ЛАБОРАТОРИЯТА

Всяка лабораторна проба се смесва старателно чрез процес, включващ, ако е необходимо, фино смилане, за който е доказано, че чрез него се постига пълно хомогенизиране.

Когато максимално допустимото количество се отнася за сухото вещество, съдържанието му в продукта се определя върху част от хомогенизираната проба, като се използва метод, за който е доказано, че определя точно съдържанието на сухото вещество.

3. ПРОБИ ЗА ПОВТОРЕН АНАЛИЗ

Пробите за повторен анализ за целите на официалния контрол, защитата и арбитража се вземат от хомогенизирания материал, освен ако процедурата не противоречи на установените в държавите членки правила относно правата на стопанския субект в областта на храните.

4. МЕТОД ЗА АНАЛИЗ, КОЙТО ТРЯБВА ДА СЕ ИЗПОЛЗВА ОТ ЛАБОРАТОРИЯТА, И ИЗИСКВАНИЯ ЗА ЛАБОРАТОРЕН КОНТРОЛ

4.1. **Общи изисквания**

Потвърдителните методи за анализ, използвани за целите на контрола върху храните, трябва да бъдат в съответствие с разпоредбите на точки 1 и 2 от приложение III към Регламент (ЕС) 2017/625.

Когато е възможно, истинността на метода следва да се потвърди чрез анализ на сертифициран референтен материал и/или редовно участие в успешно проведени изпитвания за пригодност.

4.2. **Специфични изисквания**

4.2.1. *Специфични изисквания по отношение на потвърдителните методи*

4.2.1.1. Критерии за ефективност на метода

По отношение на потвърдителните методи се използват следните критерии за ефективност на метода:

Аналитичен добив — средният аналитичен добив следва да бъде между 70 и 120 %.

Средният аналитичен добив е средната стойност от пробите за повторен анализ, получена по време на валидирането, когато се определят показателите за прецизност RSDr и $RSDw_R$. Критерият се отнася за всички концентрации и за всички отделни токсини.

В изключителни случаи могат да се приемат средни стойности на аналитичен добив извън горепосочения диапазон, но те трябва да са в диапазона 50—130 % и само ако критериите за прецизност за RSDr and $RSDw_R$ са спазени.

Прецизност

RSDr трябва да бъде ≤ 20 %.

RSDwR трябва да бъде ≤ 20 %.

RSDR следва да бъде ≤ 25 %.

Тези критерии се отнасят за всички концентрации.

В случай, че лабораторията предостави доказателство, че критерият за RSDwR е спазен, не е необходимо да се предоставя доказателство за критерия за RSDr, тъй като спазването на RSDwR гарантира спазването и на критерия за RSDr.

Когато максимално допустимото количество се прилага за сума от токсини, критериите за прецизност се отнасят както за сумата, така и за отделните токсини.

Граница на количествено определяне (LOQ)

Когато в таблица 1 по-долу е посочено специфично изискване за LOQ на растителен токсин, методът трябва да има LOQ, равна или по-ниска от тази стойност.

Таблица 1

Изисквания за LOQ за някои растителни токсини

Растителен токсин	Забележки	Храни	Изискване за LOQ (µg/kg) или (µg/l)
Пиролизидинови алкалоиди	Изискване за LOQ за отделни пиролизидинови алкалоиди	Изсушен продукт	≤ 10
		Течен продукт	≤ 0,15
Тропанови алкалоиди	Изискване за LOQ за атропин и скополамин поотделно	Преработени храни на зърнена основа за кърмачета и малки деца	≤ 1
		Зърнени култури и зърнени продукти	≤ 2
		Билкови настойки (изсушен продукт)	≤ 5
		Билкови настойки (течни)	≤ 0,05
Алкалоиди на опиума	Изискване за LOQ за морфин и кодеин поотделно	Тестени изделия	≤ 500

Във всички останали случаи се прилага следното:

LOQ — трябва да бъде ≤ 0,5*МДК, желателно по-ниско (≤ 0,2*МДК).

Когато максимално допустимото количество се прилага за сума от токсини, тогава LOQ на отделните токсини трябва да бъде ≤ 0,5*МДК/n, като n е броят на токсините, включени в определението на МДК.

Идентифициране

По отношение на идентифицирането се използват критериите, посочени в ръководството за идентифициране на микотоксини и растителни токсини в храни и фуражи ([1]).

