Úradný vestník
Európskej únie

SK
Séria L

2023/2783

15.12.2023

VYKONÁVACIE NARIADENIE KOMISIE (EÚ) 2023/2783

zo 14. decembra 2023,

ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a analýzy na kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách a ktorým sa zrušuje nariadenie (EÚ) 2015/705

(Text s významom pre EHP)

EURÓPSKA KOMISIA,

so zreteľom na Zmluvu o fungovaní Európskej únie,

so zreteľom na nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (EÚ) 2017/625 z 15. marca 2017 o úradných kontrolách a iných úradných činnostiach vykonávaných na zabezpečenie uplatňovania potravinového a krmivového práva a pravidiel pre zdravie zvierat a dobré životné podmienky zvierat, pre zdravie rastlín a pre prípravky na ochranu rastlín, o zmene nariadení Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 999/2001, (ES) č. 396/2005, (ES) č. 1069/2009, (ES) č. 1107/2009, (EÚ) č. 1151/2012, (EÚ) č. 652/2014, (EÚ) 2016/429 a (EÚ) 2016/2031, nariadení Rady (ES) č. 1/2005 a (ES) č. 1099/2009 a smerníc Rady 98/58/ES, 1999/74/ES, 2007/43/ES, 2008/119/ES a 2008/120/ES a o zrušení nariadení Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 854/2004 a (ES) č. 882/2004, smerníc Rady 89/608/EHS, 89/662/EHS, 90/425/EHS, 91/496/EHS, 96/23/ES, 96/93/ES a 97/78/ES a rozhodnutia Rady 92/438/EHS (nariadenie o úradných kontrolách) ([1]), a najmä na jeho článok 34 ods. 6,

keďže:

(1) Nariadením Komisie (EÚ) 2023/915 ([2]) sa stanovujú maximálne limity pre niektoré rastlinné toxíny v potravinách.

(2) Odber vzoriek zohráva kľúčovú úlohu z hľadiska presnosti stanovenia hladín rastlinných toxínov v určitej šarži, keďže rastlinné toxíny v šarži môžu byť heterogénne distribuované. Preto je vhodné stanoviť metódy odberu vzoriek na úradnú kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách.

(3) Vo vykonávacom nariadení Komisie (EÚ) 2023/2782 ([3]) sa stanovujú metódy odberu vzoriek, ktoré sa majú používať na úradnú kontrolu hladín mykotoxínov v potravinách. Keďže rastlinné toxíny aj mykotoxíny sú v šaržiach distribuované heterogénne, je vhodné uplatňovať uvedené metódy odberu vzoriek aj v prípade rastlinných toxínov.

(4) Úradné kontroly sa môžu vykonávať v prípade potravín, pre ktoré nebol stanovený žiadny osobitný maximálny limit rastlinných toxínov ani žiadny osobitný postup odberu vzoriek. Je preto vhodné stanoviť kritériá, na základe ktorých sa určí, ktorý postup odberu vzoriek by sa mal v takýchto prípadoch uplatňovať.

(5) Je tiež nutné stanoviť všeobecné kritériá výkonu, ktoré by analytická metóda mala spĺňať, aby sa zabezpečilo, že kontrolné laboratóriá budú používať analytické metódy s porovnateľnými úrovňami výkonu. Keďže referenčné laboratórium Európskej únie pre mykotoxíny a rastlinné toxíny stanovilo na základe najlepších dostupných vedeckých informácií kritériá výkonu metód používaných na analýzu rastlinných toxínov v potravinách, je vhodné stanoviť dané kritériá v tomto nariadení.

([1]) Ú. v. EÚ L 95, 7.4.2017, s. 1.

([2]) Nariadenie Komisie (EÚ) 2023/915 z 25. apríla 2023 o maximálnych limitoch pre niektoré kontaminanty v potravinách, ktorým sa zrušuje nariadenie (ES) č. 1881/2006 (Ú. v. EÚ L 119, 5.5.2023, s. 103).

