Euroopan unionin
virallinen lehti

FI
L-sarja

2023/2783

15.12.2023

KOMISSION TÄYTÄNTÖÖNPANOASETUS (EU) 2023/2783,

annettu 14 päivänä joulukuuta 2023,

näytteenotto- ja määritysmenetelmistä elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien valvontaa varten ja asetuksen (EU) 2015/705 kumoamisesta

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan unionin toiminnasta tehdyn sopimuksen,

ottaa huomioon virallisesta valvonnasta ja muista virallisista toimista, jotka suoritetaan elintarvike- ja rehulainsäädännön ja eläinten terveyttä ja hyvinvointia, kasvien terveyttä ja kasvinsuojeluaineita koskevien sääntöjen soveltamisen varmistamiseksi, sekä Euroopan parlamentin ja neuvoston asetusten (EY) N:o 999/2001, (EY) N:o 396/2005, (EY) N:o 1069/2009, (EY) N:o 1107/2009, (EU) N:o 1151/2012, (EU) N:o 652/2014, (EU) 2016/429 ja (EU) 2016/2031, neuvoston asetusten (EY) N:o 1/2005 ja (EY) N:o 1099/2009 ja neuvoston direktiivien 98/58/EY, 1999/74/EY, 2007/43/EY, 2008/119/EY ja 2008/120/EY muuttamisesta ja Euroopan parlamentin ja neuvoston asetusten (EY) N:o 854/2004 ja (EY) N:o 882/2004, neuvoston direktiivien 89/608/ETY, 89/662/ETY, 90/425/ETY, 91/496/ETY, 96/23/EY, 96/93/EY ja 97/78/EY ja neuvoston päätöksen 92/438/ETY kumoamisesta (virallista valvontaa koskeva asetus) 15 päivänä maaliskuuta 2017 annetun Euroopan parlamentin ja neuvoston asetuksen (EU) 2017/625 (virallista valvontaa koskeva asetus) ([1]) ja erityisesti sen 34 artiklan 6 kohdan,

sekä katsoo seuraavaa:

(1) Komission asetuksessa (EU) 2023/915 ([2]) vahvistetaan tiettyjen elintarvikkeissa olevien kasvitoksiinien enimmäispitoisuudet.

(2) Näytteenotolla on ratkaiseva merkitys tietyn erän kasvitoksiinipitoisuuksien määrittämisen tarkkuudessa, koska kasvitoksiinit voivat esiintyä erässä epätasaisesti. Sen vuoksi on aiheellista vahvistaa näytteenottomenetelmät elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien virallista valvontaa varten.

(3) Komission täytäntöönpanoasetuksessa (EU) 2023/2782 ([3]) vahvistetaan näytteenottomenetelmät, joita käytetään elintarvikkeiden mykotoksiinipitoisuuksien virallisessa valvonnassa. Koska sekä kasvitoksiinit että mykotoksiinit jakautuvat erissä epätasaisesti, on aiheellista soveltaa kyseisiä näytteenottomenetelmiä myös kasvitoksiineihin.

(4) Virallista valvontaa voidaan suorittaa elintarvikkeille, joille ei ole vahvistettu erityistä kasvitoksiinien enimmäispitoisuutta eikä erityistä näytteenottomenetelmää. Sen vuoksi on aiheellista säätää perusteista sen määrittämiseksi, mitä näytteenottomenetelmää tällaisissa tapauksissa olisi sovellettava.

(5) On myös tarpeen vahvistaa yleiset suorituskykyvaatimukset, jotka määritysmenetelmien on täytettävä, jotta valvontalaboratorioiden käyttämät menetelmät olisivat vertailukelpoisia. Koska mykotoksiineja ja kasvitoksiineja käsittelevä Euroopan unionin vertailulaboratorio on määrittänyt analyyttiset suorituskykyvaatimukset elintarvikkeissa olevien kasvitoksiinien määritystä varten parhaan käytettävissä olevan tieteellisen tiedon perusteella, on aiheellista vahvistaa kyseiset vaatimukset tässä asetuksessa.

([1]) EUVL L 95, 7.4.2017, s. 1.

([2]) Komission asetus (EU) 2023/915, annettu 25 päivänä huhtikuuta 2023, tiettyjen elintarvikkeissa olevien vierasaineiden enimmäismääristä ja asetuksen (EY) N:o 1881/2006 kumoamisesta (EUVL L 119, 5.5.2023, s. 103).

([3]) Komission täytäntöönpanoasetus (EU) 2023/2782, annettu 14 päivänä joulukuuta 2023, näytteenotto- ja määritysmenetelmistä elintarvikkeiden mykotoksiinipitoisuuksien valvontaa varten ja asetuksen (EY) N:o 401/2006 kumoamisesta (OJ L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Komission asetuksessa (EU) 2015/705 ([4]) vahvistetaan näytteenottomenetelmät ja suorituskykyvaatimukset elintarvikkeiden erukahappopitoisuuksien virallisessa valvonnassa käytettäviä määritysmenetelmiä varten. Koska tässä asetuksessa vahvistetut näytteenottomenetelmät ja analyyttiset suorituskykyvaatimukset ovat riittävät elintarvikkeissa olevan erukahappo-kasvitoksiinin valvomiseksi, on yksinkertaistamisen vuoksi aiheellista kumota asetus (EU) 2015/705.