4.2.1.2. Разширяване на обхвата на метода

4.2.1.2.1. Разширяване на обхвата с включване на други растителни токсини

Когато се добавят допълнителни аналити към обхвата на съществуващ потвърдителен метод, се изисква да бъде извършено пълно валидиране с цел да се покаже удачността на метода.

4.2.1.2.2. Разширяване на обхвата с включване на други стоки

Ако е известно, че или се очаква потвърдителният метод да е приложим към други стоки, приложимостта към тези други стоки се потвърждава. Ако новата стока принадлежи към група стоки (вж. таблица 2 от настоящото приложение), за която вече е извършено първоначално валидиране, е достатъчно да се извърши частично допълнително валидиране.

4.2.2. *Специфични изисквания по отношение на полуколичествените скрининг методи*

4.2.2.1. Обхват

Настоящият раздел се отнася до биоаналитичните методи, основаващи се на имунологично разпознаване или свързване към рецептор (като например ELISA, реактивни ленти, устройства за имунохроматографски анализ с латерален поток, имуносензори), и физикохимичните методи, основаващи се на хроматография или директно откриване чрез масспектрометрия (например МС в нормални условия). Не се изключва използването на други методи (например тънкослойна хроматография), при условие че генерираните сигнали се отнасят пряко до разглежданите растителни токсини и дават възможност за прилагането на по-долу описания принцип.

([1]) На разположение на адрес: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf

Специфичните изисквания се отнасят за методите, чийто резултат от измерването представлява числова стойност, например (относителен) резултат от четящото устройство за реактивни ленти, сигнал от LC-MS и т.н., и към които се прилага обичайната статистика.

Изискванията не се отнасят за методите, които не дават числови стойности (например резултатът само сигнализира наличие или отсъствие с помощта на чертичка) и които изискват различни начини на валидиране. Специфичните изисквания относно тези методи са посочени в точка 4.2.3.

Настоящият документ описва процедурите за валидиране на скрининг методи чрез междулабораторно валидиране, за потвърждаване на ефективността на метода, валидиран чрез междулабораторното изследване, и за единично лабораторно валидиране на скрининг метод.

4.2.2.2. Процедура за валидиране

Чрез валидирането се показва дали скрининг методът е подходящ за целта. Това се постига като се определят граничната стойност и делът на фалшиво отрицателни и фалшиво съмнителни проби. В тези два показателя са включени характеристики за ефективност като откриваемост, селективност и прецизност.

Скрининг методите могат да бъдат валидирани посредством междулабораторно или единично лабораторно валидиране. Ако съществуват вече данни от междулабораторно валидиране за определена комбинация микотоксин/матрица/STC, е достатъчно лабораторията, която използва метода, да потвърди неговата ефективност.

4.2.2.2.1. Първоначално валидиране посредством единично лабораторно валидиране

Растителни токсини

Валидирането се извършва за всеки отделен растителен токсин от обхвата. При биоаналитичните методи, които дават комбиниран резултат за определена група растителни токсини (напр. пиролизидинови алкалоиди) трябва да се покаже приложимостта и да се посочат ограниченията на изпитването в обхвата на метода. Смята се, че нежеланата кръстосана реактивност не увеличава дела на фалшиво отрицателни проби на целевите растителни токсини, но може да увеличи дела на фалшиво съмнителни проби. Това нежелано увеличение се намалява чрез потвърдителен анализ за недвусмислено идентифициране и количествено определяне на растителните токсини.

Матрици

Първоначалното валидиране се извършва за всяка стока или — ако за метода е известно, че е приложим за повече стоки — за всяка група стоки. Във втория случай от групата се избира една представителна и подходяща стока (вж. таблица 2).

Набор от проби

Най-малкият брой различни проби, необходим за валидиране, е 20 еднородни отрицателни контролни проби и 20 еднородни положителни контролни проби, които съдържат растителен токсин с STC, анализирани при условията на възпроизводимост на вътрешнолабораторни резултати ($RSDw_R$) в 5 различни дни. Към набора за валидиране могат да се добавят допълнителни набори по 20 проби, съдържащи други количества на растителния токсин, за да се установи до каква степен методът може да разграничи различните концентрации на растителния токсин.

Концентрация

Извършва се валидиране за всяка STC, която трябва да се използва в рутинно прилагане на изпитването.

