2023/2783

2023.12.15.

A BIZOTTSÁG (EU) 2023/2783 VÉGREHAJTÁSI RENDELETE

(2023. december 14.)

az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok szintjének ellenőrzésére szolgáló mintavételi és analitikai módszerek megállapításáról és az (EU) 2015/705 rendelet hatályon kívül helyezéséről

(EGT-vonatkozású szöveg)

AZ EURÓPAI BIZOTTSÁG,

tekintettel az Európai Unió működéséről szóló szerződésre,

tekintettel az élelmiszer- és takarmányjog, valamint az állategészségügyi és állatjóléti szabályok, a növényegészségügyi szabályok, és a növényvédő szerekre vonatkozó szabályok alkalmazásának biztosítása céljából végzett hatósági ellenőrzésekről és más hatósági tevékenységekről, továbbá a 999/2001/EK, a 396/2005/EK, az 1069/2009/EK, az 1107/2009/EK, az 1151/2012/EU, a 652/2014/EU, az (EU) 2016/429 és az (EU) 2016/2031 európai parlamenti és tanácsi rendelet, az 1/2005/EK és az 1099/2009/EK tanácsi rendelet, valamint a 98/58/EK, az 1999/74/EK, a 2007/43/EK, a 2008/119/EK és a 2008/120/EK tanácsi irányelv módosításáról, és a 854/2004/EK és a 882/2004/EK európai parlamenti és tanácsi rendelet, a 89/608/EGK, a 89/662/EGK, a 90/425/EGK, a 91/496/EGK, a 96/23/EK, a 96/93/EK és a 97/78/EK tanácsi irányelv és a 92/438/EGK tanácsi határozat hatályon kívül helyezéséről szóló, 2017. március 15-i (EU) 2017/625 európai parlamenti és tanácsi rendeletre (a hatósági ellenőrzésekről szóló rendelet) ([1]) és különösen annak 34. cikke (6) bekezdésére,

mivel:

(1) Az (EU) 2023/915 bizottsági rendelet ([2]) meghatározza az élelmiszerekben előforduló egyes növényi toxinok felső határértékeit.

(2) A mintavétel döntő szerepet játszik a növényi toxinok szintjének egy adott tételben való pontos meghatározásában, mivel a növényi toxinok eloszlása egy tételen belül heterogén lehet. Ezért helyénvaló mintavételi módszereket megállapítani az élelmiszerekben található növényi toxinok szintjének hatósági ellenőrzésére.

(3) Az (EU) 2023/2782 bizottsági végrehajtási rendelet ([3]) meghatározza az élelmiszerek mikotoxinszintjének hatósági ellenőrzéséhez alkalmazandó mintavételi módszereket. Mivel mind a növényi toxinok, mind a mikotoxinok heterogén módon oszlanak el a tételekben, helyénvaló ezeket a mintavételi módszereket a növényi toxinokra is alkalmazni.

(4) Hatósági ellenőrzések végezhetők olyan élelmiszereken, amelyek esetében nem állapítottak meg egyedi felső határértéket a növényi toxinokra vonatkozóan, és amelyek tekintetében nem határoztak meg külön mintavételi eljárást. Ezért helyénvaló kritériumokat megállapítani annak meghatározására, hogy ilyen esetekben melyik mintavételi eljárást kell alkalmazni.

(5) Olyan általános teljesítménykritériumok megállapítására is szükség van, amelyeknek az analitikai módszernek meg kell felelniük annak biztosítására, hogy az ellenőrző laboratóriumok egymással összehasonlítható teljesítményjellemzőkkel rendelkező analitikai módszereket alkalmazzanak. Mivel a mikotoxinokkal és növényi toxinokkal foglalkozó uniós referencialaboratórium a rendelkezésre álló legjobb tudományos információk alapján határozta meg az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok vizsgálatára vonatkozó analitikai teljesítménykritériumokat, helyénvaló ezeket a kritériumokat ebben a rendeletben meghatározni.

([1]) HL L 95., 2017.4.7., 1. o.

([2]) A Bizottság (EU) 2023/915 rendelete (2023. április 25.) az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok felső határértékeiről és az 1881/2006/EK rendelet hatályon kívül helyezéséről (HL L 119., 2023.5.5., 103. o.)

([3]) A Bizottság (EU) 2023/2782 végrehajtási rendelete (2023. december 14.) az élelmiszerekben előforduló mikotoxinok szintjének ellenőrzésére szolgáló mintavételi és analitikai módszerek megállapításáról és a 401/2006/EK rendelet hatályon kívül helyezéséről (HL L, 2023/2782, 2023.12.15, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Az (EU) 2015/705 bizottsági rendelet ([4]) meghatározza az élelmiszerek erukasav-tartalmának hatósági ellenőrzése során alkalmazandó mintavételi módszereket és az analitikai módszerekre vonatkozó teljesítménykritériumokat. Mivel az e rendeletben meghatározott mintavételi módszerek és az analitikai teljesítménykritériumok megfelelőek az élelmiszerekben előforduló erukasav növényi toxin ellenőrzésére is, az egyszerűsítés érdekében helyénvaló hatályon kívül helyezni az (EU) 2015/705 rendeletet.

