Publicatieblad
van de Europese Unie

NL
L-serie

2023/2783

15.12.2023

UITVOERINGSVERORDENING (EU) 2023/2783 VAN DE COMMISSIE

van 14 december 2023

tot vaststelling van bemonsteringsprocedures en analysemethoden voor de controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EU) 2015/705

(Voor de EER relevante tekst)

DE EUROPESE COMMISSIE,

Gezien het Verdrag betreffende de werking van de Europese Unie,

Gezien Verordening (EU) 2017/625 van het Europees Parlement en de Raad van 15 maart 2017 betreffende officiële controles en andere officiële activiteiten die worden uitgevoerd om de toepassing van de levensmiddelen- en diervoederwetgeving en van de voorschriften inzake diergezondheid, dierenwelzijn, plantgezondheid en gewasbeschermingsmiddelen te waarborgen, tot wijziging van de Verordeningen (EG) nr. 999/2001, (EG) nr. 396/2005, (EG) nr. 1069/2009, (EG) nr. 1107/2009, (EU) nr. 1151/2012, (EU) nr. 652/2014, (EU) 2016/429 en (EU) 2016/2031 van het Europees Parlement en de Raad, de Verordeningen (EG) nr. 1/2005 en (EG) nr. 1099/2009 van de Raad en de Richtlijnen 98/58/EG, 1999/74/EG, 2007/43/EG, 2008/119/EG en 2008/120/EG van de Raad, en tot intrekking van de Verordeningen (EG) nr. 854/2004 en (EG) nr. 882/2004 van het Europees Parlement en de Raad, de Richtlijnen 89/608/EEG, 89/662/EEG, 90/425/EEG, 91/496/EEG, 96/23/EG, 96/93/EG en 97/78/EG van de Raad en Besluit 92/438/EEG van de Raad (verordening officiële controles) ([1]), en met name artikel 34, lid 6,

Overwegende hetgeen volgt:

(1) Bij Verordening (EU) 2023/915 van de Commissie ([2]) zijn maximumgehalten aan bepaalde plantentoxinen in levensmiddelen vastgesteld.

(2) Bemonstering is van cruciaal belang voor de nauwkeurigheid van de bepaling van het gehalte aan plantentoxinen in een bepaalde partij, aangezien plantentoxinen binnen een partij heterogeen kunnen zijn verdeeld. Daarom is het passend bemonsteringsmethoden vast te stellen voor de officiële controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen.

(3) Bij Uitvoeringsverordening (EU) 2023/2782 van de Commissie ([3]) zijn bemonsteringsmethoden vastgesteld die voor de officiële controle op het mycotoxinegehalte in levensmiddelen moeten worden gebruikt. Aangezien zowel plantentoxinen als mycotoxinen binnen partijen heterogeen zijn verdeeld, is het passend die bemonsteringsmethoden ook voor plantentoxinen toe te passen.

(4) Officiële controles kunnen worden uitgevoerd op levensmiddelen waarvoor geen specifiek maximumgehalte voor plantentoxinen en geen specifieke bemonsteringsprocedure is vastgesteld. Het is daarom passend criteria vast te stellen om te bepalen welke bemonsteringsprocedure in dergelijke gevallen moet worden toegepast.

(5) Ook is het nodig algemene prestatiecriteria voor de analysemethoden vast te stellen om ervoor te zorgen dat de controlelaboratoria analysemethoden van een vergelijkbaar niveau gebruiken. Aangezien het referentielaboratorium van de Europese Unie voor mycotoxinen en plantentoxinen de prestatiecriteria voor de analyse van plantentoxinen in levensmiddelen heeft opgesteld op basis van de beste beschikbare wetenschappelijke informatie, is het passend die criteria in deze verordening vast te stellen.

([1]) PB L 95 van 7.4.2017, blz. 1.

([2]) Verordening (EU) 2023/915 van de Commissie van 25 april 2023 betreffende maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EG) nr. 1881/2006 (PB L 119 van 5.5.2023, blz. 103).

([3]) Uitvoeringsverordening (EU) 2023/2782 van de Commissie van 14 december 2023 tot vaststelling van bemonsteringsprocedures en analysemethoden voor de controle op het mycotoxinegehalte in levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EG) nr. 401/2006 (PB L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Bij Verordening (EU) 2015/705 van de Commissie ([4]) zijn bemonsteringswijzen en prestatiecriteria vastgesteld voor de analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan erucazuur in levensmiddelen. Aangezien de in deze verordening vastgestelde bemonsteringsmethoden en prestatiecriteria voor de analyse ook geschikt zijn voor de controle op het plantentoxine erucazuur in levensmiddelen, is het met het oog op vereenvoudiging passend Verordening (EU) 2015/705 in te trekken.