([3]) Vykonávacie nariadenie Komisie (EÚ) 2023/2782 zo 14. decembra 2023, ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a analýzy na kontrolu hladín mykotoxínov v potravinách a ktorým sa zrušuje nariadenie (ES) č. 401/2006 (Ú. v. EÚ L, L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Nariadením Komisie (EÚ) 2015/705 ([4]) sa stanovujú metódy odberu vzoriek a kritériá účinnosti metód analýzy na účely úradnej kontroly obsahu kyseliny erukovej v potravinách. Keďže metódy odberu vzoriek a kritériá analytickej účinnosti (resp. analytického výkonu) stanovené v tomto nariadení sú primerané aj na účely kontroly rastlinného toxínu kyselina eruková v potravinách, nariadenie (EÚ) 2015/705 je vhodné v záujme zjednodušenia zrušiť.

(7) Kontrolným laboratóriám treba poskytnúť dostatok času na splnenie nových požiadaviek zavedených týmto nariadením. Preto je vhodné stanoviť primeranú lehotu do začiatku uplatňovania tohto nariadenia.

(8) Aby sa zabezpečilo kontinuálne vykonávanie úradných kontrol a ostatných regulačných činností týkajúcich sa maximálnych limitov rastlinných toxínov a poskytol sa dostatok času na opätovnú validáciu analytických metód, je vhodné stanoviť, že analytické metódy, ktoré boli validované pred dňom začatia uplatňovania tohto nariadenia, sa môžu naďalej používať počas vymedzeného obdobia.

(9) Opatrenia stanovené v tomto nariadení sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre rastliny, zvieratá, potraviny a krmivá,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Na účely tohto nariadenia sa uplatňuje vymedzenie pojmov stanovené v článku 1 vykonávacieho nariadenia Komisie (EÚ) 2023/2782.

Článok 2

1. Odber vzoriek na kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách sa vykonáva v súlade s metódami stanovenými v prílohe I.

2. V prípade potraviny, ktorú nemožno zaradiť do kategórie potravín, pre ktorú sa v prílohe I stanovil postup odberu vzoriek, sa postup odberu vzoriek určuje so zreteľom na veľkosť častíc danej potraviny alebo podobnosť tejto potraviny s výrobkom, ktorý možno zaradiť do jednej z kategórií potravín v prílohe I.

3. V prípade potraviny, ktorú nemožno zaradiť do žiadnej kategórie potravín uvedenej v prílohe I, a za predpokladu, že sa preukázala homogénna distribúcia rastlinného toxínu v takejto potravine, sa z potraviny odoberú vzorky uplatnením postupu odberu vzoriek stanoveného v časti B prílohy k nariadeniu Komisie (ES) č. 333/2007 ([5]).

Článok 3

Príprava vzoriek a analytické metódy používané na kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách spĺňajú kritériá stanovené v prílohe II.

Článok 4

Nariadenie (EÚ) 2015/705 sa týmto zrušuje. Odkazy na zrušené nariadenie sa považujú za odkazy na toto vykonávacie nariadenie.

([4]) Nariadenie Komisie (EÚ) 2015/705, z 30. apríla 2015, ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a kritériá účinnosti metód analýzy na účely úradnej kontroly obsahu kyseliny erukovej v potravinách a ktorým sa zrušuje smernica Komisie 80/891/EHS (Ú. v. EÚ L 113, 1.5.2015, s. 29).

([5]) Nariadenie Komisie (ES) č. 333/2007 z 28. marca 2007, ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy na úradnú kontrolu hladín mikroprvkov a procesných kontaminujúcich látok v potravinách (Ú. v. EÚ L 88, 29.3.2007, s. 29).

Článok 5

Toto nariadenie nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

Uplatňuje sa od 1. apríla 2024. Analytické metódy, ktoré boli validované pred nadobudnutím účinnosti tohto nariadenia, sa však môžu naďalej používať do 1. júla 2028, aj keď nespĺňajú všetky osobitné požiadavky stanovené v bode 4.2 prílohy II k tomuto nariadeniu.