(7) On tarpeen antaa valvontalaboratorioille riittävästi aikaa täyttää tällä asetuksella käyttöön otetut uudet vaatimukset. Sen vuoksi on aiheellista säätää kohtuullisesta määräajasta, ennen kuin tätä asetusta aletaan soveltaa.

(8) Jotta voidaan varmistaa kasvitoksiinien enimmäispitoisuuksia koskevien virallisen valvonnan ja muiden sääntelytoimien jatkuvuus ja jotta määritysmenetelmien uudelleen validointiin jää riittävästi aikaa, on aiheellista säätää, että ennen tämän asetuksen soveltamispäivää validoituja määritysmenetelmiä voidaan käyttää määrätyn ajan.

(9) Tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat pysyvän kasvi-, eläin-, elintarvike- ja rehukomitean lausunnon mukaiset,

ON HYVÄKSYNYT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Tässä asetuksessa sovelletaan täytäntöönpanoasetuksen (EU) 2023/2782 1 artiklassa säädettyjä määritelmiä.

2 artikla

1. Näytteet elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien valvontaa varten on otettava liitteessä I esitettyjen menetelmien mukaisesti.

2. Jos elintarviketta ei voida luokitella sellaiseen elintarvikeryhmään, jolle on vahvistettu näytteenottomenettely liitteessä I, näytteenottomenettely on määritettävä ottaen huomioon kyseisen elintarvikkeen partikkelikoko tai kyseisen elintarvikkeen samankaltaisuus sellaisen tuotteen kanssa, joka voidaan luokitella johonkin liitteessä I mainittuun elintarvikeryhmään.

3. Jos elintarviketta ei voida luokitella mihinkään liitteessä I lueteltuun elintarvikeryhmään ja jos on näyttöä siitä, että kasvitoksiini jakautuu tasaisesti tällaisessa elintarvikkeessa, elintarvikkeesta on otettava näytteet komission asetuksen (EY) N:o 333/2007 ([5]) liitteessä olevassa B osassa säädettyä näytteenottomenetelmää noudattaen.

3 artikla

Elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien valvonnassa käytettävien näytteiden esikäsittelyn ja määritysmenetelmien on täytettävä liitteessä II esitetyt vaatimukset.

4 artikla

Kumotaan asetus (EU) 2015/705. Viittauksia kumottuun asetukseen pidetään viittauksina tähän täytäntöönpanoasetukseen.

([4]) Komission asetus (EU) 2015/705, annettu 30 päivänä huhtikuuta 2015, näytteenotto- ja määritysmenetelmien ja suorituskykyvaatimusten vahvistamisesta elintarvikkeiden erukahappopitoisuuksien virallisessa valvonnassa käytettäviä analyysimenetelmiä varten sekä komission direktiivin 80/891/ETY kumoamisesta (EUVL L 113, 1.5.2015, s. 29).

([5]) Komission asetus (EY) N:o 333/2007, annettu 28 päivänä maaliskuuta 2007, näytteenotto- ja määritysmenetelmistä elintarvikkeissa olevien hivenaineiden ja jalostuksesta peräisin olevien vierasaineiden pitoisuuksien tarkastusta varten (EUVL L 88, 29.3.2007, s. 29).

5 artikla

Tämä asetus tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

Sitä sovelletaan 1 päivästä huhtikuuta 2024. Määritysmenetelmiä, jotka on validoitu ennen tämän asetuksen soveltamisen alkamista, voidaan kuitenkin käyttää 1 päivään heinäkuuta 2028, vaikka ne eivät täyttäisi kaikkia tämän asetuksen liitteessä II olevassa 4.2 kohdassa säädettyjä erityisvaatimuksia.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 14 päivänä joulukuuta 2023.

Komission puolesta
Puheenjohtaja
Ursula VON DER LEYEN

LIITE I

Näytteenottomenetelmät elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien valvontaa varten

I OSA

YLEISET SÄÄNNÖKSET

A.1 **Yleiset säännökset**

A.1.1 *Henkilöstö*

Näytteenottajan on oltava kyseisen jäsenvaltion toimivaltaisen viranomaisen tähän tehtävään osoittama henkilö.

A.1.2 *Tuote, josta näyte otetaan*

Jokaisesta tutkittavasta erästä on otettava erilliset näytteet. Eri kasvitoksiineja koskevien erityisten näytteenotto-säännösten mukaisesti suuret erät on jaettava osaeriin, joista on otettava erilliset näytteet.

A.1.3 *Varotoimenpiteet*

Näytteenoton ja näytteiden esikäsittelyn aikana on toteutettava varotoimenpiteitä, joilla vältetään kaikki mahdolliset muutokset, jotka voivat vaikuttaa

— kasvitoksiinipitoisuuteen, määrityksen suorittamiseen tai kokoomanäytteiden edustavuuteen;

— tutkittavien erien elintarviketurvallisuuteen.

Lisäksi on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet näytteitä ottavien henkilöiden turvallisuuden varmistamiseksi.

A.1.4 *Perusnäytteet*

Perusnäytteet on mahdollisuuksien mukaan otettava tutkittavan erän tai osaerän eri kohdista kattavasti. Tällaisesta menettelystä poikkeaminen on kirjattava tämän liitteen A.1.8 kohdassa tarkoitettuun asiakirjaan.

A.1.5 *Kokoomanäytteen esikäsittely*

Kokoomanäyte saadaan yhdistämällä perusnäytteet.

