Euroopa Liidu
Teataja

ET
L-seeria

2023/2783

15.12.2023

KOMISJONI RAKENDUSMÄÄRUS (EL) 2023/2783,

14. detsember 2023,

milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid taimsete toksiinide sisalduse kontrolliks toidus ning millega tunnistatakse kehtetuks määrus (EL) 2015/705

(EMPs kohaldatav tekst)

EUROOPA KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

võttes arvesse Euroopa Parlamendi ja nõukogu 15. märtsi 2017. aasta määrust (EL) 2017/625, mis käsitleb ametlikku kontrolli ja muid ametlikke toiminguid, mida tehakse eesmärgiga tagada toidu- ja söödaalaste õigusnormide ning loomatervise ja loomade heaolu, taimetervise- ja taimekaitsevahendite alaste õigusnormide kohaldamine, millega muudetakse Euroopa Parlamendi ja nõukogu määruseid (EÜ) nr 999/2001, (EÜ) nr 396/2005, (EÜ) nr 1069/2009, (EÜ) nr 1107/2009, (EL) nr 1151/2012, (EL) nr 652/2014, (EL) 2016/429 ja (EL) 2016/2031, nõukogu määruseid (EÜ) nr 1/2005 ja (EÜ) nr 1099/2009 ning nõukogu direktiive 98/58/EÜ, 1999/74/EÜ, 2007/43/EÜ, 2008/119/EÜ ja 2008/120/EÜ ning millega tunnistatakse kehtetuks Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrused (EÜ) nr 854/2004 ja (EÜ) nr 882/2004, nõukogu direktiivid 89/608/EMÜ, 89/662/EMÜ, 90/425/EMÜ, 91/496/EMÜ, 96/23/EÜ, 96/93/EÜ ja 97/78/EÜ ja nõukogu otsus 92/438/EMÜ (ametliku kontrolli määrus), ([1]) eriti selle artikli 34 lõiget 6,

ning arvestades järgmist:

(1) Komisjoni määruses (EL) 2023/915 ([2]) on sätestatud teatavate taimsete toksiinide piirnormid toidus.

(2) Taimsete toksiinide sisalduse määramise täpsus konkreetse partii puhul sõltub oluliselt proovide võtmisest, kuna taimsed toksiinid võivad partiis olla ebaühtlaselt jaotunud. Seepärast on asjakohane kehtestada proovivõtumeetodid taimsete toksiinide sisalduse ametlikuks kontrollimiseks toidus.

(3) Komisjoni rakendusmääruses (EL) 2023/2782 ([3]) on sätestatud proovivõtumeetodid, mida tuleb kasutada mükotoksiinide sisalduse ametlikuks kontrolliks toidus. Kuna nii taimsed toksiinid kui ka mükotoksiinid on partiides ebaühtlaselt jaotunud, on asjakohane kohaldada neid proovivõtumeetodeid ka taimsete toksiinide suhtes.

(4) Ametlikku kontrolli võib teha toidu puhul, mille jaoks ei ole kehtestatud konkreetset taimsete toksiinide piirnormi ega konkreetset proovivõtukorda. Seepärast on asjakohane sätestada kriteeriumid, mille alusel saab kindlaks määrata, millist proovivõtukorda tuleks sellistel juhtudel kohaldada.

(5) Samuti on vaja sätestada üldised kvaliteedinõuded, millele analüüsimeetod peaks vastama ning millega tagatakse, et kontroll-laborites kasutatakse võrreldava toimivusega analüüsimeetodeid. Kuna Euroopa Liidu mükotoksiinide ja taimsete toksiinide referentlabor on parimate kättesaadavate teaduslike andmete alusel määranud kindlaks analüüsimise kvaliteedinõuded toidus sisalduvate taimsete toksiinide analüüsimiseks, on asjakohane sätestada need nõuded käesolevas määruses.

([1]) ELT L 95, 7.4.2017, lk 1.
([2]) Komisjoni 25. aprilli 2023. aasta määrus (EL) 2023/915, milles käsitletakse teatavate saasteainete piirnorme toidus ja millega tunnistatakse kehtetuks määrus (EÜ) nr 1881/2006 (ELT L 119, 5.5.2023, lk 103).
([3]) Komisjoni 14. detsembri 2023. aasta rakendusmäärus (EL) 2023/2782, milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid mükotoksiinide sisalduse kontrolliks toidus ning millega tunnistatakse kehtetuks määrus (EÜ) nr 401/2006 (ELT L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Komisjoni määruses (EL) 2015/705 ([4]) on sätestatud proovivõtumeetodid ja analüüsimeetodite kvaliteedinõuded eruukhappesisalduse ametlikuks kontrollimiseks toiduainetes. Kuna käesolevas määruses sätestatud proovivõtumeetodid ja analüüsimise kvaliteedinõuded on sobivad ka taimse toksiini eruukhappe sisalduse kontrollimiseks toidus, on asjakohane tunnistada määrus (EL) 2015/705 kehtetuks.

(7) Kontroll-laboritele on vaja anda piisavalt aega käesoleva määrusega kehtestatud uute nõuete täitmiseks. Seepärast on asjakohane näha ette mõistlik ajavahemik kuni käesoleva määruse kohaldama hakkamiseni.