(7) De controlelaboratoria moeten voldoende tijd krijgen om te voldoen aan de nieuwe voorschriften van deze verordening. Daarom is het passend te voorzien in een redelijke termijn totdat deze verordening van toepassing is.

(8) Om te zorgen voor continuïteit in de uitvoering van officiële controles en andere regelgevende activiteiten met betrekking tot maximale gehalten aan plantentoxinen en voor voldoende tijd om de analysemethoden opnieuw te valideren, is het passend te bepalen dat analysemethoden die vóór de datum van toepassing van deze verordening zijn gevalideerd, gedurende een bepaalde periode in gebruik kunnen blijven.

(9) De in deze verordening vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor planten, dieren, levensmiddelen en diervoeders,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Voor de toepassing van deze verordening gelden de definities van artikel 1 van Uitvoeringsverordening (EU) 2023/2782.

Artikel 2

1. De bemonstering voor de controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen wordt verricht volgens de bemonsteringswijzen in bijlage I.

2. In het geval van een levensmiddel dat niet kan worden ingedeeld in een levensmiddelencategorie waarvoor in bijlage I een bemonsteringsprocedure is vastgesteld, wordt de bemonsteringsprocedure bepaald op basis van de deeltjesgrootte van dat levensmiddel of de gelijkenis van dat levensmiddel met een product dat kan worden ingedeeld in een van de levensmiddelencategorieën in bijlage I.

3. In het geval van een levensmiddel dat niet kan worden ingedeeld in een van de in bijlage I genoemde levensmiddelencategorieën en op voorwaarde dat er aanwijzingen zijn dat het plantentoxine gelijkmatig in dat levensmiddel is verdeeld, wordt het levensmiddel bemonsterd volgens de bemonsteringsmethode die is vastgelegd in deel B van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 333/2007 van de Commissie ([5]).

Artikel 3

De voorbereiding van de monsters en de analysemethoden voor controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen voldoen aan de criteria in bijlage II.

Artikel 4

Verordening (EU) 2015/705 wordt ingetrokken. Verwijzingen naar de ingetrokken verordening gelden als verwijzingen naar deze uitvoeringsverordening.

([4]) Verordening (EU) 2015/705 van de Commissie van 30 april 2015 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en prestatiecriteria voor de analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan erucazuur in levensmiddelen en tot intrekking van Richtlijn 80/891/EEG van de Commissie (PB L 113 van 1.5.2015, blz. 29).

([5]) Verordening (EG) nr. 333/2007 van de Commissie van 28 maart 2007 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de controle op de gehalten aan sporenelementen en procescontaminanten in levensmiddelen (PB L 88 van 29.3.2007, blz. 29).

Artikel 5

Deze verordening treedt in werking op de twintigste dag na die van de bekendmaking ervan in het *Publicatieblad van de Europese Unie*.

Zij is van toepassing met ingang van 1 april 2024. Analysemethoden die vóór de inwerkingtreding van deze verordening zijn gevalideerd, mogen echter tot en met 1 juli 2028 in gebruik blijven, ook al voldoen zij niet aan alle specifieke voorschriften van punt 4.2 van bijlage II bij deze verordening.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke lidstaat.

Gedaan te Brussel, 14 december 2023.

Voor de Commissie
De voorzitter
Ursula VON DER LEYEN

BIJLAGE I

Bemonsteringsmethoden voor de controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen

DEEL I

ALGEMENE BEPALINGEN

A.1. **Algemene bepalingen**

A.1.1. *Personeel*

De monsters worden genomen door een door de bevoegde autoriteit van de lidstaat aangewezen persoon.

A.1.2. *Te bemonsteren materiaal*

Elke partij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd. Overeenkomstig de specifieke bemonsteringsvoorschriften voor de verschillende plantentoxinen worden grote partijen verdeeld in subpartijen, die afzonderlijk worden bemonsterd.

A.1.3. *Voorzorgsmaatregelen*

Bij de bemonstering en de bereiding van de monsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen die:

— van invloed kunnen zijn op het gehalte aan plantentoxinen, of de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster negatief kunnen beïnvloeden;

— gevolgen kunnen hebben voor de voedselveiligheid van de te bemonsteren partijen.

Voorts worden alle nodige voorzorgsmaatregelen getroffen om de veiligheid van het personeel dat de monsters neemt, te garanderen.

A.1.4. *Basismonsters*

De basismonsters worden zo veel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt A.1.8 bedoelde verslag vermeld.

A.1.5. *Bereiding van het verzamelmonster*

Het verzamelmonster wordt verkregen door de basismonsters door elkaar te mengen.

A.1.6. *Identieke monsters*

Van het gehomogeniseerde verzamelmonster worden identieke monsters voor controle-, verhaal- en referentiedoeleinden genomen, mits deze procedure in overeenstemming is met de regelgeving van de lidstaat inzake de rechten van de exploitant van het levensmiddelenbedrijf.