A.1.6 *Rinnakkaiset näytteet*

Homogenoidusta kokoomanäytteestä on otettava valvontaan, oikeuksien suojaamiseen ja vertaamiseen tarkoitetut rinnakkaiset näytteet, jos tällainen menettely on jäsenvaltiossa noudatettavien, elintarvikealan toimijan oikeuksia koskevien sääntöjen mukainen.

A.1.7 *Näytteiden pakkaaminen ja lähettäminen*

Jokainen näyte on pakattava inertistä materiaalista valmistettuun puhtaaseen astiaan, joka suojaa näytettä riittävästi kontaminaatiolta ja mahdollisilta kuljetusvaurioilta. On myös toteutettava kaikki tarvittavat varotoimenpiteet, joilla estetään näytteen koostumuksen muuttuminen kuljetuksen tai varastoinnin aikana.

A.1.8 *Näytteiden sinetöinti ja merkitseminen*

Jokainen viralliseen käyttöön otettu näyte on sinetöitävä näytteenottopaikalla ja merkittävä jäsenvaltiossa voimassa olevien sääntöjen mukaisesti.

Kustakin näytteenotosta on laadittava asiakirja, jonka perusteella on mahdollista yksiselitteisesti tunnistaa näytteen erä ja jossa on ilmoitettava näytteenottopaikka ja -päivä sekä kaikki lisätiedot, joista voi olla hyötyä määrityksen tekijälle.

A.2 **Erityyppiset erät**

Elintarvikkeita voi pitää kaupan esimerkiksi irtotavarana, säiliöissä taikka yksikköpakkauksissa, kuten säkeissä, pusseissa tai vähittäismyynti-/yksittäispakkauksissa. Näytteenottomenetelmää voidaan soveltaa hyödykkeisiin, jotka saatetaan markkinoille irtotavarana, säiliöissä tai yksikköpakkauksissa, kuten säkeissä, pusseissa, vähittäismyynti-/yksittäispakkauksissa tai missä tahansa muussa muodossa.

Näytteenoton tiheys voidaan yksikköpakkauksissa, kuten säkeissä, pusseissa tai vähittäismyynti-/yksittäispakkauksissa, markkinoille saatettavien erien osalta laskea seuraavan kaavan mukaisesti, sanotun kuitenkaan rajoittamatta tämän liitteen muissa kohdissa vahvistettujen erityisten näytteenottosäännösten soveltamista.

$$\text{Näytteenoton tiheys (SF) } n = \frac{\text{Erän paino x perusnäytteen paino}}{\text{Kokoomanäytteen paino} \times \text{yksikköpakkauksen paino}}$$

— paino: kg

— näytteenoton tiheys (SF): joka n:s yksittäispakkaus, josta perusnäyte on otettava (desimaaliluku pyöristetään lähimpään kokonaislukuun).

A.3 **Näytteenotto hyödykkeistä, joiden tilavuuden ja painon suhde on suuri**

Sellaisten elintarvikkeiden näytteenotossa, joiden tilavuus on suuri verrattuna niiden painoon (esimerkiksi jos tilavuus (dm^3) / paino (kg) > 5), painovaatimukset voidaan korvata vastaavalla tilavuusvaatimuksella (eli 1 kg korvataan 1 dm^3:llä), lukuun ottamatta täytäntöönpanoasetuksen (EU) 2023/2782 liitteessä I olevan II osan L ja M kohdassa tarkoitettuja elintarvikkeita.

II OSA

NÄYTTEENOTTOMENETELMÄT

Sovelletaan täytäntöönpanoasetuksen (EU) 2023/2782 liitteessä I olevassa II osassa vahvistettuja näytteenottomenetelmiä.

Perunoiden ja perunatuotteiden (glykoalkaloidit) ja hunajan (pyrrolitsidiinialkaloidit) näytteenotossa sovelletaan kuitenkin asetuksen (EY) N:o 333/2007 liitteessä olevaa B osaa.

LIITE II

Vaatimukset, joita sovelletaan näytteiden esikäsittelyyn ja määritysmenetelmiin elintarvikkeiden kasvitoksiinipitoisuuksien valvonnassa

1. JOHDANTO Varotoimenpiteet

Koska kasvitoksiinit jakautuvat tuotteessa yleensä epätasaisesti, näytteet on esikäsiteltävä ja etenkin homogenoitava erittäin huolellisesti.

Laboratorioon toimitettava näyte on kokonaisuudessaan homogenoitava siinä tapauksessa, että laboratorio huolehtii homogenoinnista.

2. LABORATORIOON TOIMITETUN NÄYTTEEN KÄSITTELY

Jokainen laboratorionäyte on sekoitettava huolellisesti ja tarvittaessa jauhettava hienoksi käyttäen menetelmää, jonka on osoitettu homogenoivan näytteen täydellisesti.

Jos enimmäispitoisuutta sovelletaan kuiva-aineeseen, kuiva-ainepitoisuus on määritettävä homogenoidun näytteen osasta käyttäen menetelmää, jonka on osoitettu määrittävän tarkasti kuiva-ainepitoisuuden.

3. RINNAKKAISET NÄYTTEET

Homogenoidusta näytteestä on otettava valvontaan, oikeuksien suojaamiseen ja vertaamiseen tarkoitetut rinnakkaiset näytteet, jos tällainen menettely on kyseisessä jäsenvaltiossa noudatettavien, elintarvikealan toimijan oikeuksia koskevien sääntöjen mukainen.