Toto nariadenie je záväzné v celom rozsahu a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 14. decembra 2023

Za Komisiu
predsedníčka
Ursula VON DER LEYEN

PRÍLOHA I

Metódy odberu vzoriek na kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách

ČASŤ I

VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

A.1. **Všeobecné ustanovenia**

A.1.1. *Personál*

Odber vzoriek vykonáva osoba určená príslušným orgánom členského štátu.

A.1.2. *Materiál, z ktorého sa majú odobrať vzorky*

Z každej šarže, ktorá sa má skúmať, sa vzorky odoberajú samostatne. V súlade s osobitnými ustanoveniami pre odber vzoriek, pokiaľ ide o rôzne rastlinné toxíny, sa veľké šarže rozdeľujú na čiastkové šarže, z ktorých sa majú vzorky odoberať samostatne.

A.1.3. *Opatrenia, ktoré treba prijať*

V priebehu odberu a prípravy vzoriek sa prijmú opatrenia, ktoré zabránia akýmkoľvek zmenám, ktoré by:

— ovplyvnili obsah rastlinného toxínu, nepriaznivo ovplyvnili analytické stanovenie alebo zapríčinili stratu reprezentatívnosti súhrnných vzoriek,

— ovplyvnili bezpečnosť potravín v šaržiach, z ktorých sa majú odoberať vzorky.

Je tiež potrebné prijať všetky opatrenia, ktoré sú nevyhnutné na zaistenie bezpečnosti osôb odoberajúcich vzorky.

A.1.4. *Prírastkové vzorky*

Prírastkové vzorky sa v čo najväčšej možnej miere odoberajú z rôznych miest rozložených v celej šarži alebo čiastkovej šarži. Nedodržanie uvedeného postupu sa zaznamenáva zápisom, ako sa stanovuje v časti A.1.8 tejto prílohy.

A.1.5. *Príprava súhrnnej vzorky*

Súhrnná vzorka sa získa zmiešaním prírastkových vzoriek.

A.1.6. *Opakované vzorky*

Opakované vzorky na účely presadzovania práva, obhajoby a na referenčné účely sa odoberajú z homogenizovanej súhrnnej vzorky za predpokladu, že takýto postup nie je v rozpore s predpismi členských štátov, pokiaľ ide o práva prevádzkovateľa potravinárskeho podniku.

A.1.7. *Balenie a preprava vzoriek*

Každá vzorka sa vkladá do čistej inertnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred kontamináciou a pred poškodením pri preprave. Prijímajú sa všetky nevyhnutné opatrenia zabraňujúce akejkoľvek zmene v zložení vzorky, ku ktorej by mohlo dôjsť počas prepravy alebo skladovania.

A.1.8. *Uzatváranie a označovanie vzoriek*

Každá vzorka odobratá na úradné účely sa hermeticky uzavrie na mieste odberu vzorky a označí podľa predpisov členského štátu.

O každom odbere vzoriek sa vedie záznam, ktorý umožní jednoznačnú identifikáciu každej šarže a v ktorom je uvedený dátum a miesto odberu vzoriek spolu so všetkými ďalšími informáciami, ktoré by mohli byť pre analytika užitočné.

A.2. **Rôzne druhy šarží**

Potravinárske komodity sa môžu predávať voľne ložené, v nádobách alebo v individuálnych baleniach, akými sú vrecia, vrecká, maloobchodné/individuálne balenia. Metóda odberu vzoriek sa môže uplatňovať na komodity uvádzané na trh voľne ložené, v nádobách alebo v individuálnych baleniach, ako sú vrecia, vrecká, maloobchodné/individuálne balenia alebo akékoľvek iné rôzne formy.

Bez toho, aby boli dotknuté osobitné ustanovenia pre odber vzoriek uvedené v iných častiach tejto prílohy, sa ako usmernenie na výpočet frekvencie odberu vzoriek zo šarží uvádzaných na trh v individuálnych baleniach, akými sú vrecia, vrecká, maloobchodné/individuálne balenia, používa tento vzorec:

$$\text{Frekvencia odberu vzoriek (SF)} = \frac{\text{Hmotnosť šarže} \times \text{hmotnosť prírastkovej vzorky}}{\text{Hmotnosť súhrnnej vzorky} \times \text{hmotnosť individuálneho balenia}}$$

— hmotnosť: v kg,

— frekvencia odberu vzoriek (SF): každé n-té individuálne balenie, z ktorého sa odoberá prírastková vzorka (číslice za desatinnou čiarkou sa zaokrúhľujú na najbližšie celé číslo).