A.1.7. *Verpakking en verzending van de monsters*

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die voldoende bescherming biedt tegen verontreiniging en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

A.1.8. *Verzegeling en etikettering van de monsters*

Elk officieel monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd volgens de in de lidstaat geldende voorschriften.

Van elke bemonstering wordt een bemonsteringsverslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

A.2. **Verschillende types partijen**

Levensmiddelen kunnen in de handel worden gebracht in bulk, in containers of in afzonderlijke verpakkingen, zoals balen, zakken, detailverpakkingen/afzonderlijke verpakkingen. De bemonsteringsmethode kan worden toegepast op goederen die in bulk, in containers of in afzonderlijke verpakkingen in de handel worden gebracht, zoals balen, zakken, detailverpakkingen/afzonderlijke verpakkingen of andere vormen.

Onverminderd de specifieke bemonsteringsvoorschriften in andere punten van deze bijlage wordt voor de berekening van de bemonsteringsfrequentie van partijen die in afzonderlijke verpakkingen zoals balen, zakken, detailverpakkingen/afzonderlijke verpakkingen in de handel worden gebracht, de onderstaande formule gehanteerd:

$$\text{Bemonsteringsfrequentie (BF) } n = \frac{\text{Gewicht van de partij} \times \text{gewicht van het basismonster}}{\text{Gewicht van het verzamelmonster} \times \text{gewicht van een afzonderlijke verpakking}}$$

— gewicht: in kg

— bemonsteringsfrequentie (BF): elke n-de afzonderlijke verpakking waaruit een basismonster moet worden genomen (cijfers achter de komma moeten worden afgerond tot op het dichtstbijzijnde gehele getal).

A.3. **Bemonstering van producten met een hoge volume/gewicht-verhouding**

Met uitzondering van de levensmiddelen die onder deel II, punten L en M, van bijlage I bij Uitvoeringsverordening (EU) 2023/2782 vallen, kunnen bij bemonstering van levensmiddelen die een groot volume in verhouding tot hun gewicht hebben (d.w.z. volume (dm^3)/gewicht (kg) > 5), de gewichtsvereisten worden vervangen door een equivalent volumevereiste (d.w.z. 1 kg vervangen door 1 dm^3).

DEEL II

BEMONSTERINGSMETHODEN

De in deel II van bijlage I bij Uitvoeringsverordening (EU) 2023/2782 vastgestelde bemonsteringsmethoden zijn van toepassing.

Voor de bemonstering van aardappelen en aardappelproducten (glycoalkaloïden) en honing (pyrrolizidinealkaloïden) is evenwel deel B van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 333/2007 van toepassing.

BIJLAGE II

Criteria voor de bereiding van de monsters en de analysemethoden voor de controle op het gehalte aan plantentoxinen in levensmiddelen

1. INLEIDING Voorzorgsmaatregelen

Aangezien plantentoxinen over het algemeen ongelijkmatig over de partij verdeeld zijn, moeten de monsters met zeer veel zorg worden bereid en vooral zeer goed worden gehomogeniseerd.

Als het laboratorium de homogenisering verricht, wordt het hele monster dat het laboratorium ontvangt, gehomogeniseerd.

2. BEHANDELING VAN HET MONSTER DAT HET LABORATORIUM ONTVANGT

Elk laboratoriummonster wordt grondig gemengd, en indien nodig ook fijngemalen, met behulp van een procedé dat aantoonbaar zorgt voor volledige homogenisering.

Indien het maximumgehalte voor de droge stof geldt, wordt het gehalte aan droge stof van het product bepaald op een deel van het gehomogeniseerde monster, volgens een methode waarvan is aangetoond dat ze het gehalte aan droge stof accuraat vaststelt.

3. IDENTIEKE MONSTERS

Van het gehomogeniseerde materiaal worden duplomonsters voor controle-, verhaal- en arbitragedoeleinden genomen, mits deze procedure in overeenstemming is met de regelgeving van de lidstaat inzake de rechten van de exploitant van het levensmiddelenbedrijf.

4. DOOR DE LABORATORIA TOE TE PASSEN ANALYSEMETHODEN EN CONTROLEVOORSCHRIFTEN

4.1. **Algemene voorschriften**

De bevestigingsmethoden voor de controle op levensmiddelen moeten voldoen aan de bepalingen van de punten 1 en 2 van bijlage III bij Verordening (EU) 2017/625.

Waar mogelijk moet de juistheid van de methode worden geverifieerd door een analyse van gecertificeerd referentiemateriaal en/of regelmatige succesvolle deelname aan vaardigheidstests.

4.2. **Specifieke voorschriften**

4.2.1. *Specifieke voorschriften voor bevestigingsmethoden*

4.2.1.1. Prestatiecriteria

De volgende prestatiecriteria zijn van toepassing op bevestigingsmethoden:

Terugvindingspercentage: het gemiddelde terugvindingspercentage moet tussen de 70 % en de 120 % liggen.