4. KÄYTETTÄVÄ MÄÄRITYSMENETELMÄ JA SITÄ KOSKEVAT SUORITUSKYKYVAATIMUKSET

4.1 **Yleiset vaatimukset**

Elintarvikevalvontaan käytettyjen varmistavien määritysmenetelmien on täytettävä asetuksen (EU) 2017/625 liitteessä III olevien 1 ja 2 kohdan vaatimukset.

Menetelmän oikeellisuus olisi mahdollisuuksien mukaan todennettava analysoimalla sertifioitua vertailumateriaalia ja/tai osallistumalla menestyksekkäästi ja säännöllisesti pätevyyskokeisiin.

4.2 **Erityisvaatimukset**

4.2.1 *Varmistusmenetelmiä koskevat erityisvaatimukset*

4.2.1.1 Suorituskykyvaatimukset

Varmistusmenetelmiin sovelletaan seuraavia suorituskykyvaatimuksia:

Saanto: keskimääräisen saannon pitäisi olla 70–120 %.

Keskimääräinen saanto on rinnakkaisista näytteistä validoinnissa saatu keskimääräinen arvo, kun määritetään tarkkuusparametrit RSDr ja $RSDw_R$. Vaatimusta sovelletaan kaikkiin pitoisuuksiin ja kaikkiin yksittäisiin toksiineihin.

Poikkeustapauksissa edellä mainitun vaihteluvälin ulkopuolella olevat keskimääräiset saannot voivat olla hyväksyttäviä, kun ne ovat 50–130 %:n välillä ja kun RSDr:n ja $RSDw_R$:n tarkkuusvaatimukset täyttyvät.

Tarkkuus

RSDr:n on oltava ≤ 20 prosenttia.

RSDwR:n on oltava ≤ 20 prosenttia.

RSDR:n olisi oltava ≤ 25 %.

Näitä vaatimuksia sovelletaan kaikkiin pitoisuuksiin.

Jos laboratorio esittää todisteet siitä, että RSDwR:ää koskeva vaatimus täyttyy, ei ole tarpeen esittää kyseisiä todisteita RSDr:ää koskevan vaatimuksen osalta, koska RSDwR:ää koskevan vaatimuksen täyttyminen takaa RSDr:ää koskevan vaatimuksen täyttymisen.

Jos enimmäispitoisuutta sovelletaan toksiinien summaan, tarkkuusvaatimuksia sovelletaan sekä summaan että yksittäisiin toksiineihin.

Määritysraja

Jos jäljempänä olevassa taulukossa 1 on asetettu erityisvaatimus kasvitoksiinin määritysrajalle, menetelmän määritysrajan on oltava enintään kyseinen arvo.

Taulukko 1

Tiettyjä kasvitoksiineja koskevat määritysrajavaatimukset

Kasvitoksiini	Huomautukset	Elintarvikkeet	Määritysraja (µg/kg) tai (µg/l)
Pyrrolitsidiinialkaloidit	Yksittäisten pyrrolitsidiinialkaloidien määritysrajaa koskeva vaatimus	Kuivattu tuote	≤ 10
		Nestemäinen tuote	≤ 0,15
Tropaanialkaloidit	Atropiinin ja skopolamiinin määritysrajaa koskeva vaatimus	Imeväisille ja pikkulapsille tarkoitetut viljapohjaiset valmisruoat	≤ 1
		Vilja ja viljatuotteet	≤ 2
		Yrttiuutejuomat (kuivattu tuote)	≤ 5
		Yrttiuutejuomat (nesteet)	≤ 0,05
Oopiumalkaloidit	Morfiinin ja kodeiinin määritysrajaa koskeva vaatimus	Leipomotuotteet	≤ 500

Kaikissa muissa tapauksissa sovelletaan seuraavaa:

Määritysraja: oltava ≤ 0,5*enimmäismäärä ja mieluiten pienempi (≤ 0,2*enimmäismäärä).

Jos enimmäispitoisuutta sovelletaan toksiinien summaan, yksittäisten toksiinien määritysrajan on oltava ≤ 0,5*enimmäismäärä/n, jossa n on enimmäismäärän määritelmään sisältyvien toksiinien lukumäärä.

Tunnistaminen

Tunnistamiseen sovelletaan elintarvikkeissa ja rehuissa olevien mykotoksiinien ja kasvitoksiinien tunnistamista koskevassa ohjeasiakirjassa ([1]) vahvistettuja vaatimuksia.

4.2.1.2 Menetelmän soveltamisalueen laajentaminen

4.2.1.2.1 Soveltamisalueen laajentaminen muihin kasvitoksiineihin:

Kun uusia tutkittavia aineita lisätään olemassa olevan varmistusmenetelmän soveltamisalueeseen, menetelmän soveltuvuuden osoittaminen edellyttää täyttä validointia.

4.2.1.2.2 Laajentaminen muihin hyödykkeisiin:

Jos varmistusmenetelmän tiedetään tai odotetaan olevan sovellettavissa muihin hyödykkeisiin, sen pätevyys näiden muiden hyödykkeiden osalta on todennettava. Jos uusi hyödyke kuuluu hyödykeryhmään (ks. tämän liitteen taulukko 2), jonka osalta on jo tehty alustava validointi, riittää, että tehdään suppeampi lisävalidointi.

