Den Europæiske Unions
Tidende

DA
L-udgaven

2023/2783

15.12.2023

KOMMISSIONENS GENNEMFØRELSESFORORDNING (EU) 2023/2783

af 14. december 2023

om prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer og om ophævelse af forordning (EU) 2015/705

(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) Der er ved Kommissionens forordning (EU) 2023/915 ([2]) fastsat maksimalgrænseværdier for bestemte plantetoksiner i fødevarer.

(2) Prøveudtagning er af afgørende betydning for nøjagtigheden ved bestemmelse af indholdet af plantetoksiner i et bestemt parti, idet plantetoksiner i et parti kan være uensartet fordelt. Der bør derfor fastsættes prøveudtagningsmetoder til offentlig kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer.

(3) Ved Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2023/2782 ([3]) fastsættes det, hvilke prøveudtagningsmetoder der skal anvendes til offentlig kontrol af indholdet af mykotoksiner i fødevarer. Da både plantetoksiner og mykotoksiner vil være uensartet fordelt i et parti, bør disse prøveudtagningsmetoder også anvendes til kontrol af indholdet af plantetoksiner.

(4) Der kan foretages offentlig kontrol af fødevarer, for hvilke der ikke er fastsat nogen specifik maksimalgrænseværdi for plantetoksiner, og for hvilke der ikke er fastsat nogen specifik prøveudtagningsprocedure. Der bør derfor fastsættes kriterier for, hvilken prøveudtagningsprocedure der skal anvendes i sådanne tilfælde.

(5) Det er endvidere nødvendigt at fastsætte generelle kriterier for ydeevne, som analysemetoder skal opfylde, med henblik på at sikre, at kontrollaboratorierne anvender analysemetoder med sammenlignelig ydeevne. Eftersom EU-referencelaboratoriet for mykotoksiner og plantetoksiner har fastsat kriterier for analytisk ydeevne i forbindelse med analyse af plantetoksiner i fødevarer på grundlag af de bedste foreliggende videnskabelige oplysninger, bør disse kriterier fastsættes i denne forordning.

([1]) EUT L 95 af 7.4.2017, s. 1.

([2]) Kommissionens forordning (EU) 2023/915 af 25. april 2023 om maksimalgrænseværdier for bestemte forurenende stoffer i fødevarer og om ophævelse af forordning (EF) nr. 1881/2006 (EUT L 119 af 5.5.2023, s. 103).

([3]) Kommissionens gennemførelsesforordning (EU) 2023/2782 af 14. december 2023 om prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af indholdet af mykotoksiner i fødevarer og om ophævelse af forordning (EF) nr. 401/2006 (EUT L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Der er ved Kommissionens forordning (EU) 2015/705 ([4]) fastsat prøveudtagningsmetoder og kriterier for ydeevnen for analysemetoder til offentlig kontrol af indholdet af erucasyre i fødevarer. Da de prøveudtagningsmetoder og kriterier for analytisk ydeevne, der fastsættes ved denne forordning, også er velegnede til at bekæmpe plantetoksinet erucasyre i fødevarer, bør forordning (EU) 2015/705 ophæves af forenklingshensyn.

(7) Det er nødvendigt at give kontrollaboratorierne tilstrækkelig tid til at opfylde de nye krav, der indføres ved nærværende forordning. Der bør derfor fastsættes en rimelig frist for, hvornår denne forordning træder i anvendelse.

(8) For at sikre kontinuitet i gennemførelsen af offentlig kontrol og andre reguleringsaktiviteter vedrørende maksimalgrænseværdier for plantetoksiner og for at sikre, at der er tilstrækkelig tid til at revalidere de relevante analysemetoder, bør det fastsættes, at analysemetoder, der er valideret inden denne forordnings anvendelsesdato, fortsat kan anvendes i en nærmere angiven periode.

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

VEDTAGET DENNE FORORDNING:

Artikel 1

Ved anvendelsen af denne forordning gælder definitionerne i artikel 1 i gennemførelsesforordning (EU) 2023/2782.

Artikel 2

1. Udtagning af prøver til kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer skal foretages i overensstemmelse med metoderne i bilag I.

2. For så vidt angår fødevarer, der ikke kan klassificeres i en fødevarekategori, for hvilken der er fastsat en prøveudtagningsprocedure i bilag I, skal prøveudtagningsproceduren vælges under hensyntagen til den pågældende fødevares partikelstørrelse eller ligheden mellem den pågældende fødevare og et produkt, der kan klassificeres i en af fødevarekategorierne i bilag I.