Het gemiddelde terugvindingspercentage is de gemiddelde waarde van identieke monsters die tijdens validatie zijn verkregen bij het bepalen van de precisieparameters RSD_r en $RSDw_R$. Het criterium geldt voor alle concentraties en alle afzonderlijke toxinen.

In uitzonderlijke gevallen zijn gemiddelde terugvindingspercentages die het bereik overschrijden acceptabel, maar zij moeten tussen 50 % en 130 % liggen en zijn alleen acceptabel wanneer aan de precisieparameters voor RSD_r en $RSDw_R$ wordt voldaan.

Precisie

RSD_r moet ≤ 20 % zijn.

$RSDw_R$ moet ≤ 20 % zijn.

RSD_R moet ≤ 25 % zijn.

Deze criteria zijn van toepassing op alle concentraties.

Als een laboratorium kan bewijzen dat aan het $RSDw_R$-criterium is voldaan, is het niet nodig om bewijsstukken voor het RSD_r-criterium te overleggen, omdat als aan het $RSDw_R$-criterium is voldaan, ook aan het RSD_r-criterium is voldaan.

Als het maximumgehalte van toepassing is op een som van toxinen, is het precisiecriterium van toepassing op zowel de som van als op de afzonderlijke toxinen.

Bepaalbaarheidsgrens

Als in de volgende tabel 1 een specifieke waarde is gesteld voor de bepaalbaarheidsgrens van een plantentoxine, heeft de methode een bepaalbaarheidsgrens die gelijk is aan of lager is dan die waarde.

Tabel 1

Vereisten inzake de bepaalbaarheidsgrens voor bepaalde plantentoxinen

Plantentoxine	Opmerkingen	Levensmiddelen	Vereiste inzake de bepaalbaarheidsgrens (µg/kg) of (µg/l)
Pyrrolizidinealkaloïden	Vereiste inzake de bepaalbaarheidsgrens voor afzonderlijke pyrrolizidinealkaloïden	Gedroogd product	≤ 10
		Vloeibaar product	≤ 0,15
Tropaanalkaloïden	Vereiste inzake de bepaalbaarheidsgrens voor atropine en scopolamine afzonderlijk	Bewerkte voedingsmiddelen op basis van granen voor zuigelingen en peuters	≤ 1
		Granen en graanproducten	≤ 2
		Kruidenthee (gedroogd product)	≤ 5
		Kruidenthee (vloeibaar)	≤ 0,05
Opiumalkaloïden	Vereiste inzake de bepaalbaarheidsgrens voor morfine en codeïne afzonderlijk	Bakkerijproducten	≤ 500

In alle andere gevallen is het volgende van toepassing:

bepaalbaarheidsgrens: moet ≤ 0,5 × maximumgehalte zijn, en het liefst lager (≤ 0,2 × maximumgehalte).

Als het maximumgehalte van toepassing is op een som van toxinen, is de bepaalbaarheidsgrens van de afzonderlijke toxinen ≤ 0,5 × maximumgehalte/n, waarbij n staat voor het aantal toxinen dat onder de definitie van het maximumgehalte valt.

Identificatie

Voor identificatie moeten de criteria zoals vastgelegd in het Guidance document on identification of mycotoxins and plant toxins in food and feed ([1]) (richtsnoeren voor de identificatie van mycotoxinen en plantentoxinen in voedingsmiddelen en diervoeders), worden toegepast.

4.2.1.2. Uitbreiding van het toepassingsgebied van de methode

4.2.1.2.1. Uitbreiding van het toepassingsgebied tot andere plantentoxinen:

Wanneer aanvullende analyten aan het toepassingsgebied van een bestaande bevestigingsmethode worden toegevoegd, is een volledige validering nodig om de geschiktheid van de methode aan te tonen.

4.2.1.2.2. Uitbreiding tot andere producten:

Als bekend is of verwacht wordt dat de bevestigingsmethode toepasbaar is op andere producten, wordt de geldigheid voor deze andere producten geverifieerd. Zolang het nieuwe product tot een productgroep (zie tabel 2 in deze bijlage) behoort waarvoor reeds een initiële validering is uitgevoerd, kan worden volstaan met een beperkte aanvullende validering.

4.2.2. *Specifieke voorschriften voor semikwantitatieve screeningsmethoden*

4.2.2.1. Toepassingsgebied

Dit punt omvat bioanalytische methoden op basis van immuunherkenning of receptorbinding (zoals Elisa, dipsticks, laterale-flowapparatuur, immuunsensoren) en fysisch-chemische methoden op basis van chromatografie of rechtstreekse detectie met behulp van massaspectrometrie (bv. "ambient mass spectrometry": massaspectrometrie onder omgevingsomstandigheden). Andere methoden (bv. dunnelaagchromatografie) worden niet uitgesloten, mits de gegenereerde signalen rechtstreeks betrekking hebben op de desbetreffende plantentoxinen en toepassing van het hieronder omschreven beginsel mogelijk maken.