4.2.2 *Semikvantitatiivisia seulontamenetelmiä koskevat erityisvaatimukset*

4.2.2.1 Soveltamisalue

Tätä osiota sovelletaan bioanalyyttisiin menetelmiin, jotka perustuvat immunologiseen tunnistukseen tai reseptorisidoksiin (kuten ELISA, mittatikut, lateral flow -laitteet, immunosensorit), ja fysikaalis-kemiallisiin menetelmiin, jotka perustuvat kromatografiaan tai suoraan havaitsemiseen massaspektrometrialla (esim. ”ambient MS”). Muiden menetelmien (esim. ohutkerroskromatografian) käyttöä ei suljeta pois, kunhan havaitut signaalit liittyvät suoraan tutkittaviin kasvitoksiineihin ja mahdollistavat jäljempänä kuvatun periaatteen soveltamisen.

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

Erityisvaatimuksia sovelletaan menetelmiin, joiden mittauksen tuloksena on numeerinen arvo, esimerkiksi (suhteellinen) vaste mittatikkulukijasta tai signaali nestekromatografia-massaspektrometriasta, ja joissa normaalit tilastomenetelmät pätevät.

Vaatimuksia ei sovelleta menetelmiin, jotka eivät anna tulokseksi numeerisia arvoja (esim. vain viiva, joka näkyy tai ei näy). Ne edellyttävät erilaisia validointitapoja. Näitä menetelmiä koskevista erityisvaatimuksista säädetään 4.2.3 kohdassa.

Tässä asiakirjassa kuvataan menettelyitä seulontamenetelmien validoimiseksi laboratorioiden välisellä validoinnilla, validoidun menetelmän suorituskyvyn todentamiseksi laboratorioiden välisin toimin ja seulontamenetelmän validoimiseksi yhdessä laboratoriossa.

4.2.2.2 Validointimenettely

Validoinnin tarkoituksena on osoittaa seulontamenetelmän tarkoituksenmukaisuus. Tämä tehdään määrittämällä raja-arvo sekä väärien negatiivisten ja väärien epäiltyjen osuus. Näihin kahteen parametriin sisällytetään suorituskykyominaisuudet, kuten havaitsemisherkkyys, selektiivisyys ja tarkkuus.

Seulontamenetelmiä voidaan validoida laboratorioiden välisellä tai yksittäisen laboratorion validoinnilla. Jos laboratorioiden välistä validointia koskevia tietoja on jo saatavilla tietyn kasvitoksiini-/matriisi-/STC-yhdistelmän osalta, riittää, että menetelmän suorituskyky todennetaan menetelmän toteuttavassa laboratoriossa.

4.2.2.2.1 Alustava validointi yksittäisen laboratorion validoinnissa

Kasvitoksiinit

Validointi on suoritettava kustakin soveltamisalueeseen kuuluvasta kasvitoksiinista. Kun kyseessä on biomääritysmenetelmä, joka antaa yhdistetyn vasteen tietylle kasvitoksiiniryhmälle (esim. pyrrolitsidiinial-kaloidit), sovellettavuus on osoitettava ja testin rajoitukset mainittava menetelmän soveltamisalueessa. Ei-toivottujen ristireaktioiden ei katsota lisäävän kohdekasvitoksiinien väärien negatiivisten osuutta, mutta ne voivat lisätä väärien epäiltyjen osuutta. Tätä ei-haluttua lisääntymistä on vähennettävä varmistusmäärityksellä, jolla tunnistetaan ja kvantifioidaan kasvitoksiinit yksiselitteisesti.

Matriisit

Kullekin hyödykkeelle tai – jos menetelmän tiedetään olevan sovellettavissa useisiin hyödykkeisiin – kullekin hyödykeryhmälle on suoritettava alustava validointi. Jälkimmäisessä tapauksessa ryhmästä valitaan yksi edustava ja merkityksellinen hyödyke (ks. taulukko 2).

Näyte-erä

Validointiin vaadittava eri näytteiden vähimmäismäärä on 20 homogeenista negatiivista kontrollinäytettä ja 20 homogeenista positiivista kontrollinäytettä, jotka sisältävät kasvitoksiinia seulontatavoitepitoisuudella ja jotka analysoidaan laboratorion sisäisen uusittavuuden ($RSDw_R$) olosuhteissa viiden eri päivän aikana. Validointiin voidaan lisätä 20 näyte-erää, jotka sisältävät kasvitoksiinia muina pitoisuuksina, jotta saadaan tietoa siitä, missä määrin menetelmällä voidaan erottaa eri kasvitoksiinien pitoisuudet toisistaan.

Pitoisuus

Jokainen STC, jota käytetään rutiinisovelluksissa, on validoitava.

4.2.2.2.2 Alustava validointi kollaboratiivisilla kokeilla

Validointi kollaboratiivisilla kokeilla on tehtävä sellaisen kollaboratiivisia kokeita koskevan ISO 5725:1994 -standardin tai kansainvälisesti tunnustetun protokollan (IUPAC International Harmonised Protocol tai muu kansainvälisesti tunnustettu protokolla) mukaisesti, jossa edellytetään validien tietojen sisällyttämistä vähintään kahdeksasta eri laboratoriosta. Ainoa muu ero yksittäisen laboratorion validointeihin on, että ≥ 20 näytettä hyödykettä/pitoisuutta kohti voidaan jakaa tasaisesti osallistuvien laboratorioiden kesken niin, että näytteitä on vähintään kaksi laboratoriota kohti.