3. For så vidt angår fødevarer, der ikke kan klassificeres i nogen af de fødevarekategorier, der er opført i bilag I, skal der, forudsat at der er dokumentation for, at plantetoksinet fordeler sig ensartet i den pågældende fødevare, udtages prøver af fødevaren efter den prøveudtagningsmetode, der er fastsat i del B i bilaget til Kommissionens forordning (EF) nr. 333/2007 ([5]).

Artikel 3

Forberedelse af prøver og analysemetoder, der anvendes til kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer, skal opfylde kriterierne i bilag II.

Artikel 4

Forordning (EU) 2015/705 ophæves. Henvisninger til den ophævede forordning gælder som henvisninger til nærværende gennemførelsesforordning.

([4]) Kommissionens forordning (EU) 2015/705 af 30. april 2015 om prøveudtagningsmetoder og kriterier for analysemetodernes ydeevne til den offentlige kontrol af indholdet af erucasyre i fødevarer og om ophævelse af direktiv 80/891/EØF (EUT L 113 af 1.5.2015, s. 29).

([5]) Kommissionens forordning (EF) nr. 333/2007 af 28. marts 2007 om prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af indholdet af sporstoffer og procesforureninger i fødevarer (EUT L 88 af 29.3.2007, s. 29).

Artikel 5

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

Den finder anvendelse fra den 1. april 2024. Analysemetoder, der er valideret inden denne forordnings træden i anvendelse, kan dog fortsat anvendes indtil den 1. juli 2028, selv hvis de ikke opfylder alle de specifikke krav i punkt 4.2 i bilag II til denne forordning.

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

Udfærdiget i Bruxelles, den 14. december 2023.

På Kommissionens vegne
Ursula VON DER LEYEN
Formand

BILAG I

Prøveudtagningsmetoder til kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer

DEL I

ALMINDELIGE BESTEMMELSER

A.1. **Almindelige bestemmelser**

A.1.1. *Personale*

Prøveudtagningen skal foretages af en af medlemsstatens kompetente myndighed udpeget person.

A.1.2. *Materiale til prøveudtagning*

Prøveudtagningen skal foretages separat for hvert parti, der skal udtages prøver fra. Store partier skal, i overensstemmelse med de specifikke prøveudtagningsbestemmelser for de forskellige plantetoksiner, opdeles i delpartier, som der skal udtages prøver fra separat.

A.1.3. *Forholdsregler*

Der skal under prøveudtagningen og forberedelsen af prøverne træffes forholdsregler for at undgå ændringer, der ville kunne:

— påvirke plantetoksinindholdet, have uheldig indflydelse på analyseresultatet eller gøre samleprøverne urepræsentative

— påvirke fødevaresikkerheden ved de partier, der skal udtages prøver fra.

Der skal ligeledes træffes alle fornødne foranstaltninger til at garantere sikkerheden for de personer, der udtager prøverne.

A.1.4. *Enkeltprøver*

Enkeltprøver skal så vidt muligt udtages forskellige steder i hele partiet eller delpartiet. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal registreres i det register, der er nævnt i punkt A.1.8 i dette bilag.

A.1.5. *Forberedelse af samleprøven*

Samleprøven opnås ved at samle enkeltprøverne.

A.1.6. *Replikatprøver*

De replikatprøver, der udtages til håndhævelses-, beskyttelses- og referenceformål, skal udtages af den homogeniserede samleprøve, medmindre dette er i modstrid med medlemsstatens forskrifter vedrørende fødevarevirksomhedslederens rettigheder.

A.1.7. *Emballering og forsendelse af prøver*

Hver prøve skal anbringes i en ren beholder af inert materiale, der giver tilstrækkelig beskyttelse mod kontaminering og mod beskadigelse under forsendelse. Der skal træffes alle fornødne forholdsregler for at undgå ændringer i prøvens sammensætning under transport eller opbevaring.

A.1.8. *Forsegling og mærkning af prøver*

Hver prøve, der udtages til officiel brug, skal forsegles på prøveudtagningsstedet og identificeres i henhold til medlemsstatens forskrifter.

Der skal føres et register over hver enkelt prøveudtagning, således at hvert parti kan identificeres entydigt, med angivelse af dato og sted for prøveudtagningen tillige med eventuelle yderligere oplysninger, som kan være til hjælp for bioanalytikeren.