(8) Selleks et tagada ametliku kontrolli ja muude regulatiivsete toimingute järjepidevus seoses taimsete toksiinide piirnormidega ning anda piisavalt aega analüüsimeetodite uuesti valideerimiseks, on asjakohane sätestada, et analüüsimeetodeid, mis on valideeritud enne käesoleva määruse kohaldamise alguskuupäeva, võib kindlaksmääratud aja vältel edasi kasutada.

(9) Käesoleva määrusega ettenähtud meetmed on kooskõlas alalise taime-, looma-, toidu- ja söödakomitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

Käesolevas määruses kasutatakse komisjoni rakendusmääruse (EL) 2023/2782 artiklis 1 sätestatud mõisteid.

Artikkel 2

1. Proovide võtmine taimsete toksiinide sisalduse kontrolliks toidus toimub kooskõlas I lisas sätestatud meetoditega.

2. Toidu puhul, mida ei saa klassifitseerida toidugruppi, mille jaoks on I lisas kehtestatud proovivõtukord, võetakse proovivõtukorra kindlaksmääramisel arvesse selle toidu osakeste suurust või selle toidu sarnasust tootega, mille saab klassifitseerida ühte I lisas loetletud toidugruppidest.

3. Toidust, mida ei saa klassifitseerida ühessegi I lisas loetletud toidugruppi, võetakse proovid komisjoni määruse (EÜ) nr 333/2007 ([5]) lisa B osas sätestatud proovivõtumeetodi kohaselt, kui on tõendeid selle kohta, et asjaomane taimne toksiin on sellises toidus ühtlaselt jaotunud.

Artikkel 3

Proovide ettevalmistamine ja analüüsimeetodid taimsete toksiinide sisalduse kontrolliks toiduainetes vastavad II lisas sätestatud kriteeriumidele.

Artikkel 4

Määrus (EL) 2015/705 tunnistatakse kehtetuks. Viiteid kehtetuks tunnistatud määrusele käsitatakse viidetena käesolevale rakendusmäärusele.

([4]) Komisjoni 30. aprilli 2015. aasta määrus (EL) 2015/705, millega sätestatakse proovivõtumeetodid ja analüüsimeetodite kvaliteedinõuded eruukhappesisalduse ametlikuks kontrollimiseks toiduainetes ning tunnistatakse kehtetuks komisjoni direktiiv 80/891/EMÜ (ELT L 113, 1.5.2015, lk 29).

([5]) Komisjoni 28. märtsi 2007. aasta määrus (EÜ) nr 333/2007, milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid mikroelementide ja toidu töötlemisel tekkivate saasteainete sisalduse kontrolliks toiduainetes (ELT L 88, 29.3.2007, lk 29).

Artikkel 5

Käesolev määrus jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Seda kohaldatakse alates 1. aprillist 2024. Enne käesoleva määruse kohaldamise alguskuupäeva valideeritud analüüsimeetodid võivad siiski kasutusele jääda kuni 1. juulini 2028, isegi kui need ei vasta kõigile käesoleva määruse II lisa punktis 4.2 esitatud erinõuetele.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 14. detsember 2023

Komisjoni nimel
president
Ursula VON DER LEYEN

I LISA

Proovivõtumeetodid taimsete toksiinide sisalduse kontrolliks toidus

I OSA

ÜLDSÄTTED

A.1. **Üldsätted**

A.1.1. *Personal*

Proove võtab liikmesriigi pädeva asutuse määratud isik.

A.1.2. *Materjal, millest proovid võetakse*

Proovid võetakse eraldi igast uuritavast partiist. Vastavalt eri taimsete toksiinide suhtes kohaldatavatele proovivõtu erisätetele jaotatakse suured partiid osapartiideks, millest võetakse proovid eraldi.

A.1.3. *Ettevaatusabinõud*

Proovide võtmise ja ettevalmistamise käigus võetakse tarvitusele ettevaatusabinõud, et hoida ära muutusi, mis võivad:

— mõjutada taimsete toksiinide sisaldust või analüüsitulemusi või muuta lähteproovid mitterepresentatiivseks,

— mõjutada toiduohutust nendes partiides, millest proovid võetakse.

Samuti võetakse kõik vajalikud meetmed proove võtvate isikute ohutuse tagamiseks.

A.1.4. *Valimid*

Võimaluse korral võetakse valimid ühtlaselt kogu partii või osapartii eri kohtadest. Kõrvalekaldumine sellest korrast märgitakse käesoleva lisa punktiga A.1.8 ette nähtud protokolli.

A.1.5. *Lähteproovi valmistamine*

Lähteproov saadakse valimite kokkusegamise teel.

A.1.6. *Paralleelproovid*

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide eeskirjades kajastatud toidukäitlejate õigustega, võetakse homogeenitud lähteproovist paralleelproovid, mis on ette nähtud eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks.