4.2.2.3 Nollanäytteiden raja-arvon ja väärien epäiltyjen tulosten osuuden määrittäminen

Vaadittuja parametreja laskettaessa perustaksi otetaan negatiivisten ja positiivisten kontrollinäytteiden (suhteelliset) vasteet.

Seulontamenetelmät, joissa vaste on suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen

Seulontamenetelmiin, joissa vaste on suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen, sovelletaan seuraavia:

$$Raja\text{-}arvo = R_{STC} + t\text{-}arvo_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = positiivisten kontrollinäytteiden keskimääräinen vaste (STC-tasolla)

t-arvo: yksisuuntainen t-arvo väärien negatiivisten tulosten 5 %:n osuudelle (ks. taulukko 3)

SD_{STC} = standardipoikkeama

Seulontamenetelmät, joissa vaste on käänteinen suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen

Seulontamenetelmissä, joissa vaste on käänteinen suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen, raja-arvo määritetään seuraavasti:

$$Raja\text{-}arvo = R_{STC} + t\text{-}arvo_{0,05} * SD_{STC}$$

Kun raja-arvon määrittämiseen käytetään tätä t-arvoa, väärien negatiivisten tulosten osuus asetetaan automaattisesti 5 %:iin.

Tarkoituksenmukaisuuden arviointi

Negatiivisista kontrollinäytteistä saatuja tuloksia käytetään arvioitaessa vastaavaa väärien epäiltyjen tulosten osuutta. t-arvo lasketaan niin, että se vastaa tilannetta, jossa negatiivisen kontrollinäytteen tulos on raja-arvon yläpuolella eli se luokitellaan virheellisesti epäillyksi.

$$\text{t-arvo} = (\text{raja-arvo} - \text{keskiarvo}_{\text{nollanäyte}})/SD_{\text{nollanäyte}}$$

Seulontamenetelmät, joissa vaste on suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen

tai

$$\text{t-arvo} = (\text{keskiarvo}_{\text{nollanäyte}} - \text{raja-arvo})/SD_{\text{nollanäyte}}$$

Seulontamenetelmät, joissa vaste on käänteinen suhteessa kasvitoksiinipitoisuuteen

Käyttäen kokeiden lukumäärästä laskettujen vapaa-asteiden perusteella saatua t-arvoa voidaan väärien epäiltyjen todennäköisyys yksisuuntaisen jakautumisen osalta joko laskea (esim. laskentataulukkofunktiona ”TDIST”) tai ottaa t-jakautumista koskevasta taulukosta (ks. taulukko 3).

Yksisuuntaisen t-jakautumisen vastaava arvo määrittää väärien epäiltyjen tulosten osuuden.

Käsite kuvataan yksityiskohtaisesti esimerkillä varustettuna teoksessa ”Analytical and Bioanalytical Chemistry” DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4 Menetelmän soveltamisalueen laajentaminen

4.2.2.4.1 Soveltamisalueen laajentaminen muihin kasvitoksiineihin:

Kun uusia kasvitoksiineja lisätään olemassa olevan seulontamenetelmän soveltamisalueeseen, menetelmän soveltuvuuden osoittaminen edellyttää täyttä validointia.

4.2.2.4.2 Laajentaminen muihin hyödykkeisiin:

Jos seulontamenetelmän tiedetään tai odotetaan olevan sovellettavissa muihin hyödykkeisiin, sen pätevyys näiden muiden hyödykkeiden osalta on todennettava. Jos uusi hyödyke kuuluu hyödykeryhmään (ks. tämän liitteen taulukko 2), jonka osalta on jo tehty alustava validointi, riittää, että tehdään suppeampi lisävalidointi. Tätä varten on analysoitava vähintään 10 homogeenista negatiivista kontrollinäytettä ja 10 homogeenista positiivista kontrollinäytettä (STC-tasolla) laboratorion sisäisen uusittavuuden olosuhteissa. Kaikkien positiivisten kontrollinäytteiden on oltava yli raja-arvon. Jos tämä vaatimus ei täyty, vaaditaan täyttä validointia.

4.2.2.5 Kollaboratiivisilla kokeilla jo validoitujen menetelmien todentaminen

Sellaisista seulontamenetelmistä, jotka on jo hyväksytysti validoitu kollaboratiivisilla laboratoriokokeilla, on todennettava menetelmän suorituskyky. Tätä varten on analysoitava vähintään 6 negatiivista kontrollinäytettä ja 6 positiivista kontrollinäytettä (STC-tasolla). Kaikkien positiivisten kontrollinäytteiden on oltava yli raja-arvon. Jos nämä vaatimukset eivät täyty, laboratorion on suoritettava juurisyyanalyysi sen yksilöimiseksi, miksi se ei pysty toistamaan kollaboratiivisessa kokeessa saatua tulosta. Menetelmän suorituskyky voidaan todentaa uudelleen laboratoriossa vasta korjaavien toimenpiteiden jälkeen. Jos laboratorio ei pysty todentamaan kollaboratiivisen kokeen tuloksia, sen on määritettävä oma raja-arvonsa täydessä yksittäisen laboratorion validoinnissa.