A.2. **Forskellige typer partier**

Fødevarer kan forhandles i løs vægt, containere eller individuelle pakninger som f.eks. sække, poser eller detailsalgs-/enkeltpakninger. Prøveudtagningsmetoden kan anvendes på varer, der markedsføres i løs vægt, containere eller individuelle pakninger som f.eks. sække, poser, detailsalgs-/enkeltpakninger eller enhver anden form.

Uden at det berører de specifikke prøveudtagningsbestemmelser andre steder i dette bilag, skal følgende formel anvendes som rettesnor for beregning af prøveudtagningshyppigheden for partier, der markedsføres i individuelle pakninger som f.eks. sække, poser eller detailsalgs-/enkeltpakninger:

$$\text{Prøveudtagningshyppighed (SF) } n = \frac{\text{Partiets vægt} \times \text{enkeltprøvens vægt}}{\text{Samleprøvens vægt} \times \text{den individuelle paknings vægt}}$$

— vægt: i kg

— prøveudtagningshyppighed (SF): hver n'te individuelle pakning, hvorfra enkeltprøven skal udtages (decimaler afrundes til nærmeste hele tal).

A.3. **Udtagning af prøver af varer med højt volumen/vægt-forhold**

Med undtagelse af fødevarer, der er omfattet af del II, punkt L og M, i bilag I til gennemførelsesforordning (EU) 2023/2782, kan vægtkravene, hvis der er tale om udtagning af prøver af fødevarer med stor volumen i forhold til deres vægt (dvs. volumen (dm^3)/vægt (kg) > 5), erstattes af et tilsvarende volumenkrav (dvs. 1 dm^3 i stedet for 1 kg).

DEL II

PRØVEUDTAGNINGSMETODER

De prøveudtagningsmetoder, der er fastsat i del II i bilag I til gennemførelsesforordning (EU) 2023/2782, skal anvendes.

Dog gælder bestemmelserne i del B i bilaget til forordning (EF) nr. 333/2007 ved udtagning af prøver af kartofler og kartoffelprodukter (glycoalkaloider) og honning (pyrrolizidinalkaloider).

BILAG II

Kriterier vedrørende forberedelse af prøver og analysemetoder, der anvendes til kontrol af indholdet af plantetoksiner i fødevarer

1. INDLEDNING Forholdsregler

Da fordelingen af plantetoksiner generelt er uensartet, skal prøverne forberedes — og navnlig homogeniseres — med største omhu.

Hvis det er laboratoriet, der foretager homogeniseringen, skal hele prøven, som laboratoriet har modtaget den, homogeniseres.

2. BEHANDLING AF PRØVEN PÅ LABORATORIET EFTER MODTAGELSEN

Hver laboratorieprøve skal blandes grundigt efter en metode, herunder om nødvendigt formaling, for hvilken det er godtgjort, at den resulterer i fuldstændig homogenisering.

Hvis maksimalgrænseværdien gælder for tørstoffet, skal produktets tørstofindhold bestemmes i en del af den homogeniserede prøve efter en metode, for hvilken det er godtgjort, at den gør det muligt at bestemme tørstofindholdet nøjagtigt.

3. REPLIKATPRØVER

De replikatprøver, der udtages til håndhævelses-, beskyttelses- og referenceformål, skal udtages af det homogeniserede materiale, medmindre dette er i modstrid med medlemsstatens forskrifter vedrørende fødevarevirksomhedslederens rettigheder.

4. ANALYSEMETODE, DER SKAL ANVENDES AF LABORATORIET, OG KRAV TIL LABORATORIEKONTROL

4.1. **Generelle krav**

De verifikationsanalysemetoder, der anvendes til fødevarekontrol, skal opfylde kriterierne i punkt 1 og 2 i bilag III til forordning (EU) 2017/625.

Metodens korrekthed skal så vidt muligt verificeres ved analyse af certificeret referencemateriale og/eller vellykket deltagelse i præstationsprøvninger med jævne mellemrum.

4.2. **Særlige krav**

4.2.1. *Særlige krav til verifikationsmetoder*

4.2.1.1. Kriterier for ydeevne

For verifikationsmetoder gælder følgende kriterier for ydeevne:

Genfinding: Den gennemsnitlige genfinding bør være på mellem 70 og 120 %.