A.1.7. *Proovide pakkimine ja saatmine*

Iga proov asetatakse puhtasse inertsest materjalist nõusse, mis pakub veo ajal piisavat kaitset saastumise ja kahjustuste eest. Võetakse tarvitusele kõik vajalikud ettevaatusabinõud veo või ladustamise ajal proovi koostises tekkida võivate muutuste ärahoidmiseks.

A.1.8. *Proovide pitseerimine ja märgistamine*

Iga ametlikuks kasutamiseks võetud proov pitseeritakse proovivõtukohas ja märgistatakse vastavalt asjaomase liikmesriigi eeskirjadele.

Iga proovivõtu kohta koostatakse protokoll, mis võimaldab iga partiid üheselt kindlaks teha ja kuhu märgitakse proovivõtu aeg ja koht ning mis tahes lisateave, mis võib analüüsi tegijale abiks olla.

A.2. **Eri tüüpi partiid**

Toidukaupa võib turustada pakendamata kujul, konteinerites või üksikpakendites, näiteks kottides, jaemüügipakendites jms. Asjaomast proovivõtumeetodit võib kohaldada kauba suhtes, mida turustatakse pakendamata kujul, konteinerites või üksikpakendites, näiteks kottides, jaemüügipakendites või ükskõik millisel muul kujul.

Ilma et see piiraks käesoleva lisa teiste osade proovivõtu erieeskirjade kohaldamist, juhindutakse üksikpakendites (nt kotid, jaemüügipakendid jms) turustatavatest partiidest proovide võtmise sageduse arvutamisel järgmisest valemist:

$$\text{proovivõtusagedus } n = \frac{\text{partii mass} \times \text{valimi mass}}{\text{lähteproovi mass} \times \text{üksikpakendi mass}}$$

— mass: kilogrammides

— proovivõtusagedus: valim võetakse igast n. üksikpakendist (kümnendkohad tuleks ümardada lähima täisarvuni).

A.3. **Proovide võtmine suure mahu ja massi suhtega kaubast**

Kõigi muude kui rakendusmääruse (EL) 2023/2782 I lisa II osa punktide L ja M kohaldamisalasse kuuluvate toidukaupade puhul võib juhul, kui proove võetakse toidukaubast, mille maht võrreldes massiga on suur (st maht (dm^3)/mass (kg) > 5), asendada massinõude samaväärse mahunõudega (st asendada väärtuse 1 kg väärtusega 1 dm3).

II OSA

PROOVIVÕTUMEETODID

Kohaldatakse rakendusmääruse (EL) 2023/2782 I lisa II osaga kehtestatud proovivõtumeetodeid.

Kartulitest ja kartulitoodetest (glükoalkaloidid) ning meest (pürrolisiidiinalkaloidid) proovide võtmisel kohaldatakse siiski määruse (EÜ) nr 333/2007 lisa B osa.

II LISA

Proovide ettevalmistamise ja kasutatavate analüüsimeetodite kriteeriumid taimsete toksiinide sisalduse kontrolliks toidus

1. SISSEJUHATUS. Ettevaatusabinõud

Kuna üldiselt ei ole taimsete toksiinide jaotus proovis ühtlane, tuleb proove ette valmistada ja homogeenida eriti hoolikalt.

Kui homogeenimine viiakse läbi laboris, homogeenitakse kogu laborisse saabunud proov.

2. LABORISSE SAABUNUD PROOVI TÖÖTLEMINE

Iga laboriproov segatakse põhjalikult. Selleks kasutatakse meetodit, mis hõlmab vajaduse korral peenjahvatamist ja mille puhul on tõendatud, et sellega saavutatakse täielik homogeensus.

Kui piirnorme kohaldatakse kuivaine suhtes, tehakse homogeenitud proovi ühe osa põhjal kindlaks toote kuivainesisaldus. Selleks kasutatakse meetodit, mille puhul on tõendatud, et see võimaldab määrata täpse kuivainesisalduse.

3. PARALLEELPROOVID

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide eeskirjades kajastatud toidukäitlejate õigustega, võetakse homogeenitud materjalist paralleelproovid, mis on ette nähtud eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks.

4. LABORIS KASUTATAV ANALÜÜSIMEETOD JA LABORIKONTROLLI NÕUDED

4.1. **Üldnõuded**

Toiduainete kontrolliks kasutatavad kinnitamist võimaldavad analüüsimeetodid peavad vastama määruse (EL) 2017/625 III lisa punktidele 1 ja 2.

Võimaluse korral tuleks meetodiga saavutatava tõesuse kontrollimiseks teha korrapäraselt analüüse sertifitseeritud etalonainega ja/või osaleda edukalt pädevuskatsetes.

4.2. **Erinõuded**

4.2.1. *Erinõuded kinnitamismeetodite kohta*

4.2.1,1. Tulemuslikkuse kriteeriumid

Kinnitamismeetodite puhul kohaldatakse järgmisi tulemuslikkuse kriteeriume.

Saagis: keskmine saagis peaks olema 70–120 %.

Keskmine saagis on paralleelproovidega saadud tulemuste keskväärtus, mis on leitud valideerimise ajal täpsusnäitajate RSDr ja $RSDw_R$ määramisel. Seda kriteeriumi kohaldatakse kõikide kontsentratsioonide puhul ja iga üksiku toksiini suhtes.