(7) Az ellenőrző laboratóriumok számára elegendő időt kell biztosítani az e rendelet által bevezetett új követelmények teljesítéséhez. Ezért indokolt észszerű időt biztosítani e rendelet alkalmazásáig.

(8) A növényi toxinok felső határértékeire vonatkozó hatósági ellenőrzések és egyéb szabályozási tevékenységek folyamatosságának biztosítása, valamint annak érdekében, hogy elegendő idő álljon rendelkezésre az analitikai módszerek újbóli validálására, helyénvaló úgy rendelkezni, hogy az e rendelet alkalmazásának kezdőnapja előtt validált analitikai módszerek meghatározott ideig továbbra is alkalmazhatók legyenek.

(9) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak a Növények, Állatok, Élelmiszerek és Takarmányok Állandó Bizottságának véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

E rendelet alkalmazásában az (EU) 2023/2782 bizottsági végrehajtási rendelet 1. cikkében szereplő fogalommeghatározások alkalmazandók.

2. cikk

(1) Az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok szintjének ellenőrzésére szolgáló mintavételt az I. mellékletben meghatározott módszerekkel összhangban kell elvégezni.

(2) Olyan élelmiszer esetében, amely nem sorolható be egyik olyan élelmiszer-kategóriába sem, amelyre vonatkozóan az I. mellékletben mintavételi eljárást határoztak meg, a mintavételi eljárást az adott élelmiszer részecskeméretе vagy az adott élelmiszernek az I. mellékletben felsorolt élelmiszer-kategóriák valamelyikébe besorolható termékkel való hasonlósága alapján kell meghatározni.

(3) Olyan élelmiszer esetében, amely nem sorolható be az I. mellékletben felsorolt egyik élelmiszer-kategóriába sem, és feltéve, hogy bizonyíték van arra, hogy a növényi toxin homogén módon oszlik el az ilyen élelmiszerben, az élelmiszerből a 333/2007/EK bizottsági rendelet ([5]) mellékletének B. részében meghatározott mintavételi módszer szerint kell mintát venni.

3. cikk

Az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok szintjének ellenőrzéséhez a minta-előkészítésnek és az analitikai módszereknek meg kell felelniük a II. mellékletben megállapított kritériumoknak.

4. cikk

Az (EU) 2015/705 rendelet hatályát veszti. A hatályon kívül helyezett rendeletre való hivatkozásokat az e végrehajtási rendeletre való hivatkozásként kell értelmezni.

([4]) A Bizottság (EU) 2015/705 rendelete (2015. április 30.) az élelmiszerek erukasav-tartalmának hatósági ellenőrzése során alkalmazandó mintavételi módszerek és az analitikai módszerekre vonatkozó teljesítménykritériumok megállapításáról, valamint a 80/891/EGK bizottsági irányelv hatályon kívül helyezéséről (HL L 113., 2015.5.1., 29. o.).

([5]) A Bizottság 333/2007/EK rendelete (2007. március 28.) az élelmiszerekben előforduló nyomelemek és élelmiszer-feldolgozás során keletkező szennyező anyagok mennyiségének ellenőrzése céljából végzett mintavétel és vizsgálat módszereinek megállapításáról (HL L 88., 2007.3.29., 29. o.).

5. cikk

Ez a rendelet az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2024. április 1-jétől kell alkalmazni. Az e rendelet alkalmazásának kezdőnapja előtt validált analitikai módszerek azonban 2028. július 1-jéig alkalmazhatók még akkor is, ha nem felelnek meg az e rendelet II. mellékletének 4.2. pontjában előírt valamennyi egyedi követelménynek.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 2023. december 14-én.

a Bizottság részéről
az elnök
Ursula VON DER LEYEN

I. MELLÉKLET

Az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok szintjének ellenőrzésére szolgáló mintavételi módszerek

I RÉSZ

ÁLTALÁNOS RENDELKEZÉSEK

A.1. **Általános rendelkezések**

A.1.1. *Személyzet*

A mintavételt egy, a tagállam illetékes hatósága által felhatalmazott személy végzi.

A.1.2. *Mintavételre szánt anyag*

Minden vizsgálandó tételből külön-külön kell mintát venni. A különféle növényi toxinokra vonatkozó egyedi mintavételi rendelkezésekkel összhangban a nagy tételeket kisebb altételekre kell osztani, amelyekből külön-külön kell mintát venni.

A.1.3. *Óvintézkedések*

A mintavétel és a mintaelőkészítés során óvintézkedéseket kell tenni az olyan változások elkerülése érdekében, amelyek:

– befolyásolnák a növényitoxin-tartalmat, hátrányosan befolyásolnák az analitikai meghatározást vagy megszüntetnék az egyesített minta reprezentativitását,

– befolyásolnák a mintavétel tárgyát képező tételek élelmiszer-biztonságát.

Emellett a mintavételt végző személyek biztonságának védelmét szolgáló valamennyi óvintézkedést meg kell tenni.