Den gennemsnitlige genfinding er gennemsnitsværdien fra replikatprøver opnået under valideringen ved bestemmelse af præcisionsparametrene RSDr og $RSDw_R$. Kriteriet gælder for alle koncentrationer og alle individuelle toksiner.

Der vil undtagelsesvis kunne accepteres en gennemsnitlig genfinding, der ligger uden for ovennævnte interval — idet den dog skal ligge inden for spektret 50-130 % — men kun hvis præcisionskriterierne for RSDr og $RSDw_R$ er opfyldt.

Præcision

RSDr skal være på ≤ 20 %.

RSDwR skal være på ≤ 20 %.

RSDR bør være på ≤ 25 %.

Disse kriterier gælder for alle koncentrationer.

Hvis et laboratorium fremlægger dokumentation for, at RSDwR-kriteriet er opfyldt, er det ikke nødvendigt at fremlægge dokumentation for RSDr-kriteriet, da overholdelse af RSDwR garanterer, at RSDR-kriteriet er opfyldt.

Hvis maksimalgrænseværdien gælder for en sum af toksiner, gælder præcisionskriterierne for både summen og de enkelte toksiner.

Kvantificeringsgrænse

Når der i tabel 1 nedenfor er fastsat et specifikt LOQ-krav for et plantetoksin, skal metoden have en LOQ på eller under den angivne værdi.

Tabel 1

LOQ-krav for visse plantetoksiner

Plantetoksin	Bemærkninger	Fødevarer	LOQ-krav (µg/kg) eller (µg/l)
Pyrrolizidinalkaloider	LOQ-krav for individuelle pyrrolizidinalkaloider	Tørret produkt	≤ 10
		Flydende produkt	≤ 0,15
Tropanalkaloider	LOQ-krav for henholdsvis atropin og scopolamin	Forarbejdede fødevarer baseret på cerealier til spædbørn og småbørn	≤ 1
		Korn og kornprodukter	≤ 2
		Urteudtræk (tørret produkt)	≤ 5
		Urteudtræk (flydende)	≤ 0,05
Opiumalkaloider	LOQ-krav for henholdsvis morphin og codein	Bagværk	≤ 500

I alle andre tilfælde gælder følgende:

LOQ: skal være ≤ 0,5* ML og helst endnu lavere (≤ 0,2* ML).

Hvis maksimalgrænseværdien gælder for summen af toksiner, skal LOQ for de enkelte toksiner være ≤ 0,5*ML/n, idet n er antallet af toksiner, der er omfattet af ML-definitionen.

Identifikation

Ved identifikation gælder kriterierne i vejledningen om identifikation af mykotoksiner og plantetoksiner i fødevarer og foder ([1]).

4.2.1.2. Udvidelse af metodens anvendelsesområde

4.2.1.2.1. Udvidelse af anvendelsesområdet til andre plantetoksiner

Når der føjes yderligere analytter til en eksisterende verifikationsmetodes anvendelsesområde, er en fuldstændig validering påkrævet for at godtgøre metodens egnethed.

4.2.1.2.2. Udvidelse til andre varer

Hvis verifikationsmetoden vides eller forventes at blive anvendt til andre varer, skal gyldigheden for disse andre varer verificeres. Hvis den nye vare tilhører en varegruppe (se tabel 2 i dette bilag), for hvilken der allerede er gennemført en indledende validering, er en begrænset supplerende validering tilstrækkelig.

4.2.2. *Særlige krav til semikvantitative screeningsmetoder*

4.2.2.1. Anvendelsesområde

Dette punkt finder anvendelse på bioanalytiske metoder, der er baseret på immungenkendelse eller receptorbinding (såsom ELISA, teststrimler, analyseanordninger baseret på lateral strømning eller immunsensorer) og fysisk-kemiske metoder, der er baseret på kromatografi eller direkte påvisning ved massespektrometri (f.eks. »ambient MS«-metoder). Andre metoder (f.eks. tyndtlagskromatografi) er ikke udelukket, såfremt de frembragte signaler har direkte forbindelse med de relevante plantetoksiner og gør det muligt at anvende det nedenfor beskrevne princip.

([1]) Tilgængelig på følgende adresse: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf

De specifikke krav gælder for metoder, hvor måleresultatet er en numerisk værdi, f.eks. et (relativt) respons fra en teststrimmellæser, et signal fra LC-MS osv., og hvor normal statistik er gældende.