Erandjuhul võib eespool nimetatud vahemikust väljapoole jääv keskmine saagis olla vastuvõetav, kuid üksnes siis, kui see jääb vahemikku 50–130 % ning näitajate RSDr ja $RSDw_R$ täpsuskriteeriumid on täidetud.

Täpsus

RSDr peab olema ≤ 20 %.

$RSDw_R$ peab olema ≤ 20 %.

RSD_R peaks olema ≤ 25 %.

Neid kriteeriume kohaldatakse kõigi kontsentratsioonide puhul.

Kui labor esitab tõendid selle kohta, et $RSDw_R$-i käsitlev kriteerium on täidetud, ei ole vaja esitada tõendeid RSDr-i käsitlevale kriteeriumile vastavuse kohta, sest $RSDw_R$-i käsitlevale kriteeriumile vastavuse korral on ühtlasi tagatud vastavus RSDr-i käsitlevale kriteeriumile.

Kui piirnormi kohaldatakse toksiinide summaarse sisalduse suhtes, kohaldatakse täpsuskriteeriume nii toksiinide summaarse sisalduse kui ka iga üksiku toksiini sisalduse suhtes.

Määramispiir

Kui tabelis 1 on sätestatud konkreetne nõue taimse toksiini määramispiiri kohta, peab meetodi määramispiir olema selle väärtusega võrdne või sellest väiksem.

Tabel 1

Teatavate taimsete toksiinide määramispiiri käsitlevad nõuded

Taimne toksiin	Märkused	Toit	Nõutav määramispiir (µg/kg või µg/l)
Pürrolisidiinalkaloidid	Nõutavat määramispiiri kohaldatakse iga üksiku pürrolisidiinalkaloidi suhtes	Kuivatatud tooted	≤ 10
		Vedelad tooted	≤ 0,15
Tropaanalkaloidid	Nõutavat määramispiiri kohaldatakse eraldi atropiini ja skopolamiini suhtes	Teraviljapõhine töödeldud imiku- ja väikelapsetoit	≤ 1
		Teravili ja teraviljatooted	
		Taimeteed (kuivatatud tooted)	≤ 2
		Taimeteed (vedelik)	≤ 5
			≤ 0,05
Oopiumi alkaloidid	Nõutavat määramispiiri kohaldatakse eraldi morfiini ja kodeiini suhtes	Pagaritooted	≤ 500

Kõigil muudel juhtudel kohaldatakse järgmist.

Määramispiir on ≤ 0,5 × piirnorm ja peaks eelistatavalt olema väiksem (≤ 0,2 × piirnorm).

Kui piirnormi kohaldatakse toksiinide summaarse sisalduse suhtes, on iga üksiku toksiini puhul määramispiir ≤ 0,5 × piirnorm/n, kus n on piirnormi määratlusega hõlmatud toksiinide arv.

Määramine

Määramisel kohaldatakse kriteeriume, mis on esitatud juhenddokumendis, milles käsitletakse mükotoksiinide ja taimsete toksiinide määramist toidus ja söödas ([1]).

4.2.1,2. Meetodi kasutusala laiendamine

4.2.1.2.1. Kasutusala laiendamine teistele taimsetele toksiinidele

Kui olemasoleva kinnitamismeetodi kasutusala laiendatakse täiendavatele analüütidele, tuleb meetodi sobivuse tõendamiseks teha täielik valideerimine.

4.2.1.2.2. Laiendamine teistele kaupadele

Kui on teada või eeldatakse, et kinnitamismeetod sobib kasutamiseks teiste kaupade puhul, tuleb seda tõendada. Kui uus kaup kuulub sellisesse kaubagruppi (vt käesoleva lisa tabel 2), mille puhul on esmane valideerimine juba tehtud, piisab piiratud ulatusega täiendavast valideerimisest.

4.2.2. *Erinõuded poolkvantitatiivsete sõeluuringumeetodite kohta*

4.2.2,1. Kohaldamisala

Käesolevat punkti kohaldatakse selliste bioanalüütiliste meetodite suhtes, mis põhinevad immuuntuvastusel või retseptoriga seondumisel (näiteks ELISA, ribaanalüüs, lateraalvoolu- või immunosensoripõhine analüüs), ja füüsikalis-keemiliste meetodite suhtes, mis põhinevad kromatograafial või otsesel tuvastamisel massispektromeetria abil (nt välise ionisatsiooniga massispektromeetria). Seda võidakse kohaldada ka muude meetodite (nt õhekihikromatograafia) suhtes, kui saadavad signaalid on otseselt seotud uuritavate taimsete toksiinidega ja on võimalik järgida allpool kirjeldatud põhimõtet.

([1]) Kättesaadav aadressil https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf.

Kõnealuseid erinõudeid kohaldatakse selliste meetodite suhtes, millega saadakse numbriline mõõtmistulemus, näiteks analüüsiribaga või vedelikkromatograafia-massispektromeetriaga (LC-MS) saadav tulemus jmt, ning mille puhul kasutatakse tavapärast statistilist analüüsi.