A.1.4. *Elemi minták*

Az elemi mintákat lehetőség szerint a tétel vagy az altétel különböző helyeiről kell venni. Az ezen eljárástól való eltérést az e melléklet A.1.8. pontjában előírt mintavételi naplóban kell rögzíteni.

A.1.5. *Az egyesített minta elkészítése*

Az egyesített mintát az összes elemi minta egyesítésével kell előállítani.

A.1.6. *Párhuzamos minták*

Az ellenőrzési, védekezési vagy döntési célokra szolgáló párhuzamos mintákat a homogenizált egyesített mintából kell venni, amennyiben ez nem ütközik az adott tagállam jogszabályaiba az élelmiszer-vállalkozók jogai tekintetében.

A.1.7. *A minták csomagolása és szállítása*

Minden mintát olyan tiszta, inert tárolóedénybe kell helyezni, amely védelmet nyújt a szennyeződés és a szállítás során bekövetkező károsodás ellen. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni a szállítás vagy a tárolás során a minta összetételében esetlegesen bekövetkező bárminemű változás elkerülése érdekében.

A.1.8. *A minták lezárása és címkézése*

A hatósági felhasználásra vett mintákat a mintavétel helyszínén le kell zárni, és a tagállam szabályainak megfelelően azonosítóval kell ellátni.

Valamennyi mintavételről mintavételi naplót kell vezetni – amely lehetővé teszi az egyes tételek egyértelmű azonosítását –, feltüntetve a mintavétel időpontját és helyét, valamint minden olyan további információt, amely segítheti az elemzést végző személy munkáját.

A.2. **Különböző tételtípusok**

Az élelmiszercikkek forgalmazhatók ömlesztett formában, tartályokban vagy egyedi csomagolásban, például zsákokban, zacskókban, kiskereskedelmi/egyedi kiszerelésben. A mintavételi módszer ömlesztve, tartályban vagy egyedi csomagolásban – például zsákokban, zacskókban, kiskereskedelmi/egyedi kiszerelésben vagy bármely más formában – forgalomba hozott árukra alkalmazható.

Az e mellékletben máshol meghatározott egyedi mintavételi rendelkezések sérelme nélkül, a következő képlet alkalmazása az irányadó az egyedi csomagolásban (például zsákok, zacskók, kiskereskedelmi/egyedi kiszerelés) forgalmazott tételekből történő mintavételhez.

$$\text{Mintavétel gyakorisága } n = \frac{\text{a tétel tömege x az elemi minta tömege}}{\text{az egyesített minta tömege x az egyedi kiszerelés tömege}}$$

– Tömeg: kg-ban.

– Mintavétel gyakorisága: minden „n”-edik egyedi csomagolás, amelyből elemi mintát kell venni (a törtszámokat a legközelebbi egész számra kell kerekíteni).

A.3. **Mintavétel magas térfogat/tömeg aránnyal rendelkező árukból**

Az (EU) 2023/2782 végrehajtási rendelet I. melléklete II. részének L. és M. része alá tartozó élelmiszeráruk kivételével a tömegükhöz képest nagy térfogatú élelmiszeráruk (azaz térfogat (dm^3)/tömeg (kg) > 5) mintavétele esetén a tömegre vonatkozó követelmények az egyenértékű térfogatra vonatkozó követelménnyel helyettesíthetők (azaz 1 kg helyett 1 dm^3).

II. RÉSZ

MINTAVÉTELI MÓDSZEREK

Az (EU) 2023/2782 végrehajtási rendelet I. mellékletének II. részében meghatározott mintavételi módszerek alkalmazandók.

A burgonya és a burgonyatermékek (glikoalkaloidok), valamint a méz (pirrolizidin alkaloidok) mintavételére azonban a 333/2007/EK rendelet mellékletének B. része alkalmazandó.

II. MELLÉKLET

Az élelmiszerekben előforduló növényi toxinok ellenőrzésére szolgáló mintaelőkészítésre ÉS analitikai módszerekre vonatkozó kritériumok

1. BEVEZETÉS Óvintézkedések

Mivel a növényi toxinok eloszlása általában nem homogén, a minták előkészítését – és különösen homogenizálását – igen gondosan kell elvégezni.

A laboratóriumba érkező teljes mintát homogenizálni kell, ha a homogenizálást a laboratórium végzi.

2. A LABORATÓRIUMBA ÉRKEZŐ MINTA KEZELÉSE

Minden laboratóriumi mintát alaposan össze kell keverni egy olyan eljárással – beleértve szükség esetén a finomőrlést is – amely bizonyítottan teljes homogenizálást eredményez.

Ha a felső határérték a száraz anyagra vonatkozik, akkor a termék szárazanyag-tartalmát a homogenizált minta egy részében kell meghatározni olyan módszerrel, amely bizonyítottan pontosan határozza meg a szárazanyag-tartalmat.

3. PÁRHUZAMOS MINTÁK

Az ellenőrzési, védekezési vagy döntési célokra szolgáló párhuzamos mintákat a homogenizált anyagból kell venni, amennyiben ez nem ütközik az adott tagállam jogszabályaiba az élelmiszer-vállalkozók jogai tekintetében.