Kravene gælder ikke for metoder, hvis resultater ikke er numeriske værdier (men derimod blot f.eks. en synlig eller ikke synlig linje), og som kræver anden validering. Der er fastsat særlige krav for sådanne metoder i punkt 4.2.3.

I dette dokument beskrives procedurerne for validering af screeningsmetoder ved validering med deltagelse af flere laboratorier, verifikation af en metodes ydeevne, der valideres ved deltagelse af flere laboratorier, og enkeltlaboratorievalidering af en screeningsmetode.

4.2.2.2. Valideringsprocedure

Målet med valideringen er at godtgøre screeningsmetodens egnethed. Dette sker ved at bestemme afskæringsværdien og andelen af falsk negative og falsk mistænkte prøver. I disse to parametre indgår ydeevnekrav vedrørende bl.a. detektionsevne, selektivitet og præcision.

Screeningsmetoder kan valideres af flere laboratorier eller ved enkeltlaboratorievalidering. Hvis der allerede foreligger valideringsdata fra flere laboratorier for en bestemt kombination af plantetoksin/matrix/STC, er det tilstrækkeligt, at metodens ydeevne verificeres på et laboratorium, der anvender metoden.

4.2.2.2.1. Indledende validering ved enkeltlaboratorievalidering

Plantetoksiner

Der skal gennemføres validering for hvert enkelt plantetoksin inden for anvendelsesområdet. For så vidt angår bioanalytiske metoder, der giver et kombineret respons for en bestemt plantetoksingruppe (f.eks. pyrrolizidinalkaloider), skal anvendeligheden godtgøres, og testens begrænsninger angives i metodens anvendelsesområde. Uønsket krydsreaktivitet forventes ikke at øge andelen af falsk negative prøver for så vidt angår det plantetoksin, der undersøges for, men kan øge andelen af falsk mistænkte prøver. Sådan uønsket forøgelse skal begrænses ved verifikationsanalyse til entydig identifikation eller kvantificering af plantetoksinerne.

Matricer

Der skal gennemføres en indledende validering for hver enkelt vare eller, hvis metoden vides at kunne anvendes på flere varer, for hver enkelt varegruppe. I sidstnævnte tilfælde skal der udvælges én repræsentativ, relevant vare fra den pågældende gruppe (se tabel 2).

Prøvesæt

Minimumsantallet af forskellige prøver, der kræves med henblik på validering, er 20 homogene negative kontrolprøver og 20 homogene positive kontrolprøver indeholdende plantetoksinet på STC-niveau, der er analyseret under intermediære reproducerbarhedsbetingelser ($RSDw_R$) fordelt på 5 forskellige dage. Der kan til valideringssættet føjes yderligere sæt a 20 prøver, der indeholder plantetoksinet på andre niveauer, med henblik på at få viden om, i hvilket omfang metoden gør det muligt at skelne mellem forskellige koncentrationer af plantetoksin.

Koncentration

Der skal gennemføres validering for hver STC, der anvendes i en rutinemæssig undersøgelse.

4.2.2.2.2. Indledende validering ved fællesafprøvning

Validering ved fællesafprøvning skal gennemføres i overensstemmelse med ISO 5725:1994 eller IUPAC International Harmonised Protocol eller en anden internationalt anerkendt protokol om fællesafprøvninger, som forudsætter, at der inddrages gyldige data fra mindst otte forskellige laboratorier. Den eneste anden forskel sammenlignet med enkeltlaboratorievalidering er, at de ≥ 20 prøver pr. vare/indhold kan fordeles ligeligt mellem de deltagende laboratorier, med mindst to prøver pr. laboratorium.

4.2.2.3. Bestemmelse af afskæringsværdien og andelen af falsk mistænkte resultater i blindprøver

De (relative) responser fra de negative og positive kontrolprøver skal anvendes som grundlag for beregningen af de påkrævede parametre.

Screeningsmetoder med et respons, der er proportionalt med koncentrationen af plantetoksin

For så vidt angår screeningsmetoder med et respons, der er proportionalt med koncentrationen af plantetoksin, gælder følgende:

$$Afskæringsværdi = R_{STC} - t\text{-}værdi_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = middelrespons fra de positive kontrolprøver (på STC-niveau)

t-værdi: ensidet t-værdi for en andel af falsk negative resultater på 5 % (se tabel 3)

SD_{STC} = standardafvigelse

Screeningsmetoder med et respons, der er omvendt proportionalt med koncentrationen af plantetoksin

Tilsvarende bestemmes afskæringsværdien for screeningsmetoder med et respons, der er omvendt proportionalt med koncentrationen af plantetoksin, som:

$$Afskæringsværdi = R_{STC} + t\text{-}værdi_{0,05} * SD_{STC}$$

Ved anvendelse af denne specifikke t-værdi til bestemmelse af afskæringsværdien er andelen af falsk negative resultater automatisk sat til 5 %.