A.3. **Odber vzoriek z komodít s vysokým pomerom objemu a hmotnosti**

S výnimkou potravinových komodít, na ktoré sa vzťahuje časť II body L a M prílohy I k vykonávaciemu nariadeniu (EÚ) 2023/2782, v prípade odberu vzoriek z potravinových komodít, ktoré majú veľký objem v porovnaní so svojou hmotnosťou [t. j. objem (dm^3)/hmotnosť (kg) > 5], sa požiadavky na hmotnosť môžu nahradiť požiadavkou na rovnocenný objem (t. j. 1 kg sa nahradí 1 dm^3).

ČASŤ II

METÓDY ODBERU VZORIEK

Uplatňujú sa metódy odberu vzoriek stanovené v časti II prílohy I k vykonávaciemu nariadeniu (EÚ) 2023/2782.

Na odber vzoriek zo zemiakov a z výrobkov zo zemiakov (glykoalkaloidov) a z medu (pyrolizidínové alkaloidy) sa však uplatňuje časť B prílohy k nariadeniu (ES) č. 333/2007.

PRÍLOHA II

Kritériá prípravy vzorky a analytických metód používaných na kontrolu hladín rastlinných toxínov v potravinách

1. ÚVOD Preventívne opatrenia

Keďže distribúcia rastlinných toxínov je obvykle nehomogénna, k príprave vzoriek, a najmä ich homogenizácii sa pristupuje mimoriadne starostlivo.

Úplná vzorka tak, ako ju prijalo laboratórium, sa homogenizuje v prípade, že homogenizáciu vykonáva laboratórium.

2. ÚPRAVA VZORKY PO PRIJATÍ V LABORATÓRIU

Každá laboratórna vzorka sa dôkladne premieša postupom (v prípade potreby aj jemným mletím), pri ktorom sa preukázalo dosiahnutie úplnej homogenizácie.

V prípade, že sa maximálny limit vzťahuje na sušinu, obsah sušiny vo výrobku sa stanovuje na časti homogenizovanej vzorky pomocou metódy, pri ktorej sa preukázalo presné stanovenie obsahu sušiny.

3. OPAKOVANÉ VZORKY

Opakované vzorky na účely presadzovania práva a obhajoby a na referenčné účely sa odoberajú z homogenizovaného materiálu za predpokladu, že takýto postup nie je v rozpore s predpismi členských štátov, pokiaľ ide o práva prevádzkovateľa potravinárskeho podniku.

4. ANALYTICKÁ METÓDA, KTORÁ SA MÁ POUŽIŤ V LABORATÓRIU, A POŽIADAVKY NA LABORATÓRNU KONTROLU

4.1. **Všeobecné požiadavky**

Potvrdzujúce metódy analýzy použité na účely kontroly potravín musia byť v súlade s ustanoveniami položiek 1 a 2 prílohy III k nariadeniu (EÚ) 2017/625.

Pravdivosť metódy by sa mala podľa možnosti pravidelne overovať analýzou certifikovaného referenčného materiálu a/alebo úspešnou účasťou na skúškach spôsobilosti.

4.2. **Osobitné požiadavky**

4.2.1. *Osobitné požiadavky na potvrdzujúce metódy*

4.2.1.1. Kritériá výkonu

V prípade potvrdzujúcich metód sa uplatňujú tieto kritériá výkonu:

Výťažnosť: priemerná výťažnosť by sa mala pohybovať od 70 do 120 %.

Priemerná výťažnosť je priemerná hodnota z opakovaných vzoriek získaná počas validácie pri stanovení parametrov presnosti RSDr a $RSDw_R$. Toto kritérium sa vzťahuje na všetky koncentrácie a všetky jednotlivé toxíny.