4.2.2.2.2. Първоначално валидиране посредством съвместни изпитвания

Валидирането посредством съвместни изпитвания се извършва в съответствие с ISO 5725:1994, международния хармонизиран протокол на Международния съюз по чиста и приложна химия (IUPAC) или с друг международно признат протокол за съвместни изпитвания, съгласно който се изисква включването на валидни данни от най-малко осем различни лаборатории. Единствената друга разлика спрямо единичното лабораторно валидиране е, че ≥ 20 проби от стока/количество трябва да могат да бъдат разделени по равно между участващите лаборатории, като на лаборатория се падат най-малко по две проби.

4.2.2.3. Определяне на гранична стойност и дял на фалшиво съмнителни проби от чисти проби

(Относителните) резултати за отрицателни контролни и положителни контролни проби се използват като основа за изчисляване на изискваните показатели.

Скрининг методи с резултат, пропорционален на концентрацията на растителни токсини

За скрининг методите с резултат, пропорционален на концентрацията на растителни токсини, се прилага следното:

$$Гранична\ стойност = R_{STC} - t\text{-}стойност_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = среден резултат от положителните контролни проби (с STC)

t-стойност: едностранна t-стойност за дял на фалшиво отрицателни проби от 5 % (вж. таблица 3)

SD_{STC} = стандартно отклонение

Скрининг методи с резултат, обратно пропорционален на концентрацията на растителни токсини

По подобен начин за скрининг методи с резултат, обратно пропорционален на концентрацията на растителни токсини, граничната стойност се определя по следния начин:

$$Гранична\ стойност = R_{STC} + t\text{-}стойност_{0,05} * SD_{STC}$$

Когато за определяне на граничната стойност се използва тази специфична t-стойност, делът на фалшиво отрицателни проби по подразбиране е 5 %.

Оценка на пригодността за целта

Резултатите от отрицателните контролни проби се използват за изчисляване на съответстващия дял на фалшиво съмнителни проби. Изчислява се t-стойността, съответстваща на случая, при който резултат от отрицателната контролна проба е над граничната стойност и по този начин погрешно е класифициран като съмнителен.

t-стойност = (гранична стойност − средна стойност$_{чиста\ проба}$)/$SD_{чиста\ проба}$

за скрининг методи с резултат, пропорционален на концентрацията на растителни токсини

или

t-стойност = (*средна стойност*$_{чиста\ проба}$ − гранична стойност)/$SD_{чиста\ проба}$

за скрининг методи с резултат, обратно пропорционален на концентрацията на растителни токсини

От получената t-стойност, основана на степените на свобода, изчислени от броя на експериментите, вероятността за фалшиво съмнителни проби за едностранно разпределение може да бъде изчислена (например с табличната функция TDIST) или взета от таблица за t-разпределение (вж. таблица 3).

Съответстващата стойност на едностранното t-разпределение определя дела на фалшиво съмнителни проби.

Този подход е подробно описан с пример в Analytical and Bioanalytical Chemistry (Аналитична и биоаналитична химия), DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Разширяване на обхвата на метода

4.2.2.4.1. Разширяване на обхвата с включване на други растителни токсини

Когато се добавят нови растителни токсини към обхвата на съществуващ скрининг метод, се изисква да бъде извършено пълно валидиране, за да се покаже удачността на метода.

4.2.2.4.2. Разширяване за включване на други стоки

Ако е известно, че или се очаква скрининг методът да е приложим към други стоки, приложимостта към тези други стоки се потвърждава. Ако новата стока принадлежи към група стоки (вж. таблица 2 от настоящото приложение), за която вече е извършено първоначално валидиране, е достатъчно да се извърши частично допълнително валидиране. За тази цел се анализират най-малко 10 еднородни отрицателни контролни и 10 еднородни положителни контролни (с STC) проби при условията на възпроизводимост на вътрешнолабораторните резултати. Всички положителни контролни проби трябва да бъдат над граничната стойност. При неизпълнение на този критерий се изисква пълно валидиране.

4.2.2.5. Потвърждаване на методи, които вече са валидирани посредством съвместни изпитвания

За скрининг методи, които вече са успешно валидирани посредством съвместно лабораторно изпитване, се потвърждава ефективността на метода. За тази цел се анализират най-малко 6 отрицателни контролни и 6 положителни контролни (с STC) проби. Всички положителни контролни проби трябва да бъдат над граничната стойност. Ако този критерий не е изпълнен, лабораторията трябва да извърши анализ на първопричините, за да се уточни защо с този метод не се постигат същите резултати като тези, получени от съвместно изпитване. Само след като са взети корективни мерки ефективността на метода се потвърждава отново в лабораторията. Ако лабораторията не може да потвърди резултатите от съвместното изпитване, тя ще трябва да определи своя собствена гранична стойност чрез пълно единично лабораторно валидиране.