Nimetatud nõudeid ei kohaldata niisuguste meetodite suhtes, mis ei võimalda saada numbrilist tulemust (nt kui tulemuseks on triibu esinemine või puudumine); sellistel juhtudel on vaja teistsugust valideerimist. Erinõuded selliste meetodite kohta on esitatud punktis 4.2.3.

Käesolevas dokumendis kirjeldatakse sõeluuringumeetodi valideerimist laboritevahelise valideerimise teel, selliselt valideeritud meetodi tulemuslikkuse kontrollimist ning sõeluuringumeetodi valideerimist ühes laboris.

4.2.2,2. Valideerimismenetlus

Valideerimise eesmärk on tõendada sõeluuringumeetodi otstarbekohasust. Selleks tehakse kindaks künnis ning valenegatiivsete ja valekahtlaste proovide osakaal. Nende kahe näitaja alusel leitakse sellised tulemuslikkuse näitajad nagu tuvastamissuutlikkus, selektiivsus ja kordustäpsus.

Sõeluuringumeetodeid võib valideerida laboritevahelise või ühes laboris toimuva valideerimise teel. Kui taimse toksiini, maatriksi ja sõeluuringu sihtsisalduse teatava kombinatsiooni jaoks on laboritevahelise valideerimise andmed juba olemas, piisab meetodi tulemuslikkuse tõendamisest seda meetodit kasutavas laboris.

4.2.2.2.1. Esmane valideerimine ühes laboris valideerimise teel

Taimsed toksiinid

Valideerimine tehakse meetodi kasutusalasse kuuluva iga üksiku taimse toksiiniga. Kui on tegemist bioanalüütilise meetodiga, millega saadakse koondtulemus teatava taimsete toksiinide rühma (nt pürrolisidiinalkaloidide) kohta, tõendatakse meetodi kasutatavust ja märgitakse meetodi kasutusala kirjelduses, millised on analüüsipiirangud. Soovimatut ristreaktiivsust ei peeta uuritavate taimsete toksiinide puhul valenegatiivsete tulemuste osakaalu suurendavaks teguriks, ent see võib suurendada valekahtlaste tulemuste osakaalu. Selle soovimatu suurenenud osakaalu vähendamiseks tehakse kinnitav analüüs, et asjaomased taimsed toksiinid üheselt kindlaks teha ja määrata üheselt nende sisaldus.

Maatriksid

Esmane valideerimine tehakse iga kauba jaoks või kui meetod on teadaolevalt kohaldatav mitme kauba puhul, siis iga kaubagrupi jaoks. Viimasel juhul valitakse asjaomasest kaubagrupist üks asjakohane representatiivne kaup (vt tabel 2).

Proovide kogum

Valideerimiseks nõutavate proovide väikseim arv on 20 homogeenset negatiivset kontrollproovi ja 20 homogeenset positiivset kontrollproovi, milles taimsete toksiinide sisaldus on võrdne sõeluuringu sihtsisaldusega ning mida on analüüsitud laborisisese korratavuse ($RSDw_R$) tingimustes viiel eri päeval. Valideerimisel võib täiendavalt kasutada veel teisigi 20 proovist koosnevaid kogumeid, kus taimsete toksiinide sisaldus on teistsugune, et saada teada, mil määral selline meetod võimaldab eristada eri toksiinisisaldusega proove.

Kontsentratsioon

Valideerimine tehakse iga regulaarselt kasutatava sõeluuringu sihtsisalduse jaoks.

4.2.2.2.2. Esmane valideerimine võrdlusuuringute kaudu

Võrdlusuuringute kaudu valideerimine tehakse kooskõlas standardiga ISO 5725:1994 või IUPACi rahvusvahelise ühtlustatud protokolliga või mõne muu võrdlusuuringuid käsitleva rahvusvaheliselt tunnustatud eeskirjaga, mille puhul tuleb kasutada nõuetekohaseid andmeid vähemalt kaheksast laborist. Ainus muu erinevus võrreldes ühes laboris toimuva valideerimisega on see, et kõnealused ≥ 20 proovi kauba või kontsentratsiooni kohta võib osalevate laborite vahel sellisel viisil ühtlaselt ära jagada, et iga labori jaoks jääb vähemalt kaks proovi.

4.2.2,3. Künnise leidmine ja analüüdivabade proovidega saadud valekahtlaste tulemuste osakaalu arvutamine

Nõutavate näitajate arvutamisel kasutatakse negatiivsete ja positiivsete kontrollproovidega saadud (suhtelisi) väärtusi.

Sõeluuringumeetodid, mille puhul tulemus on võrdeline taimse toksiini sisaldusega

Kui sõeluuringumeetodi puhul on tulemus võrdeline taimse toksiini sisaldusega, kasutatakse järgmist arvutusvalemit.

$$Künnis = R_{STC} - t\text{-väärtus}_{0,05} \times SD_{STC}$$

R_{STC} = positiivsete (sõeluuringu sihtsisaldusele vastava kontsentratsiooniga) kontrollproovidega saadud tulemuste keskmine

t-väärtus = ühepoolsele jaotusele vastav t-väärtus olukorras, kus valenegatiivsete tulemuste tõenäosus on 5 % (vt tabel 3)

SD_{STC} = standardhälve

Sõeluuringumeetodid, mille puhul tulemus on pöördvõrdeline taimse toksiini sisaldusega

Kui sõeluuringumeetodi puhul on tulemus pöördvõrdeline taimse toksiini sisaldusega, kasutatakse künnise arvutamiseks järgmist valemit.

$$Künnis = R_{STC} + t\text{-väärtus}_{0,05} \times SD_{STC}$$

Kõnealuse konkreetse t-väärtuse kasutamisel künnise arvutamiseks võetakse valenegatiivsete tulemuste tõenäosuseks vaikimisi 5 %.