Vo výnimočných prípadoch môžu byť prijateľné hodnoty priemernej výťažnosti mimo uvedeného rozpätia, ale len vtedy, keď sa pohybujú v rozmedzí 50 – 130 % a sú splnené kritériá presnosti pre RSDr a $RSDw_R$.

Presnosť

RSDr musí byť ≤ 20 %.

RSDwR musí byť ≤ 20 %.

RSDR by mala byť ≤ 25 %.

Tieto kritériá sa vzťahujú na všetky koncentrácie.

V prípade, že laboratórium poskytne dôkaz o dodržaní kritéria RSDwR, netreba poskytnúť dôkaz týkajúci sa kritéria RSDr, keďže dodržanie kritéria RSDwR zaručuje dodržanie kritéria RSDr.

V prípade, že sa maximálny limit vzťahuje na sumu toxínov, kritériá presnosti sa vzťahujú na sumu aj na jednotlivé toxíny.

Limit kvantifikácie

Ak je v tabuľke 1 ďalej stanovená osobitná požiadavka na LOQ určitého rastlinného toxínu, musí byť LOQ danej metódy na úrovni tejto hodnoty alebo pod ňou.

Tabuľka 1

Požiadavky na LOQ pre určité rastlinné toxíny

Rastlinný toxín	Poznámky	Potravina	Požiadavka na LOQ (µg/kg) alebo (µg/l)
Pyrolizidínové alkaloidy	požiadavka na LOQ pre jednotlivé pyrolizidínové alkaloidy	sušený výrobok	≤ 10
		tekutý výrobok	≤ 0,15
Tropánové alkaloidy	požiadavka na LOQ pre atropín a skopolamín samostatne	potraviny spracované na báze obilnín pre dojčatá a malé deti	≤ 1
		obilniny a výrobky z obilnín	
		bylinné nálevy (sušený výrobok)	≤ 2
		bylinné nálevy (tekuté)	≤ 5
			≤ 0,05
Alkaloidy ópia	požiadavka na LOQ pre morfín a kodeín samostatne	pekárske výrobky	≤ 500

Vo všetkých ostatných prípadoch platí:

LOQ: musí byť ≤ 0,5*ML a podľa možnosti by mal byť nižší (≤ 0,2*ML).

Ak sa maximálny limit vzťahuje na sumu toxínov, potom LOQ jednotlivých toxínov musí byť ≤ 0,5*ML/n, pričom n je počet toxínov zahrnutých do definície ML.

Identifikácia

Na identifikáciu sa používajú kritériá stanovené v Usmerňovacom dokumente o identifikácii mykotoxínov a rastlinných toxínov v potravinách a krmivách ([1]).

4.2.1.2. Rozšírenie rozsahu použiteľnosti metódy

4.2.1.2.1. Rozšírenie rozsahu použiteľnosti na iné rastlinné toxíny

Keď sa do rozsahu použiteľnosti existujúcej skríningovej metódy pridávajú dodatočné analyty, vyžaduje sa úplná validácia na preukázanie vhodnosti metódy.

4.2.1.2.2. Rozšírenie na iné komodity

Ak je o potvrdzujúcej metóde známe alebo ak od nej možno očakávať, že sa bude môcť uplatňovať na iné komodity, platnosť vo vzťahu k týmto iným komoditám sa musí overiť. Pokiaľ nová komodita patrí do skupiny komodít (pozri tabuľku 2 v tejto prílohe), v prípade ktorej sa už uskutočnila počiatočná validácia, stačí vykonať obmedzenú dodatočnú validáciu.

4.2.2. *Osobitné požiadavky na semikvantitatívne skríningové metódy*

4.2.2.1. Rozsah uplatnenia

Tento oddiel sa vzťahuje na bioanalytické metódy založené na imunitnom rozpoznávaní alebo receptorovom viazaní (napr. test ELISA, testovacie prúžky, zariadenia s bočným tokom, imunosenzory) a fyzikálno-chemické metódy založené na chromatografii alebo priamej detekcii napr. pomocou hmotnostnej spektrometrie (napr. hmotnostná spektrometria za štandardných podmienok). Iné metódy (napr. chromatografia na tenkej vrstve) nie sú vylúčené za predpokladu, že vzniknuté signály sa priamo vzťahujú na predmetné rastlinné toxíny a umožňujú, aby bola uplatniteľná zásada opísaná ďalej v texte.