Vurdering af egnethed

Resultaterne fra negative kontrolprøver anvendes til at estimere den tilsvarende andel af falsk mistænkte resultater. T-værdien beregnes svarende til den situation, at et resultat af en negativ kontrolprøve ligger over afskæringsværdien og således fejlagtigt klassificeres som mistænkt.

$$\text{t-værdi} = (\text{afskæringsværdi} - \text{middelværdi}_{\text{blindprøve}})/SD_{\text{blindprøve}}$$

for screeningsmetoder med et respons, der er proportionalt med koncentrationen af plantetoksin,

eller

$$\text{t-værdi} = (\textit{middelværdi}_{\textit{blindprøve}} - \text{afskæringsværdi})/SD_{\text{blindprøve}}$$

for screeningsmetoder med et respons, der er omvendt proportionalt med koncentrationen af plantetoksin,

Fra den fremkomne t-værdi, baseret på frihedsgrader beregnet ud fra antal forsøg, kan sandsynligheden for falsk mistænkte prøver for så vidt angår ensidet fordeling enten beregnes (f.eks. vha. regnearksfunktionen »TDIST«) eller tages fra en tabel over t-fordeling (se tabel 3).

Den tilsvarende værdi for den ensidede t-fordeling specificerer andelen af falsk mistænkte resultater.

Dette er beskrevet nærmere med et eksempel i »Analytical and Bioanalytical Chemistry«, DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Udvidelse af metodens anvendelsesområde

4.2.2.4.1. Udvidelse af anvendelsesområdet til andre plantetoksiner

Når der føjes nye plantetoksiner til en eksisterende screeningsmetodes anvendelsesområde, er en fuldstændig validering påkrævet for at godtgøre metodens egnethed.

4.2.2.4.2. Udvidelse til andre varer

Hvis screeningsmetoden vides eller forventes at blive anvendt til andre varer, skal gyldigheden for disse andre varer verificeres. Hvis den nye vare tilhører en varegruppe (se tabel 2 i dette bilag), for hvilken der allerede er gennemført en indledende validering, er en begrænset supplerende validering tilstrækkelig. Hertil skal mindst 10 homogene negative og 10 homogene positive kontrolprøver (på STC-niveau) analyseres under intermediære reproducerbarhedsbetingelser. De positive kontrolprøver skal ligge over afskæringsværdien. Hvis dette kriterium ikke er opfyldt, er en fuldstændig validering påkrævet.

4.2.2.5. Verifikation af metoder, der allerede er valideret ved fællesafprøvninger

For så vidt angår screeningsmetoder, der allerede er blevet valideret med tilfredsstillende resultater ved en fællesafprøvning i et laboratorium, skal metodens ydeevne valideres. Hertil skal mindst 6 negative og 6 positive kontrolprøver (på STC-niveau) analyseres. De positive kontrolprøver skal ligge over afskæringsværdien. Hvis dette kriterium ikke er opfyldt, skal laboratoriet analysere de grundlæggende årsager til denne situation med henblik på at udlede, hvorfor det ikke kan gentage de resultater, der blev opnået i forbindelse med fællesafprøvningen. Først når laboratoriet har truffet korrigerende foranstaltninger, skal det igen verificere metodens ydeevne i sit laboratorium. Hvis laboratoriet ikke kan verificere resultaterne fra fællesafprøvningen, skal det bestemme sin egen afskæringsværdi ved en fuldstændig enkeltlaboratorievalidering.

4.2.2.6. Kontinuerlig metodeverifikation/løbende metodevalidering

Efter den indledende validering tilvejebringes yderligere valideringsdata, ved at der medtages mindst to positive kontrolprøver fra hver batch af screenede prøver. Den ene positive kontrolprøve skal være en kendt prøve (f.eks. en, der er anvendt i forbindelse med den indledende validering), mens den anden skal være en prøve af en anden vare fra samme varegruppe (hvis kun én vare analyseres, anvendes en anden prøve af denne vare i stedet for). Det er valgfrit, om der medtages en negativ kontrolprøve. Resultaterne fra de to positive kontrolprøver føjes til det eksisterende valideringssæt.