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

De specifieke voorschriften gelden voor methoden waarbij de meting een numerieke waarde oplevert, bijvoorbeeld een (relatieve) respons van een dipstickaflezer, een door vloeistofchromatografiemassaspectrometrie (LC-MS) gegenereerd signaal enz., en waarbij de normale statistiek van toepassing is.

De voorschriften gelden niet voor methoden die geen numerieke waarden opleveren (maar bv. alleen de aan- of afwezigheid van een lijn); deze vereisen andere valideringsbenaderingen. Specifieke voorschriften voor deze methoden worden gegeven in punt 4.2.3.

In dit document worden procedures beschreven voor de validering van screeningsmethoden door middel van een interlaboratoriumvalidering, de verificatie van de prestaties van een door middel van een interlaboratoriumonderzoek gevalideerde methode en de intralaboratoriumvalidering van een screeningsmethode.

4.2.2.2. Valideringsprocedure

De validering heeft tot doel de geschiktheid van de screeningsmethode aan te tonen. Dit wordt gedaan door de afkapwaarde vast te stellen en het percentage fout-negatieve en fout-verdachte uitslagen te bepalen. Deze twee parameters omvatten prestatiekenmerken zoals detectievermogen, selectiviteit en precisie.

Screeningsmethoden kunnen door middel van inter- of intralaboratoriumvalidering worden gevalideerd. Indien voor een bepaalde combinatie van plantentoxine, matrix en doelconcentratie voor screening al gegevens uit een interlaboratoriumvalidering beschikbaar zijn, kan worden volstaan met verificatie van de prestaties van de methode in een laboratorium dat de methode toepast.

4.2.2.2.1. Initiële validering door middel van intralaboratoriumvalidering

Plantentoxinen

De validering wordt uitgevoerd voor elk afzonderlijk plantentoxine dat tot het toepassingsgebied van de methode hoort. In het geval van bioanalytische methoden die een gecombineerde respons opleveren voor een bepaalde groep plantentoxinen (bv. pyrrolizidinealkaloïden), moet de toepasbaarheid worden aangetoond en moeten de beperkingen van de test worden vermeld bij het toepassingsgebied van de methode. Ongewenste kruisreactiviteit wordt niet geacht het percentage fout-negatieve uitslagen voor de doelplantentoxinen te verhogen, maar kan wel het percentage fout-verdachte uitslagen verhogen. Deze ongewenste verhoging wordt tegengegaan door middel van een bevestigingsanalyse waarmee de plantentoxinen ondubbelzinnig worden geïdentificeerd en gekwantificeerd.

Matrices

Een initiële validering wordt uitgevoerd voor elk product of, wanneer bekend is dat de methode op meerdere producten toepasbaar is, voor elke productgroep. In het laatste geval wordt één representatief en relevant product uit die groep geselecteerd (zie tabel 2).

Aantal monsters

Voor validering zijn ten minste twintig homogene negatieve controlemonsters en twintig homogene positieve controlemonsters nodig die het plantentoxine bevatten bij de doelconcentratie voor screening; de analyse moet onder intralaboratoriumreproduceerbaarheidsomstandigheden ($RSDw_R$-omstandigheden) en verspreid over vijf dagen plaatsvinden. Aanvullende reeksen van twintig monsters met andere gehalten aan het plantentoxine kunnen aan de valideringsreeks worden toegevoegd, om inzicht te verkrijgen in de mate waarin de methode verschillende concentraties van het plantentoxine kan onderscheiden.

Concentratie

Voor elke doelconcentratie voor screening die routinematig zal worden toegepast, moet een validering worden uitgevoerd.

4.2.2.2.2. Initiële validering door middel van ringonderzoek

Validering door middel van ringonderzoek moet gebeuren volgens een internationaal erkend protocol voor ringonderzoek (bv. ISO 5725:1994 of het International Harmonised Protocol van de IUPAC, of een ander internationaal erkend protocol voor ringonderzoek) dat het opnemen van geldige gegevens van ten minste acht verschillende laboratoria voorschrijft. Het enige andere verschil met intralaboratoriumvalidering is dat de ≥ 20 monsters per product/gehalte gelijkelijk over de deelnemende laboratoria kunnen worden verdeeld met minimaal twee monsters per laboratorium.

4.2.2.3. Bepaling van de afkapwaarde en het percentage fout-verdachte uitslagen van blancomonsters

Voor de berekening van de voorgeschreven parameters wordt de (relatieve) respons voor de negatieve en voor de positieve controlemonsters als basis genomen.