4. A LABORATÓRIUM ÁLTAL ALKALMAZANDÓ ANALITIKAI MÓDSZEREK ÉS A LABORATÓRIUMI ELLENŐRZÉSI KÖVETELMÉNYEK

4.1. **Általános követelmények**

Az élelmiszer-ellenőrzés céljára használt megerősítő analitikai módszereknek az (EU) 2017/625 rendelet III. mellékletének (1) és (2) bekezdésében foglalt rendelkezéseknek kell megfelelniük.

Amennyiben lehetséges, a módszer valódiságát egy hitelesített referenciaanyag elemzésével és/vagy jártassági vizsgálatokban való rendszeres és sikeres részvétellel kell igazolni.

4.2. **Egyedi követelmények**

4.2.1. *A megerősítő módszerekre vonatkozó egyedi követelmények*

4.2.1.1. Teljesítménykritériumok

A megerősítő módszerekre a következő teljesítménykritériumok vonatkoznak:

Visszanyerés: az átlagos visszanyerésnek 70–120 %-nak kell lennie.

Az átlagos visszanyerés az RSDr és az $RSDw_R$ pontossági paraméterek meghatározásakor, a validálás során kapott párhuzamos próbák átlagértéke. A kritérium valamennyi koncentrációra és valamennyi toxinra vonatkozik.

Kivételes esetekben a fenti tartományon kívüli átlagos visszanyerés is elfogadható, de 50–130 %-on belül kell lennie, és kizárólag akkor, ha az RSDr-re és az $RSDw_R$-re vonatkozó pontossági kritériumok teljesülnek.

Pontosság

Az RSDr értéke ≤ 20 % lehet.

Az RSDwR értéke ≤ 20 % lehet.

Az RSDR értékének ≤ 25 %-nak kell lennie.

Ezek a kritériumok valamennyi koncentrációra vonatkoznak.

Amennyiben egy laboratórium bizonyítékot szolgáltat arra vonatkozóan, hogy az RSDwR-kritérium teljesül, nincs szükség arra, hogy az RSDr-kritériumra vonatkozóan bizonyítékot nyújtsanak be, mivel az RSDwR-nek való megfelelés garantálja az RSDr-kritériumnak való megfelelést.

Amennyiben a felső határérték a toxinok összegére vonatkozik, a pontossági kritériumok mind az összegre, mind az egyes toxinokra vonatkoznak.

Meghatározási határ

Ha az alábbi 1. táblázatban egy növényi toxin meghatározási határára vonatkozóan egyedi követelmény szerepel, a módszernek ezen értékkel azonos vagy annál alacsonyabb meghatározási határral kell rendelkeznie.

1. táblázat

Az egyes növényi toxinok meghatározási határára vonatkozó követelmények

Növényi toxin	Megjegyzések	Élelmiszer	A meghatározási határra vonatkozó követelmény (µg/kg) vagy (µg/l)
Pirrolizidin alkaloidok	Az egyes pirrolizidin alkaloidok meghatározási határára vonatkozó követelmény	Szárított termék	≤ 10
		Folyékony termék	≤ 0,15
Tropán alkaloidok	Külön az atropin, illetve a szkopolamin meghatározási határára vonatkozó követelmény	Csecsemők és a kisgyermekek számára készült, feldolgozott gabonaalapú élelmiszerek	≤ 1
		Gabonafélék és gabonakészítmények	≤ 2
		Gyógynövényforrázatok (szárított termék)	≤ 5
		Gyógynövényforrázatok (folyékony)	≤ 0,05
Ópium alkaloidok	Külön a morfin, illetve a kodein meghatározási határára vonatkozó követelmény	Sütőipari termékek	≤ 500

Minden más esetben a következő alkalmazandó:

Meghatározási határ: ≤ 0,5*felső határérték lehet, és lehetőleg alacsonyabbnak (≤ 0,2*felső határérték) kell lennie.

Amennyiben a felső határérték a toxinok összegére vonatkozik, az egyes toxinok meghatározási határa ≤ 0,5*felső határérték/n lehet, ahol n a felső határérték fogalommeghatározásában szereplő toxinok száma.

Azonosítás

Az azonosításhoz az élelmiszerekben és takarmányokban található mikotoxinok és növényi toxinok azonosítására vonatkozó útmutatóban ([1]) meghatározott kritériumokat kell alkalmazni.

4.2.1.2. A módszer alkalmazási területének kiterjesztése

4.2.1.2.1. Az alkalmazási terület kiterjesztése más növényi toxinokra:

Ha egy meglévő megerősítő módszer alkalmazási területét más analitokra terjesztik ki, teljeskörű validálás szükséges a módszer alkalmasságának igazolására.

4.2.1.2.2. Más árukra való kiterjesztés:

Ha a megerősítő módszerről ismert, vagy feltételezhető, hogy az más árukra is alkalmazható, az ezen egyéb árukra való alkalmazás érvényességét igazolni kell. Amíg az új áru olyan árucsoportba tartozik (lásd e melléklet 2. táblázatát), amelynél már elvégezték a kezdeti validálást, elegendő egy korlátozott kiegészítő validálást elvégezni.