4.2.2.6 Menetelmän jatkuva todentaminen / menetelmän käynnissä oleva validointi

Alustavan validoinnin jälkeen saadaan uutta validointitietoa sisällyttämällä ainakin kaksi positiivista kontrollinäytettä kuhunkin seulottavaan näytesarjaan. Yhden positiivisen kontrollinäytteen on oltava tunnettu näyte (esim. alustavassa validoinnissa käytetty), toisen on oltava eri hyödyke samasta hyödykeryhmästä (jos vain yksi hyödyke analysoidaan, käytetään eri näytettä kyseisestä hyödykkeestä). Negatiivisen kontrollinäytteen sisällyttäminen on vapaaehtoista. Kahdesta positiivisesta kontrollinäytteestä saadut tulokset lisätään olemassa olevaan validointijoukkoon.

Raja-arvo määritetään ja menetelmän pätevyys arvioidaan uudelleen vähintään kerran vuodessa (edellisenä vuonna saatujen käytettävissä olevien laadunvarmistus-/laadunvalvontatietojen uudelleenarviointi). Menetelmän jatkuvalla todentamisella on useita tarkoituksia:

— valvotaan seulottujen näytesarjojen laatua;

— tuotetaan tietoa menetelmän varmuudesta menetelmää soveltavan laboratorion olosuhteissa;

— perustellaan menetelmän sovellettavuus eri hyödykkeisiin;

— mahdollistetaan raja-arvojen mukauttaminen, jos ne siirtyvät asteittain ajan mittaan.

4.2.2.7 Validointiraportti

Validointiraporttiin on sisällyttävä seuraavat:

— toteamus STC:stä;

— toteamus määritetystä raja-arvosta;

Huomautus: Raja-arvossa on oltava sama määrä merkittäviä numeroita kuin STC:ssä. Raja-arvon laskemiseen käytetyissä numeerisissa arvoissa on oltava vähintään yksi merkittävä numero enemmän kuin STC:ssä.

— toteamus lasketusta väärien epäiltyjen osuudesta;

— toteamus siitä, miten väärien epäiltyjen osuus saatiin.

Huomautus: Toteamus lasketusta väärien epäiltyjen osuudesta osoittaa, onko menetelmä tarkoituksenmukainen, koska se osoittaa nollanäytteiden (tai pienten kontaminaatiopitoisuuksien näytteiden) lukumäärän, joka on todennettava.

Taulukko 2

Hyödykeryhmät varmistus- ja seulontamenetelmien validointia varten

Hyödykeryhmät	Hyödykeluokat	Luokkaan sisältyvät tyypilliset edustavat hyödykkeet
Suuri vesipitoisuus	Juomat Hedelmät ja vihannekset Vilja- tai hedelmäpohjaiset soseet Tuoreet mausteyrtit	Yrttiuutejuomat (nesteet), rohtopurasruohon/kurkkuyrtin lehdet, perunat, imeväisille ja pikkulapsille tarkoitetut soseet
Suuri öljypitoisuus	Pähkinät Öljysiemenet ja niistä saatavat tuotteet Öljykasvien hedelmät ja niistä saatavat tuotteet	Mantelit, aprikoosin siemenet, rapsi, puuvillansiemenet, pellavansiemenet, lupiininsiemenet, unikonsiemenet, hampunsiemenet jne. Öljyt ja tahnat
Runsaasti tärkkelystä ja/tai proteiinia sisältävät ja vähän vettä ja rasvaa sisältävät	Viljanjyvät ja niistä saatavat tuotteet Erityisruokavaliovalmisteet	Maissi, tattari, hirssi, durra, cassavajauho, perunatuotteet Leipä, leipomotuotteet, voileipäkeksit, aamiaisviljatuotteet, pasta Jauheet ravinnon valmistamiseksi imeväisille ja pikkulapsille
Runsaasti happoa ja runsaasti vettä sisältävät (*)	Sitrustuotteet	
”Vaikeat tai erikoiset hyödykkeet” (**)		Siitepöly ja siitepölytuotteet, ravintolisät, yrttiuutejuomat (kuivattu tuote), tee (kuivattu tuote) Mausteet, lakritsi
Runsaasti sokeria ja vähän vettä sisältävät	Kuivatut hedelmät	Viikunat, rusinat, korintit, sultanat, hunaja
Maito ja maitotuotteet	Maito Juusto Meijerituotteet (esim. maitojauhe)	Lehmän-, vuohen- ja puhvelinmaito Lehmän-, vuohenmaitojuusto Jogurtti, kerma

(*) Jos käytetään puskuria uuttamisvaiheen pH-muutosten stabiloimiseksi, tämä hyödykeryhmä voidaan yhdistää yhdeksi hyödykeryhmäksi ”runsaasti vettä sisältävät”.

(**) ”Vaikeat tai erikoiset hyödykkeet” on validoitava täysimääräisesti vain, jos niitä analysoidaan säännöllisesti. Jos niitä analysoidaan vain silloin tällöin, validointi voidaan supistaa vain raportointitasojen tarkastukseen käyttäen nollauutteita, joihin on lisätty tunnettu pitoisuus analyyttiä.