Screeningsmethoden met een respons die evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen

Voor screeningsmethoden met een respons die evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen geldt het volgende:

$$Afkapwaarde = R_{STC} - t\text{-}waarde_{0,05} \times SD_{STC}$$

R_{STC} = gemiddelde respons van de positieve controlemonsters (bij de doelconcentratie voor screening)

t-waarde: eenzijdige t-waarde voor een percentage fout-negatieve resultaten van 5 % (zie tabel 3)

SD_{STC} = standaardafwijking

Screeningsmethoden met een respons die omgekeerd evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen

Evenzo wordt de afkapwaarde voor screeningsmethoden met een respons die omgekeerd evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen als volgt berekend:

$$Afkapwaarde = R_{STC} + t\text{-}waarde_{0,05} \times SD_{STC}$$

Door deze specifieke t-waarde te gebruiken om de afkapwaarde te bepalen, wordt het percentage fout-negatieve resultaten standaard op 5 % vastgesteld.

Beoordeling van de geschiktheid

De uitslagen voor de negatieve controlemonsters worden gebruikt om het overeenkomstige percentage fout-verdachte uitslagen te schatten. De t-waarde wordt berekend voor het geval waarin de uitslag voor een negatief controlemonster boven de afkapwaarde ligt, waardoor het monster ten onrechte als verdacht wordt aangemerkt.

t-waarde = $(\text{afkapwaarde} - \text{gemiddelde}_{\text{blanco}})/SD_{\text{blanco}}$

voor screeningsmethoden met een respons die evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen

of

t-waarde = $(gemiddelde_{blanco} - \text{afkapwaarde})/SD_{\text{blanco}}$

voor screeningsmethoden met een respons die omgekeerd evenredig is aan de concentratie van plantentoxinen

Aan de hand van de verkregen t-waarde, die is gebaseerd op de uit het aantal experimenten berekende vrijheidsgraden, kan de waarschijnlijkheid van fout-verdachte monsters voor een eenzijdige verdeling ofwel worden berekend (bv. met de spreadsheetfunctie "TDIST"), ofwel uit een tabel voor de t-verdeling worden afgelezen (zie tabel 3).

De overeenkomstige waarde van de eenzijdige t-verdeling geeft het percentage fout-verdachte resultaten weer.

Dit concept wordt aan de hand van een voorbeeld in detail beschreven in Analytical and Bioanalytical Chemistry, DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Uitbreiding van het toepassingsgebied van de methode

4.2.2.4.1. Uitbreiding van het toepassingsgebied tot andere plantentoxinen:

Wanneer nieuwe plantentoxinen aan het toepassingsgebied van een bestaande screeningsmethode worden toegevoegd, is een volledige validering nodig om de geschiktheid van de methode aan te tonen.

4.2.2.4.2. Uitbreiding tot andere producten:

Als bekend is of verwacht wordt dat de screeningsmethode toepasbaar is op andere producten, wordt de geldigheid voor deze andere producten geverifieerd. Zolang het nieuwe product tot een productgroep (zie tabel 2 in deze bijlage) behoort waarvoor reeds een initiële validering is uitgevoerd, kan worden volstaan met een beperkte aanvullende validering. Daarvoor worden ten minste tien homogene negatieve en tien homogene positieve (bij de doelconcentratie voor screening) controlemonsters onder intralaboratoriumreproduceerbaarheidsomstandigheden geanalyseerd. Alle positieve controlemonsters moeten boven de afkapwaarde uitkomen. Indien niet aan dit criterium wordt voldaan, is een volledige validering vereist.

4.2.2.5. Verificatie van reeds door middel van ringonderzoek gevalideerde methoden

Voor screeningsmethoden die reeds met succes door middel van ringonderzoek zijn gevalideerd, worden de prestaties van de methode geverifieerd. Daarvoor worden ten minste zes negatieve en zes positieve (bij de doelconcentratie voor screening) controlemonsters geanalyseerd. Alle positieve controlemonsters moeten boven de afkapwaarde uitkomen. Als niet aan dit criterium wordt voldaan, moet het laboratorium een analyse van de onderliggende oorzaken uitvoeren om na te gaan waarom het niet aan de in het ringonderzoek verkregen specificatie kan voldoen. Pas nadat corrigerende maatregelen zijn genomen, worden de prestaties van de methode opnieuw in het betrokken laboratorium geverifieerd. Als het laboratorium niet in staat is de resultaten van het ringonderzoek te verifiëren, dan moet het zelf een afkapwaarde bepalen door middel van een volledige intralaboratoriumvalidering.