4.2.2. *A félmennyiségi szűrőmódszerekre vonatkozó egyedi követelmények*

4.2.2.1. Alkalmazási terület

Ez a szakasz az immunfelismerésen vagy receptorkötésen (mint például ELISA, tesztcsíkok, laterális áramlású eszközök, immunszenzorok) alapuló bioanalitikai módszerekre és kromatográfián vagy tömegspektrometrián közvetlen érzékelésen alapuló fizikai-kémiai módszerekre (pl. környezeti MS) vonatkozik. Más módszerek (pl. vékonyréteg-kromatográfia) alkalmazása nincs kizárva, feltéve, hogy a küldött jelzések közvetlenül az érintett növényi toxinokra vonatoznak és lehetővé teszik az alábbiakban ismertetett elv alkalmazhatóságát.

([1]) Elérhető a következő internetcímen: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf.

Az egyedi követelmények azokra a módszerekre vonatkoznak, amelyek esetében a mérés eredménye számszerű érték, például egy tesztcsíkleolvasó adta (relatív) érték, egy jel az LC-MS-től stb., és amelyek a szokásos statisztikán alapulnak.

A követelmények nem vonatkoznak olyan módszerekre, amelyek nem adnak számszerű értékeket (pl. csak egy vonal, amely megjelenik vagy nem), ami más hitelesítési megközelítést tesz szükségessé. Az ezen módszerekre vonatkozó egyedi követelményeket a 4.2.3. pont tartalmazza.

Ez a dokumentum a szűrőmódszerek laboratóriumközi validálása általi validálására, egy laboratóriumközi gyakorlat révén validált módszer teljesítményének ellenőrzésére és a szűrőmódszernek egy egyetlen laboratóriumon belüli validálására vonatkozó eljárásokat írja le.

4.2.2.2. Validálási eljárás

A validálás célja a szűrőmódszer rendeltetésnek való megfelelésének igazolása. Ez a küszöbérték meghatározásával, valamint az álnegatív minták és az álkétes minták arányának meghatározásával történik. E két paraméterbe olyan teljesítményjellemzőket ágyaztak be, mint a kimutatási képesség, a szelektivitás és a pontosság.

A szűrőmódszerek laboratóriumok között vagy egy egyetlen laboratóriumon belül validálhatók. Amennyiben bizonyos növényi toxin/mátrix/STC-kombinációra vonatkozóan már rendelkezésre állnak laboratóriumok közötti validált adatok, elegendő, ha a módszert alkalmazó laboratórium ellenőrzi a módszer teljesítményét.

4.2.2.2.1. Kezdeti validálás egy egyetlen laboratórium általi validálással

Növényi toxinok

A validálást az alkalmazási területhez tartozó minden egyes növényi toxin esetében el kell végezni. Olyan bioanalitikai módszerek esetében, amelyek bizonyos növényi toxincsoportokra (pl. pirrolizidin alkaloidok) kombinált választ adnak, az alkalmazhatóságot bizonyítani kell, és ki kell mutatni a vizsgálat korlátait a módszer alkalmazási területén belül. A nemkívánatos keresztreaktivitás nem növeli a célzott növényi toxinok álnegatív arányát, de növelheti az álkétes arányt. Ezt a nemkívánatos növekedést csökkenteni kell a növényi toxinok egyértelmű azonosítására és mennyiségi meghatározására szolgáló megerősítő elemzéssel.

Mátrixok

Első validálást kell végezni minden egyes áru esetében, vagy – amennyiben a módszer ismerten több árura is alkalmazható – minden egyes árucsoport esetében. Ez utóbbi esetben az adott csoportból egy reprezentatív és egy releváns árut kell kiválasztani (lásd a 2. táblázatot).

A minta összetétele

A validáláshoz szükséges különböző minták minimális száma 20 homogén negatív kontrollminta és 20 homogén pozitív kontrollminta, amelyek a növényi toxint STC értéken tartalmazzák, és amelyeket laboratóriumon belüli reprodukálhatósági ($RSDw_R$) körülmények között, 5 különböző napon elemeztek. További 20, növényi toxint más szinten tartalmazó mintacsomag is hozzáadható a validálandó tartalomhoz annak megállapítása céljából, hogy a módszer mennyire képes különbséget tenni a különböző növényitoxin-koncentrációk között.

Koncentráció

Minden egyes, a rendszeres alkalmazás során használandó STC esetében validálást kell végezni.

4.2.2.2.2. Első validálás körvizsgálatokkal

A kollaboratív vizsgálatokkal történő validálást az ISO 5725:1994 szabványnak, az IUPAC nemzetközi harmonizált jegyzőkönyvének vagy más, a körvizsgálatokról szóló, nemzetközileg elismert jegyzőkönyvnek megfelelően kell elvégezni, amely legalább nyolc különböző laboratóriumtól származó érvényes adat bevonását igényli. Az egyetlen másik eltérés az egyetlen laboratóriumon belül elvégzett validáláshoz képest az, hogy árunként/szintenként ≥ 20 minta osztható el egyenlően a résztvevő laboratóriumok között úgy, hogy minden laboratóriumra legalább két minta jusson.