Taulukko 3

Yksisuuntainen t-arvo väärien negatiivisten tulosten 5 %:n osuudelle

Vapausasteet	Toistojen lukumäärä	t-arvo (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 *Vaatimukset kvalitatiivisille seulontamenetelmille (menetelmät, jotka eivät anna numeerisia arvoja)*

Eri standardointielimet (esim. AOAC, ISO) kehittävät parhaillaan binäärisiä testimenetelmiä koskevia validointiohjeita. AOAC on laatinut ohjeasiakirjan binääristen testimenetelmien validoimisesta. Asiakirjan voidaan katsoa edustavan tämänhetkistä huippua binääristen testimenetelmien validoinnin osalta. Sen vuoksi menetelmät, joista saadaan binäärisiä tuloksia (esim. mittatikkutestien visuaalinen tarkastus), olisi validoitava AOAC:n binäärisiä kemiallisia laatumenetelmiä koskevien kansainvälisten validointiohjeiden mukaisesti (AOAC International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods) ([2]).

Voidaan käyttää myös muita tunnustettuja validointiohjeita, kuten standardin ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 (Guidelines for the validation of Quality screening methods for the detection of veterinary drugs of residues of veterinary drugs in milk and milk products) mukaista lähestymistapaa.

4.3 **Mittausepävarmuuden arviointi, saannon laskeminen ja tulosten raportointi** ([3])

4.3.1 *Varmistusmenetelmät*

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

([3]) Lisätietoa mittausepävarmuuden ja saannon arviointimenetelmistä on saatavilla raportissa "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).

Määritystulokset on raportoitava seuraavasti:

a) Tarvittaessa saannon suhteen korjattuna, ja jos korjataan, siitä on ilmoitettava. Saantoaste on ilmoitettava, ellei systemaattisen virheen olennainen korjaaminen ole osa menetelmää. Korjaus saannon suhteen ei ole tarpeen, jos saanto on 90–110 %.

b) Muodossa x +/– U, jossa x on määritystulos ja U on mittaukseen liittyvä laajennettu analyyttinen epävarmuus, käyttäen kattavuuskerrointa 2, jolloin luotettavuustaso on noin 95 %.

Menetelmän laajennettuna mittausepävarmuutena voidaan ilmoittaa 50 prosenttia, jos laboratorio täyttää kaikki 4.2 kohdassa määritellyt tarkkuusvaatimukset. Yksittäinen laboratorio voi osoittaa, että vaadittu uusittavuuden suhteellinen standardipoikkeama RSD_R toteutuu (25 %:n tavoitestandardipoikkeaman perusteella), kun toistettavuuden suhteellinen standardipoikkeama (RSD_r) ja laboratorion sisäisen uusittavuuden suhteellinen standardipoikkeama ($RSDw_R$) täyttävät vaatimukset ja lisäksi laboratorio osallistuu menestyksekkäästi pätevyyden testausohjelmiin (paitsi jos sopivaa pätevyyden testausohjelmaa ei ole saatavilla), jolloin z-arvo on keskimäärin $|z| \leq 2$.

Jos toksiinien summalle on asetettu enimmäispitoisuus, on ilmoitettava kaikkien yksittäisten toksiinien määritystulokset.

Saantokorjaus on tarvittaessa tehtävä kullekin yksittäiselle toksiinille ennen pitoisuuksien yhteenlaskemista.

Yhteenlasketun enimmäispitoisuuden vaatimustenmukaisuuden todentamisessa on sovellettava alinta summapitoisuutta, mikä tarkoittaa, että yksittäisten toksiinien tulokset, jotka ovat määritysrajan alapuolella, on korvattava summan laskemisessa nollalla.

Näitä määritystuloksen tulkintasääntöjä erän hyväksymiseksi tai hylkäämiseksi sovelletaan virallista valvontaa varten otetusta näytteestä saatuun määritystulokseen.

Oikeuksien puolustamiseen ja vertaamiseen tarkoitettuihin määrityksiin sovelletaan kansallisia sääntöjä.

Varsinkin jos vaatimustenvastaisuus käy selvästi ilmi virallista valvontaa varten otetusta näytteestä saadusta määritystuloksesta, kun otetaan huomioon laajennettu mittausepävarmuus, ja käy vähemmän selvästi ilmi oikeuksien puolustamista varten otetusta näytteestä saadusta määritystuloksesta,

kun sovelletaan suurempaa laajennettua mittausepävarmuutta kuin virallisessa valvonnassa, oikeuksien puolustamista varten otetusta näytteestä saadulla määritystuloksella ei voida ohittaa virallista valvontaa varten otetulla näytteellä todettua vaatimustenvastaisuutta.

4.3.2 *Seulontamenetelmät*

Seulonnan tuloksen perusteella näytteen ilmoitetaan olevan ”vaatimustenmukainen” tai sen ”epäillään olevan vaatimustenvastainen”.

Jos näytteen ”epäillään olevan vaatimustenvastainen”, tämä tarkoittaa sitä, että näyte ylittää raja-arvon ja saattaa sisältää kasvitoksiinia seulontatavoitepitoisuutta enemmän. Epäillyn näytteen seurauksena tehdään varmistusmääritys, jotta kasvitoksiini voidaan tunnistaa ja kvantifioida yksiselitteisesti.

”Vaatimustenmukainen” tarkoittaa sitä, että kasvitoksiinipitoisuus näytteessä on < STC 95 %:n luotettavuustasolla (eli on 5 %:n mahdollisuus, että näytteet raportoidaan virheellisesti negatiivisiksi). Määritystulos raportoidaan muodossa ”< STC:n taso” niin, että STC:n taso on täsmennetty.

4.4 **Laboratorioiden laatuvaatimukset**

Laboratorion on noudatettava asetuksen (EU) 2017/625 37 artiklan 4 ja 5 kohdan säännöksiä.