Ettenähtud otstarbeks sobivuse hindamine

Negatiivsete kontrollproovidega saadud tulemusi kasutatakse vastava valekahtlaste tulemuste osakaalu leidmiseks. T-väärtus arvutatakse sellise olukorra jaoks, kus negatiivse kontrollprooviga saadud tulemus ületab künnist ja loetakse seega ekslikult kahtlaseks.

$$\text{t-väärtus} = (\text{künnis} - \text{keskväärtus}_{\text{analüüdivabad}})/SD_{\text{analüüdivabad}}$$

(sõeluuringumeetodite puhul, kus tulemus on võrdeline taimse toksiini sisaldusega)

või

$$\text{t-väärtus} = (\text{keskväärtus}_{\text{analüüdivabad}} - \text{künnis})/SD_{\text{analüüdivabad}}$$

(sõeluuringumeetodite puhul, kus tulemus on pöördvõrdeline taimse toksiini sisaldusega)

Saadud t-väärtuse abil saab vastavalt katsete arvu järgi leitud vabadusastmete arvule arvutada valekahtlaste tulemuste tõenäosuse ühepoolse jaotuse korral (nt tabelarvutusprogrammis funktsiooni „TDIST“ abil) või võtta selle t-jaotuse tabelist (vt tabel 3).

Vastav saadud väärtus ühepoolse t-jaotuse korral väljendab valekahtlaste tulemuste osakaalu.

Seda põhimõtet koos näitega on kirjeldatud üksikasjalikumalt artiklis, mis on avaldatud ajakirjas *Analytical and Bioanalytical Chemistry* (DOI 10.1007/s00216-013-6922-1).

4.2.2,4. Meetodi kasutusala laiendamine

4.2.2.4.1. Kasutusala laiendamine teistele taimsetele toksiinidele

Kui olemasoleva sõeluuringumeetodi kasutusala laiendatakse uutele taimsetele toksiinidele, tuleb meetodi sobivuse tõendamiseks teha täielik valideerimine.

4.2.2.4.2. Laiendamine teistele kaupadele

Kui on teada või eeldatakse, et meetod sobib kasutamiseks teiste kaupade puhul, tuleb seda tõendada. Kui uus kaup kuulub sellisesse kaubagruppi (vt käesoleva lisa tabel 2), mille puhul on esmane valideerimine juba tehtud, piisab piiratud ulatusega täiendavast valideerimisest. Selleks analüüsitakse vähemalt 10 homogeenset negatiivset kontrollproovi ja 10 homogeenset positiivset (sõeluuringu sihtsisaldusele vastava kontsentratsiooniga) kontrollproovi laborisisese korratavuse tingimustes. Kõik positiivsete kontrollproovidega saadud väärtused peavad olema künnisest suuremad. Juhul kui see tingimus ei ole täidetud, tuleb teha täielik valideerimine.

4.2.2,5. Võrdlusuuringute kaudu valideeritud meetodite kontrollimine

Kui sõeluuringumeetod on laboritevahelise võrdlusuuringu kaudu juba edukalt valideeritud, tuleb kontrollida meetodi tulemuslikkust. Selleks analüüsitakse vähemalt 6 negatiivset kontrollproovi ja 6 positiivset (sõeluuringu sihtsisaldusele vastava kontsentratsiooniga) kontrollproovi. Kõik positiivsete kontrollproovidega saadud väärtused peavad olema künnisest suuremad. Juhul kui see tingimus ei ole täidetud, tuleb laboril teha algpõhjuste analüüs, et välja selgitada, miks ei suudeta saavutada võrdlusuuringu kohaseid näitajaid. Selles laboris kontrollitakse meetodi tulemuslikkust uuesti alles pärast parandusmeetmete võtmist. Kui labor ei ole võimeline võrdlusuuringu tulemusi kinnitama, peab ta arvutama oma künnise täieliku laborisisese valideerimise teel.

4.2.2,6. Pidev meetodi kontrollimine/meetodi jooksev valideerimine

Pärast esmast valideerimist lisatakse uute valideerimisandmete saamiseks igasse sõeluuringu proovikogumisse vähemalt kaks positiivset kontrollproovi. Üks positiivne kontrollproov peab olema teadaolev (nt esmasel valideerimisel kasutatud) proov, teine aga samasse kaubagruppi kuuluv teine kaup (kui analüüsitakse ainult ühte kaupa, võetakse samast kaubast täiendav proov). Võib ka lisada negatiivse kontrollproovi. Kahe positiivse kontrollprooviga saadud tulemused lisatakse olemasolevasse valideerimiskogumisse.