4.2.2.3. A vakminták küszöbértékének és az álkétes eredmények arányának meghatározása

A kötelező paraméterek kiszámításánál a negatív és pozitív kontrollminták (relatív) válaszait veszik alapul.

Szűrőmódszerek a növényitoxin-koncentrációval arányos válasszal

A növényitoxin-koncentrációval arányos választ adó szűrőmódszerekre az alábbiak érvényesek:

$$Küszöbérték = R_{STC} - t\text{-}érték_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = a pozitív kontrollminták átlagos válasza (STC-értéken)

t-érték: egyoldalú t-érték 5 %-os álnegatív eredményt adó arányra (lásd a 3. táblázatot)

SD_{STC} = szórás

Szűrőmódszerek a növényitoxin-koncentrációval fordítottan arányos válasszal

Hasonlóképpen, a növényitoxin-koncentrációval fordítottan arányos választ adó szűrési módszerek esetében az alábbiakban meghatározott küszöbérték érvényes:

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

A küszöbérték meghatározására használt ezen speciális t-érték alkalmazásával az álnegatív eredmények aránya alapértelmezésben 5 %.

Az adott célra való alkalmasság értékelése

A negatív kontrollminták eredményeit a megfelelő álkétes eredmények becslésére használják. A t-értéket azon eset alapján számítják ki, amikor a negatív kontrollminta eredménye a küszöbérték felett van, vagyis tévesen kétesként lett besorolva.

t-érték = $(\text{küszöbérték} - \text{átlag}_{vak})/SD_{vak}$

a növényitoxin-koncentrációval arányos választ adó szűrőmódszerekhez

vagy

t-érték = $(\text{átlag}_{vak} - \text{küszöbérték})/SD_{vak}$

a növényitoxin-koncentrációval fordítottan arányos választ adó szűrőmódszerekhez

A kapott t-értékből a kísérletek számából kalkulált szabadságfokok alapján az egyoldalú eloszlás esetén az álkétes minták valószínűségi értéke vagy kiszámítható (pl. „TDIST” táblázati függvénnyel) vagy a t-eloszlás táblázata (lásd a 3. táblázatot) alapján határozható meg.

Az egyoldalú t-eloszlás adott értéke meghatározza az álkétes eredmények arányát.

E fogalom részletes ismertetője – példával – a következő forrásban található: Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. A módszer alkalmazási területének kiterjesztése

4.2.2.4.1. Az alkalmazási terület kiterjesztése más növényi toxinokra:

Ha egy létező szűrőmódszer alkalmazási területét új növényi toxinokra terjesztik ki, teljeskörű validálás szükséges a módszer alkalmasságának igazolására.

4.2.2.4.2. Más árukra való kiterjesztés:

Ha a szűrőmódszerről ismert, vagy feltételezhető, hogy az más árukra is alkalmazható, az ezen egyéb árukra való alkalmazás érvényességét igazolni kell. Amíg az új áru olyan árucsoportba tartozik (lásd e melléklet 2. táblázatát), amelynél már elvégezték a kezdeti validálást, elegendő egy korlátozott kiegészítő validálást elvégezni. Ehhez legalább 10 homogén negatív kontrollminta és 10 homogén kontrollminta (STC értéken történő) elemzése szükséges laboratóriumon belüli reprodukálhatósági körülmények mellett. A pozitív kontrollminták mindegyikének a küszöbérték felettinek kell lennie. Amennyiben ez a kritérium nem teljesül, teljeskörű validálásra van szükség.

4.2.2.5. Körvizsgálatokkal már validált módszerek ellenőrzése

A laboratóriumi körvizsgálattal már sikeresen validált szűrőmódszerek esetében ellenőrizni kell a módszer alkalmasságát. Ehhez legalább 6 negatív kontrollminta és 6 pozitív kontrollminta (STC értéken történő) elemzése szükséges. A pozitív kontrollminták mindegyikének a küszöbérték felettinek kell lennie. Amennyiben ez a kritérium teljesül, a laboratóriumnak gyökérokelemzést kell végeznie annak azonosítására, hogy miért nem teljesül a körvizsgálatban meghatározott specifikáció. Csak korrekciós intézkedést követően kell újból ellenőrizni a módszer teljesítményét a laboratóriumban. Amennyiben a laboratórium nem képes igazolni a körvizsgálat eredményeit, a saját küszöbértékét egy teljeskörű, egyetlen laboratóriumban elvégzett validálás útján kell meghatároznia.