Mindst en gang om året bestemmes afskæringsværdien på ny, og metodens gyldighed revurderes (revurdering af de tilgængelige QA/QC-data fra det seneste år). Den kontinuerlige metodeverifikation tjener flere formål, herunder:

— kvalitetskontrol af batchen af screenede prøver

— tilvejebringelse af oplysninger om metodens robusthed under de betingelser, der gør sig gældende på det laboratorium, der anvender metoden

— begrundelsen for at anvende metoden på andre varer

— mulighed for at justere afskæringsværdier i tilfælde af gradvise afvigelser over tid.

4.2.2.7. Valideringsrapport

Valideringsrapporten skal indeholde:

— et forklarende afsnit om STC

— et forklarende afsnit om den fastlagte afskæringsværdi.

Bemærk: Afskæringsværdien skal have samme antal betydende cifre som STC. Numeriske værdier, der anvendes til at beregne afskæringsværdien, skal have mindst ét betydende ciffer mere end STC.

— et forklarende afsnit om den beregnede andel af falsk mistænkte prøver

— et forklarende afsnit om, hvordan andelen af falsk mistænkte prøver er fremkommet.

Bemærk: Det forklarende afsnit om den beregnede andel af falsk mistænkte prøver lader udlede, om metoden er egnet, idet det her angives, hvor mange blinde (eller meget lidt kontaminerede) prøver der vil blive kontrolleret.

Tabel 2

Varegrupper til validering af verifikations- og screeningsmetoder

Varegrupper	Varekategorier	Typiske, repræsentative varer i kategorien
Højt vandindhold	Drikkevarer Frugter og grøntsager Puré baseret på korn eller frugt Friske krydderurter	Urteudtræk (flydende), hjulkroneblade, kartofler, puré bestemt til spædbørn og småbørn
Højt olieindhold	Trænødder Oliefrø og produkter heraf Olieholdige frugter og produkter heraf	Mandler, abrikoskerner, rapsfrø, bomuldsfrø, hørfrø, lupinfrø, valmuefrø, hampefrø osv. Olier og pasta
Højt indhold af stivelse og/eller protein og lavt indhold af vand og fedt	Kerner af korn og produkter heraf Diætetiske produkter	Majs, boghvede, hirse, durra/sorghum, mel af maniok, kartoffelprodukter Brød, bagværk, kiks, morgenmadscerealier, pasta Pulver til tilberedning af mad til spædbørn eller småbørn
Højt syreindhold og højt vandindhold (*)	Citrusprodukter	
»Vanskelige eller unikke varer« (**)		Pollen og pollenprodukter, kosttilskud, urteudtræk (tørret produkt) Te (tørret produkt) Krydderier, lakrids
Højt sukkerindhold, lavt vandindhold	Tørrede frugter	Figner, rosiner, korender, sultanas, honning
Mælk og mælkeprodukter	Mælk Ost Mejeriprodukter (f.eks. mælkepulver)	Ko-, gede- og bøffelmælk Ko-/gedeost Yoghurt, fløde

(*) Hvis der anvendes en buffer til at stabilisere pH-værdien i forbindelse med ekstraktion, kan denne varegruppe lægges sammen med én »Højt vandindhold«-varegruppe.

(**) »Vanskelige eller unikke varer« kræver kun fuldstændig validering, hvis de analyseres jævnligt. Hvis de kun analyseres lejlighedsvis, kan valideringen indskrænkes til kun at undersøge indberetningsniveauerne ved hjælp af spikede blindmatricer

Tabel 3

Ensidet t-værdi for en andel af falsk negative prøver på 5 %

Frihedsgrad	Antal replikatprøver	t-værdi (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. *Krav til kvalitative screeningsmetoder (metoder, hvis resultater ikke er numeriske værdier)*

Udviklingen af valideringsretningslinjerne for binære testmetoder varetages i dag af forskellige standardiseringsorganer (bl.a. AOAC og ISO). AOAC har udarbejdet en retningslinje om validering af binære testmetoder. Dette dokument kan betragtes som værende den seneste udvikling inden for validering af binære testmetoder. Metoder, der giver binære resultater (f.eks. visuel inspektion af teststrimler), bør derfor valideres i overensstemmelse med AOAC's »International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods« ([2]).