Vähemalt üks kord aastas arvutatakse uuesti künnis ja hinnatakse uuesti meetodi nõuetekohasust (eelnenud aastal saadud kvaliteedi tagamise ja kvaliteedikontrolli andmete taashindamise teel). Pidevat kontrollimist kasutatakse mitmel põhjusel, sh selleks, et:

— kontrollida sõeluuringus analüüsitava proovikogumi kvaliteeti;

— saada teavet meetodi töökindluse kohta tingimustes, mida kasutatakse meetodit kohaldavas laboris,

— põhjendada meetodi kohaldatavust eri kaupade puhul,

— võimaldada kohandada künnist aja jooksul täheldatavate järkjärguliste muutuste korral.

4.2.2,7. Valideerimisaruanne

Valideerimisaruanne peab sisaldama järgmist:

— teave sõeluuringu sihtsisalduse kohta;

— teave arvutatud künnise kohta;

Märkus: künnise väärtusel ja sihtsisalduse väärtusel peab olema ühepalju tüvenumbreid. Arvväärtustel, mida kasutatakse künnise arvutamiseks, peab olema vähemalt üks tüvenumber rohkem kui sihtsisalduse väärtusel.

— teave selle kohta, kui suur on arvutuslik valekahtlaste proovide osakaal;

— teave selle kohta, kuidas valekahtlaste proovide osakaal on leitud.

Märkus: teave arvutusliku valekahtlaste proovide osakaalu kohta võimaldab veenduda meetodi sobivuses,, sest selle alusel saab teada kontrollimist vajavate analüüdivabade (või väikese saasteainesisaldusega) proovide arvu.

Tabel 2

Kaubagrupid kinnitamismeetodite ja sõeluuringumeetodite valideerimiseks

Kaubagrupid	Kaubakategooriad	Kaubakategooria tüüpiline esindaja
Suure veesisaldusega	Joogid Puuviljad ja marjad ning köögiviljad Teravilja- või puuviljapõhised püreed Värsked maitsetaimed	Taimeteed (vedelik), kurgirohu lehed, kartulid, imikute ja väikelaste püreed
Suure õlisisaldusega	Pähklipuude viljad Õliseemned ja nende saadused Õlitaimede viljad ja nende saadused	Mandlid, aprikoosituumad, rapsiseemned, puuvillaseemned, linaseemned, lupiiniseemned, mooniseemned, kanepiseemned jne Õlid ja võided
Suure tärklise- ja/või valgusisaldusega ning vähese vee- ja rasvasisaldusega	Teravili ja selle saadused Dieettooted	Mais, tatar, hirss, sorgo, kassaavajahu, kartulitooted Leib, pagaritooted, kreekerid, hommikusöögihelbed, pastatooted Kuivatatud pulbrid imiku- ja väikelapsetoidu valmistamiseks
Suure happesusega ja suure veesisaldusega (*)	Tooted tsitruselistest	
„Keerukad või ainulaadsed kaubad“ (**)		Õietolm ja õietolmutooted, toidulisandid, taimeteed (kuivatatud tooted), tee (kuivatatud tooted) Vürtsid, lagrits
Suure suhkrusisaldusega, vähese veesisaldusega	Kuivatatud puuviljad ja marjad	Viigimarjad, rosinad, korindid, sultanad, mesi
Piim ja piimatooted	Piim Juust Piimatooted (nt piimapulber)	Lehma-, kitse- ja pühvlipiim Lehmapiimajuust, kitsejuust Jogurt, koor

(*) Kui ekstraheerimisel kasutatakse pH stabiliseerimiseks puhverlahust, võib selle kaubagrupi liita kaubagrupiga „Suure veesisaldusega“, et moodustuks üks sellenimeline kaubagrupp.

(**) Grupi „Keerukad või ainulaadsed kaubad“ jaoks on vaja teha täielik valideerimine ainult sel juhul, kui neid kaupu tuleb sageli analüüsida. Kui neid analüüsitakse üksnes aeg-ajalt, võib valideerimine piirduda sellega, et kontrollitakse analüüdivabu ekstraheeritud proove, mida on rikastatud sihtkontsentratsioonideni.

Tabel 3

Ühepoolsele jaotusele vastav t-väärtus olukorras, kus valenegatiivsete tulemuste tõenäosus on 5 %

Vabadusastmed	Korduste arv	t-väärtus (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. *Nõuded kvalitatiivsete sõeluuringumeetodite kohta (meetodid, mis ei võimalda saada numbrilist väärtust)*

Binaarsete katsemeetodite valideerimise suuniste väljatöötamisega tegeleb praegu mitu standardiorganisatsiooni (nt AOAC, ISO). AOAC on koostanud suunised binaarsete katsemeetodite kohta. Seda dokumenti võib pidada praeguse arengutaseme kajastuseks binaarsete katsemeetodite valideerimise valdkonnas. Seepärast tuleks meetodeid, millega saadakse binaarsed tulemused (nt analüüsiribadega saadud vaadeldavad tulemused), valideerida vastavalt AOAC rahvusvahelistele suunistele kvalitatiivsete binaarsete keemiameetodite valideerimise kohta ([2]).