4.2.2.6. Continue/doorlopende validering van de methode

Na de initiële validering worden aanvullende valideringsgegevens verkregen door ten minste twee positieve controlemonsters op te nemen in elke gescreende batch monsters. Eén positief controlemonster moet een bekend monster (bv. een monster dat tijdens de initiële validering is gebruikt) zijn, het andere een ander product uit dezelfde productgroep (indien slechts één product wordt geanalyseerd, wordt in plaats daarvan een ander monster van dat product gebruikt). Het opnemen van een negatief controlemonster is facultatief. De voor de twee positieve controlemonsters verkregen resultaten worden toegevoegd aan de bestaande valideringsreeks.

Ten minste één keer per jaar wordt de afkapwaarde opnieuw bepaald en de geldigheid van de methode opnieuw beoordeeld (herevaluatie van de beschikbare gegevens van kwaliteitsborging/kwaliteitscontrole die in het voorgaande jaar zijn verzameld). Deze continue verificatie van de methode dient verschillende doeleinden, waaronder:

— kwaliteitscontrole voor de gescreende batch monsters;

— verkrijgen van informatie over de robuustheid van de methode onder de omstandigheden in het laboratorium dat de methode toepast;

— onderbouwen van de toepasbaarheid van de methode op andere producten;

— mogelijk maken dat de afkapwaarden worden aangepast als zich in de loop van de tijd geleidelijke verschuivingen voordoen.

4.2.2.7. Valideringsverslag

Het valideringsverslag omvat:

— een verklaring over de doelconcentratie voor screening;

— een verklaring over de bepaalde afkapwaarde.

Opmerking: De afkapwaarde heeft hetzelfde aantal significante cijfers als de doelconcentratie voor screening. Numerieke waarden die gebruikt worden om de afkapwaarde te berekenen, moeten ten minste één significant cijfer meer hebben dan de doelconcentratie voor screening;

— een verklaring over het berekende percentage fout-verdachte uitslagen;

— een verklaring over hoe het percentage fout-verdachte uitslagen is verkregen.

Opmerking: De verklaring over het berekende percentage fout-verdachte uitslagen geeft aan of de methode geschikt is, aangezien zij aangeeft hoeveel blancomonsters (of monsters met een gering gehalte aan de verontreiniging) aan verificatie zullen worden onderworpen.

Tabel 2

Productgroepen voor de validering van bevestigings- en screeningsmethoden

Productgroepen	Productcategorieën	Typische representatieve producten die in de categorie zijn opgenomen
Hoog watergehalte	Dranken Groenten en fruit Purees op basis van granen of fruit Verse keukenkruiden	Kruidenthee (vloeibaar), bernagiebladeren, aardappelen, purees voor zuigelingen en peuters
Hoog oliegehalte	Noten Oliehoudende zaden en producten daarvan Oliehoudende vruchten en producten daarvan	Amandelen, abrikozenpitten, koolzaad, katoenzaad, lijnzaad, lupinezaad, maanzaad, hennepzaad enz. Oliën en pasta's
Hoog zetmeel- en/of eiwitgehalte en laag water- en vetgehalte	Granen en producten daarvan Dieetproducten	Mais, boekweit, gierst, sorghum, cassavemeel, aardappelproducten, brood, bakkerijproducten, crackers, ontbijtgranen, pasta Gedroogde poeders voor de bereiding van levensmiddelen voor zuigelingen en peuters
Hoog zuurgehalte en hoog watergehalte (*)	Citrusproducten	
"Moeilijke of unieke producten" (**)		Pollen en pollenproducten, voedingssupplementen, kruidenthee (gedroogd product), thee (gedroogd product) Specerijen, zoethout
Hoog suikergehalte en laag watergehalte	Gedroogde vruchten	Vijgen, rozijnen, krenten, sultana's, honing
Melk en zuivelproducten	Melk Kaas Zuivelproducten (bv. melkpoeder)	Koeien-, geiten- en buffelmelk Koeien- en geitenkaas Yoghurt, room

(*) Als een buffer wordt gebruikt om de pH-veranderingen tijdens de extractiestap te stabiliseren, kan deze productgroep in één productgroep "Hoog watergehalte" worden opgenomen.

(**) "Moeilijke of unieke producten" hoeven alleen volledig te worden gevalideerd als zij vaak worden geanalyseerd. Als zij slechts af en toe worden geanalyseerd, kan voor de validering worden volstaan met het controleren van de rapportageniveaus met behulp van verrijkte blanco-extracten.

Tabel 3

Eenzijdige t-waarde voor een percentage fout-negatieve uitslagen van 5 %

Vrijheidsgraden	Aantal identieke monsters	t-waarde (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. *Voorschriften voor kwalitatieve screeningsmethoden (methoden die geen numerieke waarden opleveren)*

Verscheidene normalisatie-instellingen (bv. de AOAC en de ISO) houden zich momenteel bezig met het ontwikkelen van valideringsrichtsnoeren voor binaire testmethoden. De AOAC heeft een richtsnoer opgesteld betreffende de validering van binaire testmethoden. Dit document kan worden geacht de huidige stand van de techniek op het gebied van de validering van binaire testmethoden weer te geven. Methoden die binaire resultaten opleveren (bv. visuele inspectie van dipsticktests), moeten daarom worden gevalideerd volgens de International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods ([2]) (internationale richtsnoeren voor validering van kwalitatieve binaire chemische methoden van de AOAC).