Der kan dog også anvendes andre anerkendte valideringsretningslinjer, f.eks. den fremgangsmåde, der er beskrevet i ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 — Vejledning i validering af kvalitative screeningsmetoder til detektion af rester af veterinære lægemidler i mælk og mælkeprodukter.

4.3. **Estimering af måleusikkerhed, genfindingsberegning og indberetning af resultater** ([3])

4.3.1. *Verifikationsmetoder*

([2]) Tilgængelig på følgende adresse: https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf.

([3]) En nærmere beskrivelse af metoder til estimering af måleusikkerhed og procedurer for vurdering af genfinding findes i rapporten »Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation« (https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf).

Analyseresultatet skal indberettes som følger:

a) Korrigeret for genfinding, hvis det er relevant og formålstjenligt, idet det skal angives, at der er foretaget korrektion. Genfindingsprocenten skal angives, medmindre der med den pågældende procedure automatisk foretages korrektion for bias. Ved en genfindingsprocent på 90-110 % er korrektion for genfinding ikke påkrævet.

b) Som »x +/– U«, hvor x er analyseresultatet, og U er den ekspanderede måleusikkerhed, idet der anvendes en dækningsfaktor på 2, hvilket giver et konfidensniveau på ca. 95 %.

Der kan, under forudsætning af at laboratoriet opfylder alle præcisionskravene i punkt 4.2, foretages indberetning med en ekspanderet standardmåleusikkerhed på 50 %. Et laboratorium kan godtgøre, at den krævede reproducerbarhed (RSD_R) (baseret på en målstandardafvigelse på 25 %) er opnået, ved at kriterierne vedrørende repeterbarhed (RSD_r) og intermediær reproducerbarhed (RSD_{wR}) er opfyldt, tillige med at laboratoriet har deltaget i præstationsprøvningsprogrammer (medmindre der ikke har været adgang til et egnet præstationsprøvningsprogram) med tilfredsstillende resultater, dvs. med en gennemsnitlig z-score på $|z| \leq 2$.

Hvis der er fastsat en maksimalgrænseværdi for summen af toksiner, skal analyseresultaterne for alle individuelle toksiner oplyses.

Korrektion for genfinding, hvis det er relevant, skal foretages for hvert enkelt toksin, inden koncentrationerne summeres.

Med henblik på verifikation af overholdelsen af maksimalgrænseværdien for summen (sum-ML) anvendes den nedre sum (lower bound sum), hvilket betyder, at resultaterne for individuelle toksiner, der er < LOQ, erstattes af nul ved beregningen af summen.

Disse fortolkningsregler gælder for analyseresultater af prøver udtaget ved offentlig kontrol med henblik på godkendelse eller afvisning af et parti. For så vidt angår kontraprøveanalyser eller analyser til referenceformål gælder de nationale regler. Især gælder det, at hvis:

analyseresultatet af den officielle kontrolprøve, idet der tages hensyn til den ekspanderede måleusikkerhed, uden begrundet tvivl viser, at der er tale om manglende overholdelse af reglerne (non-compliance), og

analyseresultatet af kontraprøven viser, at der er tale om non-compliance, men ikke uden begrundet tvivl, med en større ekspanderet måleusikkerhed end ved den offentlige kontrol,

kan analyseresultatet af kontraprøven ikke anses for at godtgøre, at den non-compliance, der er konstateret med den officielle kontrolprøve, ikke gør sig gældende.

4.3.2. *Screeningsmetoder*

Resultatet af screeningen skal udtrykkes som compliant eller som formodentlig non-compliant.

»Formodentlig non-compliant« betyder, at prøven overstiger afskæringsværdien og kan indeholde et højere plantetoksinniveau end STC. Ethvert mistænkt-resultat udløser en verifikationsanalyse til entydig identifikation og kvantificering af plantetoksinet.

»Compliant« betyder, at plantetoksinindholdet i prøven er < STC med et konfidensniveau på 95 % (dvs. der er 5 % sandsynlighed for, at prøven fejlagtigt indberettes som negativ). Analyseresultatet indberettes som »< STC-niveau« med angivelse af STC-niveauet.

4.4. **Laboratoriekvalitetsstandarder**

Et laboratorium skal overholde bestemmelserne i artikel 37, stk. 4 og 5, i forordning (EU) 2017/625.