4.2.2.6. Folyamatos módszerellenőrzés/folyamatban lévő módszervalidálás

A kezdeti validálást követően kiegészítő validálási adatok nyerhetők úgy, hogy a pozitív kontrollmintákból minden vizsgált mintakötegbe legalább kettőt bevonnak. Az egyik pozitív kontrollmintának ismert mintának kell lennie (pl. egy, a kezdeti validálás során használt minta), a másiknak egy ugyanabba az árucsoportba tartozó más árunak kell lennie (abban az esetben, ha csak egy árut elemeznek, helyette ugyanannak az árucsoportnak egy másik mintáját kell használni). Egy negatív kontrollminta bevonása opcionális. A két pozitív kontrollminta esetében nyert eredményeket hozzá kell adni a meglévő validációs csomaghoz.

Évente legalább egyszer újra meg kell állapítani a küszöbértéket, és újra kell értékelni a módszer érvényességét (az előző évben szerzett, rendelkezésre álló minőségbiztosítási/minőség-ellenőrzési adatok újraértékelése). A folyamatos módszerellenőrzés számos célt szolgál, többek között az alábbiakat:

– a vizsgált mintakötegek minőség-ellenőrzése,

– információszerzés a módszer megalapozottságáról a módszer esetében alkalmazandó laboratóriumi körülmények között,

– a módszer különböző áruk esetében történő alkalmazhatóságának igazolása,

– a küszöbértékek fokozatos időbeli eltolódásokhoz való igazíthatósága.

4.2.2.7. Validálási jelentés

A validálási jelentésnek az alábbiakat kell tartalmaznia:

– az STC megadása,

– a meghatározott küszöbértékek megadása;

Megjegyzés: A küszöbértékeket ugyanannyi értékes jeggyel kell megadni, mint az STC-t. A küszöbérték kiszámítására használt számszerű értékek esetében az értékes jegynek legalább eggyel többnek kell lennie, mint az STC esetében.

– a kalkulált álkétes arány megadása,

– az álkétes arány előállítási módjának a megadása.

Megjegyzés: A kalkulált álkétes arányra vonatkozó kimutatás jelzi, hogy a módszer megfelel-e a célnak, mivel megadja az ellenőrizendő vakminták (vagy alacsony szennyezettségi szintű minták) számát.

2. táblázat

Árucsoportok a megerősítő és szűrőmódszerek validálásához

Árucsoportok	Árukategóriák	A kategóriába tartozó, tipikusan jellemző áruk
Magas víztartalom	Italok Gyümölcs- és zöldségfélék Gabona- vagy gyümölcsalapú pürék Friss fűszernövények	Gyógynövényforrázatok (folyékony), borágólevél, burgonya, csecsemőknek és kisgyermekeknek szánt pürék
Magas olajtartalom	Fán termő héjas gyümölcsűek Olajos magvak és ezekből készült termékek Olajos gyümölcsök és ezekből készült termékek	Édes mandula, kajszibarackmag, olajrepce, gyapotmag, lenmag, csillagfürtmag, mákmag, kendermag stb. Olajok és paszták/krémek
Magas keményítő- és/vagy fehérjetartalom és alacsony víz- és zsírtartalom	Gabonaőrlemények és ezekből készült termékek Diétás készítmények	Kukorica, hajdina, köles, cirok, kasszavaliszt, burgonyatermékek Kenyér, sütőipari termékek, kekszek (krékerek), reggeli gabonapelyhek, tésztafélék Csecsemőknek és kisgyermeknek szánt ételek elkészítésére szolgáló szárított porok
Magas savtartalom és magas víztartalom (*)	Citrusfélék	
„Problémás vagy egyedi áruk" (**)		Pollen és pollentermékek, étrend-kiegészítők, gyógynövényforrázatok (szárított termék), tea (szárított termék) Fűszerek, édesgyökér
Magas cukortartalom és alacsony víztartalom	Szárított gyümölcsök	Füge, mazsola, ribiszke, malagasző, méz
Tej és tejtermékek	Tej Sajt Tejtermékek (pl. tejpor)	Tehén-, kecske- és bivalytej Tehén- és kecskesajt Joghurt, tejszín

(*) Amennyiben a pH-érték stabilizálására puffert használnak az extrakciós lépésben, akkor ez az árucsoport összevonható egy „Magas víztartalom" árucsoportba.

(**) A „Problémás vagy egyedi áruk" teljeskörű validálását csak akkor szükséges elvégezni, ha azokat gyakran elemzik. Ha azokat csak alkalomszerűen elemzik, akkor a validálást az adalékolt vakpróbaextraktumok megfelelő szintjének ellenőrzésére lehet korlátozni.

3. táblázat

Egyoldalú t-érték 5 %-os álnegatív-arányhoz

Szabadságfok	A párhuzamos próbák száma	t-érték (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. *A kvalitatív szűrőmódszerekre (azok a módszerek, amelyek nem adnak számszerű értéket) vonatkozó követelmények*

A bináris vizsgálati módszerek validálására vonatkozó iránymutatások kidolgozását jelenleg különféle szabványosító testületek (pl. AOAC, ISO) végzik. Az AOAC útmutatót készített ki a bináris vizsgálati módszerek validálásáról. Ez az útmutató a technika jelenlegi állásának megfelelő dokumentumnak tekinthető a bináris vizsgálati módszerek területén. Ezért azokat a módszereket, amelyek bináris eredményeket adnak (pl. a tesztcsíkok vizuális vizsgálata) az AOAC kvalitatív bináris kémiai módszerek validálására vonatkozó nemzetközi iránymutatása ([2]) szerint kell validálni.