Siiski võib kasutada ka muid tunnustatud valideerimissuuniseid, näiteks standardis ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 „Suunised piimas ja piimatoodetes esinevate veterinaarravimijääkide tuvastamiseks kasutatavate kvalitatiivsete sõeluuringumeetodite valideerimiseks“ esitatud lähenemisviisi.

4.3. **Mõõtemääramatuse hindamine, saagise arvutamine ja tulemuste esitamine** ([3])

4.3.1. *Kinnitamismeetodid*

([2]) Kättesaadav aadressil https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf.

([3]) Lisateavet mõõtemääramatuse hindamise ja saagise arvutamise kohta saab dokumendist „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation“ (Aruanne analüüsitulemuste, mõõtemääramatuse, saagisetegurite ja ELi toidu- ja söödaalaste õigusaktide sätete vaheliste seoste kohta): https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Analüüsitulemus tuleb esitada järgmiselt:

a) saagise suhtes korrigeerituna, kui see on vajalik ja asjakohane; paranduse kohaldamise korral tehakse sellekohane märge. Tuleb märkida saagise määr, välja arvatud juhul, kui süstemaatilise hälbe suhtes korrigeerimine on meetodi osa. Saagise suhtes korrigeerimine ei ole vajalik, kui saagis on 90–110 %;

b) kujul „x ± U“, kus x on analüüsitulemus ja U on laiendatud analüütiline mõõtemääramatus, mille arvutamiseks kasutatakse katteteguri 2, mis vastab usaldusnivoole umbes 95 %.

Ühe võimalusena võib esitada vaikimisi 50 % suuruse laiendatud mõõtemääramatuse, kui labor vastab kõigile punktis 4.2 esitatud täpsusnõuetele. Asjaomane labor võib seda tõendada korduvuse (RSDr) ja laborisisese korratavuse ($RSDw_R$) kriteeriumide täitmisega ning osaledes edukalt pädevuskatsete programmides (v.a juhul, kui sobiv pädevuskatsete programm puudub), st saavutades keskmise z-väärtuse $|z| \leq 2$, mis tähendab, et nõutav korratavus (RSD_R) on tagatud (lähtuvalt sihtstandardhälbest 25 %).

Juhul kui piirnorm on kehtestatud toksiinide summaarse sisalduse suhtes, esitatakse analüüsitulemused iga üksiku toksiini kohta.

Vajaduse korral korrigeeritakse iga üksiku toksiiniga saadud tulemust saagise suhtes, enne kui kontsentratsioonid summeeritakse.

Selleks, et kontrollida, ega summaarne sisaldus ei ületa piirnormi, kasutatakse alampiiripõhist lähenemisviisi, mis tähendab, et nende toksiinide puhul, millega saadud väärtused on määramispiirist väiksemad, asendatakse tulemus summaarse sisalduse arvutamisel nulliga.

Kehtivaid analüüsitulemuse tõlgendamise eeskirju partii nõuetekohasuse hindamiseks kohaldatakse selle analüüsitulemuse suhtes, mis on saadud ametliku kontrolli jaoks ette nähtud prooviga. Kaubanduse kaitseks ja võrdlemise eesmärgil tehtud analüüside puhul kohaldatakse siseriiklikke eeskirju. Eelkõige ei saa juhul, kui

ametliku kontrollprooviga saadud analüüsitulemusest nähtub pärast laiendatud mõõtemääramatuse arvessevõtmist mõistliku kahtluseta nõuetele mittevastavus ning

kaubanduse kaitseks ette nähtud prooviga saadud analüüsitulemus osutab nõuetele mittevastavusele, kuid jääb mõistlik kahtlus ning laiendatud mõõtemääramatus on ametliku kontrolli puhul täheldatust suurem,

käsitada kaubanduse kaitseks ette nähtud prooviga saadud analüüsitulemust ametliku kontrollproovi puhul tuvastatud mittevastavuse suhtes ülimuslikuna.

4.3.2. *Sõeluuringumeetodid*

Sõeluuringu tulemus esitatakse järgmisel kujul: „nõuetekohane“ või „mittevastavuse kahtlusega“.

„Mittevastavuse kahtlusega“ – proov, milles taimse toksiini sisaldus ületab künnist ja võib olla suurem kui sõeluuringu sihtsisaldus. Iga kahtlase tulemuse korral tuleb teha kinnitav analüüs, et taimne toksiin üheselt kindlaks teha ja määrata üheselt selle sisaldus.

„Nõuetekohane“ – proov, milles taimse toksiini sisaldus on usaldusväärsusega 95 % väiksem kui sõeluuringu sihtsisaldus (st tõenäosus, et proov on ekslikult tunnistatud negatiivseks, on 5 %). Analüüsitulemus esitatakse kujul „väiksem kui sõeluuringu sihtsisaldus“ ning seejuures esitatakse sõeluuringu sihtsisalduse väärtus.

4.4. **Laborite kvaliteedinõuded**

Labor peab vastama määruse (EL) 2017/625 artikli 37 lõigete 4 ja 5 sätetele.