4.2.2.6. Непрекъснато потвърждаване на метод/текущо валидиране на метод

След първоначалното валидиране, допълнителни данни за валидирането се получават, като във всяка партида отсяти проби се включат най-малко две положителни контролни проби. Едната положителна контролна проба е известна проба (например тази, която е използвана при първоначалното валидиране), а другата е различна стока от същата група стоки (когато се анализира само една стока, се използва различна проба от същата стока). По желание може да се включи отрицателна контролна проба. Резултатите, получени от двете положителни контролни проби, се добавят към съществуващия набор за валидиране.

Най-малко веднъж годишно граничната стойност се определя наново и приложимостта на метода се оценява повторно (повторна оценка на наличните данни за OK/KK, получени през последната година). Непрекъснатото потвърждаване на метода има няколко цели, включително:

— контрол на качеството на партидата от отсяти проби,

— предоставяне на информация за устойчивостта на метода при условията в лабораторията, която го използва,

— обосновка на приложимостта на метода към други стоки,

— възможност за адаптиране на граничните стойности в случай на постепенни отклонения във времето.

4.2.2.7. Отчет за валидиране

Отчетът за валидиране съдържа:

— информация за STC,

— информация за определената гранична стойност,

Забележка: Граничната стойност трябва да има същия брой значещи цифри като STC. Числовите стойности, използвани за изчисляване на граничната стойност, трябва да имат най-малко една значеща цифра в повече от STC.

— информация за изчисления дял на фалшиво съмнителни проби,

— информация за начина, по който е определен делът на фалшиво съмнителни резултати.

Забележка: Информацията за изчисления дял на фалшиво съмнителни проби показва дали методът е подходящ за целта, тъй като се посочва броят на чисти проби (или проби с ниско ниво на замърсяване), които ще подлежат на потвърждение.

Таблица 2

Групи стоки за валидиране на потвърдителни и скрининг методи

Групи стоки	Категории стоки	Типични представителни стоки, включени в категорията
Високо съдържание на вода	Напитки Плодове и зеленчуци Пюрета на зърнена или плодова основа Пресни билки, използвани в готварството	Билкови настойки (течни), листа от пореч, картофи, пюрета, предназначени за кърмачета и малки деца
Високо съдържание на масла	Черупкови плодове Маслодайни семена и продукти от тях Маслодайни плодове и продукти от тях	Бадеми, кайсиеви ядки, рапица, памучно семе, ленено семе, семена от лупина, маково семе, конопено семе и др. Масла и пасти
Високо съдържание на нишесте и/или протеини и ниско съдържание на вода и мазнини	Зърнени култури и продукти от тях Диетични храни	Царевица, елда, просо, сорго, брашно от маниока, картофени продукти Хляб, тестени изделия, крекери, зърнени закуски, макаронени изделия Продукти на прах за приготвяне на храни за кърмачета и малки деца
Високо киселинно и водно съдържание (*)	Цитрусови продукти	
„Сложни или уникални стоки“ (**)		Пчелен прашец и продукти от пчелен прашец, хранителни добавки, билкови настойки (изсушен продукт), чай (изсушен продукт) Подправки, сладник
Високо съдържание на захар, ниско съдържание на вода	Сушени плодове	Смокини, стафиди, черни (коринтски) стафиди, султански стафиди, мед
Мляко и млечни продукти	Мляко Сирене Млечни продукти (напр. мляко на прах)	Краве, козе и биволско мляко Краве и козе сирене Кисело мляко, сметана

(*) Ако се използва буфер за стабилизиране на промените на pH на етапа на екстракцията, съответната група стоки може да бъде обединена в една обща група с групата стоки „Високо съдържание на вода“.

(**) Пълно валидиране на „сложните или уникалните стоки“ е необходимо само ако те често се анализират. Ако се анализират само при определени случаи, валидирането може да представлява проверка на екстракти от чиста проба с внесени добавки.