Er kunnen echter ook andere erkende valideringsrichtlijnen worden gebruikt, zoals de aanpak die is vastgelegd in ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251, Guidelines for the validation of qualitative screening methods for the detection of residues of veterinary drugs in milk and milk products (richtsnoeren voor de validering van kwalitatieve screeningsmethoden voor de detectie van residuen van diergeneesmiddelen in melk en zuivelproducten).

4.3. **Schatting van de meetonzekerheid, berekening van het terugvindingspercentage en rapportage van de resultaten** ([3])

4.3.1. *Bevestigingsmethoden*

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

([3]) Voor nadere gegevens over de procedures voor de schatting van de meetonzekerheid en de berekening van het terugvindingspercentage, zie het verslag "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).

Het analyseresultaat wordt als volgt gerapporteerd:

a) gecorrigeerd voor terugvinding, indien van toepassing en relevant, en indien gecorrigeerd, moet dit worden vermeld. Het terugvindingspercentage moet worden vermeld, tenzij intrinsieke correctie voor vertekening deel uitmaakt van de procedure. De correctie voor terugvinding is niet nodig bij terugvindingspercentages tussen 90 en 110 %;

b) als x +/– U, waarbij x het analyseresultaat is en U de uitgebreide meetonzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen.

Als mogelijkheid kan standaard een uitgebreide meetonzekerheid van 50 % worden gemeld, mits het laboratorium voldoet aan alle nauwkeurigheidseisen van punt 4.2. Een individueel laboratorium kan dat aantonen door te voldoen aan de criteria voor de herhaalbaarheid (RSD_r) en de intralaboratoriumreproduceerbaarheid ($RSDw_R$), aangevuld met succesvolle deelname aan vaardigheidstestprogramma's (tenzij er geen geschikt programma voor vaardigheidstests beschikbaar is), aangezien een gemiddelde z-core van $|z| \leq 2$ aantoont dat aan het vereiste voor reproduceerbaarheid (RSD_R) is voldaan (gebaseerd op een streefstandaardafwijking van 25 %).

Als het maximumgehalte is vastgesteld voor de som van de toxinen, moeten de analyseresultaten van alle afzonderlijke toxinen worden gerapporteerd.

Indien van toepassing, moet voor elk van de afzonderlijke toxinen een correctie voor terugvinding worden uitgevoerd voordat de concentraties worden opgeteld.

Voor de controle van de conformiteit van de som van het maximumgehalte moet een ondergrensbenadering worden toegepast, wat betekent dat de resultaten voor individuele toxinen die de bepaalbaarheidsgrens niet overschrijden, voor de berekening van de som worden vervangen door nul.

Deze interpretatievoorschriften met het oog op de aanvaarding of weigering van de partij gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitragedoeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing. Meer specifiek, als:

het analyseresultaat van de officiële controlemonster met voldoende redelijke zekerheid wijst op niet-conformiteit, rekening houdend met de toegenomen meetonzekerheid, en

het analyseresultaat van het verhaalmonster wijst op niet-conformiteit, maar niet met voldoende redelijke zekerheid, met een grotere meetonzekerheid dan die van de officiële controle,

kan het analyseresultaat van de verhaalmonster niet in de plaats komen van de niet-conformiteit die is vastgesteld voor het officiële controlemonster.

4.3.2. *Screeningsmethoden*

Het resultaat van de screening wordt hetzij als conform, hetzij als verdacht niet-conform opgegeven.

"Verdacht niet-conform" betekent dat in het monster de afkapwaarde wordt overschreden, en het gehalte aan het plantentoxine mogelijk boven de doelconcentratie voor screening ligt. Elk verdacht resultaat geeft aanleiding tot een bevestigingsanalyse om het plantentoxine ondubbelzinnig te identificeren en kwantificeren.

"Conform" betekent dat het gehalte aan plantentoxinen in het monster onder de doelconcentratie voor screening ligt, met een betrouwbaarheidsniveau van 95 % (d.w.z. dat de kans dat monsters ten onrechte als negatief worden aangemerkt, 5 % bedraagt). Het analyseresultaat wordt gerapporteerd als "< niveau van de doelconcentratie voor screening", waarbij het niveau van de doelconcentratie voor screening wordt vermeld.

4.4. **Kwaliteitsnormen voor laboratoria**

Een laboratorium moet voldoen aan de bepalingen van artikel 37, leden 4 en 5, van Verordening (EU) 2017/625.