Ugyanakkor más elismert validálási iránymutatások, így például az ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 sz. műszaki előírásában (Iránymutatások a tejben és tejtermékekben található állatgyógyászati készítmények maradványainak kimutatására szolgáló kvalitatív szűrőmódszerek validálásához) foglalt megközelítés is alkalmazható.

4.3. **A mérési bizonytalanság becslése, a visszanyerés kiszámítása és az eredmények jelentése** ([3])

4.3.1. *Megerősítő módszerek*

([2]) Elérhető a következő internetcímen: https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf.

([3]) A mérési bizonytalanság becslésére és a visszanyerés meghatározására vonatkozó eljárásokkal kapcsolatban a „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” (Jelentés az analitikai eredmények, mérési bizonytalanság, visszanyerési tényezők és az uniós élelmiszer- és takarmányjogi rendelkezések közötti kapcsolatról) című jelentésben található további információ https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Az analitikai eredményt az alábbiak szerint kell megadni:

a) Visszanyerés érdekében korrigálva – amennyiben helyénvaló és releváns –, és ha korrigálták, azt fel kell tüntetni. A visszanyerési arányt meg kell adni, kivéve, ha a torzítás miatti lényegi korrekció az eljárás részét képezi. Nincs szükség visszanyerés miatti korrekcióra, ha a visszanyerési arány 90–110 % között van.

b) x +/– U formában, ahol x az analitikai eredmény, U a kiterjesztett analitikai mérési bizonytalanság, a kiterjesztési tényező 2, amely körülbelül 95 %-os megbízhatósági szintet eredményez.

50 %-os alapértelmezett kiterjesztett mérési bizonytalanság jelentésére kizárólag akkor van lehetőség, ha a laboratórium megfelel a 4.2. pontban meghatározott valamennyi pontossági követelménynek. Ezt egy egyedi laboratórium bizonyíthatja a megismételhetőségi (RSD_r) és a laboratóriumon belüli reprodukálhatósági (RSD_{wR}) kritériumok elérésével, kiegészítve a jártassági vizsgálati programokban való sikeres részvétellel (kivéve, ha nem áll rendelkezésre megfelelő jártassági vizsgálati program), mivel az átlagos z-érték – amelynél $|z| \leq 2$ – azt mutatja, hogy a megkívánt reprodukálhatósági RSD_R teljesül (25 %-os célszórással).

Abban az esetben, ha a toxinok összegére vonatkozóan meghatározták a felső határértéket, az egyes toxinok analitikai eredményeit jelenteni kell.

Adott esetben a koncentrációk összegzése előtt minden egyes toxinra vonatkozóan visszanyerési korrekciót kell végezni.

A felső határértékek összegének való megfelelőség ellenőrzéséhez lefelé kerekítést kell alkalmazni, ami azt jelenti, hogy az összeg kiszámításához az egyes toxinokra vonatkozó, a meghatározási határ alatti eredményeket nullával kell helyettesíteni.

A tétel elfogadására vagy elutasítására vonatkozóan az analitikai eredmények itt ismertetett értelmezési szabályai a hatósági ellenőrzéshez vett mintákkal kapott analitikai eredményre vonatkoznak. A védekezési vagy döntési célokra végzett elemzések esetén a nemzeti szabályok alkalmazandók. Különösen, ha:

a hatósági ellenőrzéshez vett minta analitikai eredménye minden kétséget kizáróan meg nem felelést jelez, figyelembe véve a kiterjesztett mérési bizonytalanságot; és

a védekezési célokra vett minta analitikai eredménye meg nem felelést jelez, de nem minden észszerű kétséget kizáróan, és a hatósági ellenőrzésnél nagyobb kiterjesztett mérési bizonytalansággal;

a védekezési célokra vett minta analitikai eredménye nem helyettesítheti a hatósági ellenőrzési minta tekintetében megállapított meg nem felelést.

4.3.2. *Szűrőmódszerek*

A szűrés eredményét „megfelelő” vagy „feltehetően nem megfelelő” megjelöléssel kell megadni.

A „feltehetően nem megfelelő” azt jelenti, hogy a minta túllépi a küszöbértéket és az STC-nél magasabb szinten tartalmazhat növényi toxint. Minden kétes eredmény esetén megerősítő elemzés szükséges a növényi toxin egyértelmű azonosítására és mennyiségi meghatározására.

A „megfelelő” azt jelenti, hogy a minta növényitoxin-tartalma 95 %-os megbízhatósággal alacsonyabb az STC-nél (vagyis 5 % esélye van a minták helytelenül negatív besorolásának). Az analitikai eredményt: „< STC-szint”-ként adják meg, az STC-szint meghatározása mellett.

4.4. **Laboratóriumi minőségi standardok**

A laboratóriumoknak meg kell felelniük az (EU) 2017/625 rendelet 37. cikke (4) és (5) bekezdésében meghatározott követelményeknek.