Таблица 3

Едностранна t-стойност за дял на фалшиво отрицателни проби от 5 %

Степени на свобода	Брой на пробите за повторен анализ	t-стойност (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

4.2.3. *Изисквания към качествените скрининг методи (методи, които не дават числови стойности)*

Понастоящем различни органи по стандартизация (напр. AOAC, ISO) разработват насоки за валидиране на двукомпонентни методи за изпитване. AOAC подготви насоки за валидиране на двукомпонентни методи за изпитване. Документът може да се разглежда като най-актуалното към момента в областта валидиране на двукомпонентни методи за изпитване. Поради това методите, които дават двукомпонентни резултати (например визуална проверка на изпитвания с реактивни ленти), следва да бъдат валидирани в съответствие с Международните насоки за валидиране на качествени двукомпонентни методи в химията на AOAC ([2]).

Могат да се използват обаче други признати насоки за валидиране, например методиката, предложена в ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 Насоки за валидиране на количествени скрининг методи за откриване на остатъчни вещества от ветеринарни лекарствени продукти в мляко и млечни продукти.

4.3. **Оценка на неопределеността на измерването, изчисляване на аналитичен добив и отчет на резултатите** ([3])

4.3.1. *Потвърдителни методи*

([2]) На разположение на адрес: https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf

([3]) Подробности за процедурите за оценка на неопределеността на измерването и за процедурите за изчисляване на аналитичен добив могат да бъдат намерени в „Доклад за връзката между резултатите от анализа, неопределеността на измерването, факторите на аналитичен добив и разпоредбите на законодателството на ЕС в областта на храните и фуражите“, https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf

Аналитичният резултат се отчита, както следва:

а) коригиран за аналитичен добив, когато е целесъобразно и уместно, като се посочва корекцията. Стойността на аналитичен добив трябва да се цитира, освен ако процедурата не включва присъща корекция за изместване. Не е необходимо да се коригира аналитичен добив, ако стойността му е между 90 и 110 %;

б) като „x ± U“, където x е аналитичният резултат, а U е разширената аналитична неопределеност на измерването, като се използва множител на покритие 2, който дава вероятност за сигурност от около 95 %.

Възможно е да се отчете разширена неопределеност на измерването от 50 % по подразбиране, при условие че лабораторията спазва всички изисквания за прецизност, посочени в точка 4.2. Отделна лаборатория може да покаже това, като постигне критериите за повторяемост (RSD_r) и вътрешнолабораторна възпроизводимост (RSD_{wR}), заедно с успешно участие в програми за изпитване за пригодност (освен ако няма подходяща програма за изпитване за пригодност), като средна z-оценка от $|z| \leq 2$ показва, че е изпълнена изискваната възпроизводимост (RSD_R) (въз основа на целево стандартно отклонение от 25 %).

При установено максимално допустимо количество за сума от токсини се отчитат резултатите от анализа на всички отделни токсини.

Корекцията за аналитичен добив, ако е приложима, се прави за всеки от отделните токсини преди сумирането на концентрациите.

За потвърждаване на съответствието със сумарната стойност на максимално допустимите количества се използва подходът за ниски оценки, което означава, че резултатите за отделни токсини, които са < LOQ, се заменят с нула за изчисляването на сумата.

Настоящите правила за тълкуване на резултатите от анализа с оглед на приемането или отхвърлянето на партида се прилагат към аналитичния резултат от пробата за официален контрол. Когато анализът се прави за целите на защита или арбитраж, се прилагат националните правила. В частност, ако:

резултатът от анализа на официалната контролна проба показва несъответствие извън всякакво основателно съмнение, като се има предвид разширената неопределеност на измерването, и

аналитичният резултат на защитната проба показва несъответствие, но не и извън всякакво основателно съмнение, с по-голяма разширена неопределеност на измерването от тази на официалния контрол,

тогава аналитичният резултат от защитната проба не може да замести несъответствието, установено за официалната контролна проба.

4.3.2. *Скрининг методи*

Резултатът от скрининга се представя като съответстващ или със съмнение за несъответствие.

„Със съмнение за несъответствие“ означава, че пробата превишава граничната стойност и може да съдържа растителен токсин в количество, по-високо от STC. Всеки съмнителен резултат изисква потвърдителен анализ за недвусмислено идентифициране и количествено определяне на растителния токсин.

„Съответстващ“ означава, че съдържанието на растителни токсини в пробата е < STC с вероятност за сигурност от 95 % (т.е. има 5 % вероятност пробите да бъдат неправилно отчетени като отрицателни). Аналитичният резултат се отчита като „< ниво на STC“, като се посочва нивото на STC.

4.4. **Стандарти за качество на лабораториите**

Лабораториите трябва да отговарят на изискванията на разпоредбите на член 37, параграфи 4 и 5 от Регламент (ЕС) 2017/625.