([1]) K dispozícii na adrese: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf.

Osobitné požiadavky sa vzťahujú na metódy, ktorých výsledkom merania je číselná hodnota, napríklad (relatívna) odozva zo zariadení na čítanie testovacích prúžkov, signál z LC-MS atď., a uplatňujú sa bežné štatistiky.

Požiadavky sa nevzťahujú na metódy, ktoré neposkytujú číselné hodnoty (napr. iba odozvy prítomnosti alebo neprítomnosti) a ktoré si vyžadujú rôzne validačné prístupy. Osobitné požiadavky na tieto metódy sú uvedené v bode 4.2.3

Tento dokument opisuje postupy validácie skríningových metód prostredníctvom medzilaboratórnej validácie, overenia analytického výkonu metódy validovanej prostredníctvom medzilaboratórneho skúmania a vnútrolaboratórnej validácie skríningovej metódy.

4.2.2.2. Postup validácie

Cieľom validácie je preukázať vhodnosť účelu skríningovej metódy. Vykonáva sa určením medznej hodnoty a stanovením miery falošne negatívnych a falošne podozrivých vzoriek. V týchto dvoch parametroch sú zohľadnené charakteristiky výkonu ako schopnosť detekcie, selektívnosť a presnosť.

Skríningové metódy môžu byť validované pomocou medzilaboratórnej alebo vnútrolaboratórnej validácie. Ak sú údaje o medzilaboratórnej validácii pre určitú kombináciu rastlinných toxínov/matricu/STC už k dispozícii, overenie analytického výkonu metódy v laboratóriu uplatňujúcom danú metódu je dostatočné.

4.2.2.2.1. Počiatočná validácia pomocou vnútrolaboratórnej validácie

Rastlinné toxíny

Validácia sa uskutočňuje pre každý samostatný rastlinný toxín v rámci rozsahu. V prípade bioanalytických metód, ktoré poskytujú kombinovanú odpoveď pre určitú skupinu rastlinných toxínov (napr. pyrolizidínové alkaloidy), sa musí dokázať uplatniteľnosť a obmedzenia skúšky uvedenej v rozsahu použiteľnosti metódy. Neželaná skrížená reaktivita sa nepovažuje za dôvod zvýšenia miery falošnej negativity vzoriek cieľových rastlinných toxínov, môže však zvýšiť mieru falošne podozrivých vzoriek. Toto neželané zvýšenie sa zníži pomocou potvrdzujúcej analýzy na jednoznačnú identifikáciu a kvantifikáciu rastlinných toxínov.

Matrice

Počiatočná validácia sa vykonáva pre každú komoditu, alebo v prípade, že je o metóde známe, že je uplatniteľná na viaceré komodity, pre každú skupinu komodít. V druhom prípade sa z uvedenej skupiny vyberie jedna reprezentatívna a relevantná komodita (pozri tabuľku 2).

Súbor vzoriek

Minimálny počet rôznych vzoriek požadovaných na validáciu je 20 homogénnych negatívnych kontrolných vzoriek a 20 homogénnych pozitívnych kontrolných vzoriek, ktoré obsahujú rastlinný toxín na úrovni STC, analyzovaných v podmienkach vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti ($RSDw_R$) počas 5 rôznych dní. Do validačného súboru možno pridať ďalšie súbory 20 vzoriek obsahujúcich rastlinný toxín na iných úrovniach, aby sa zistilo, do akej miery možno danou metódou rozlíšiť jednotlivé koncentrácie rastlinných toxínov.

Koncentrácia

Pre každú STC, ktorá sa má používať pri bežnej aplikácii, sa musí vykonať validácia.

4.2.2.2.2. Počiatočná validácia prostredníctvom kolaboratívnych skúšok

Validácia prostredníctvom kolaboratívnych skúšok sa vykonáva v súlade s normou ISO 5725:1994 alebo Medzinárodným harmonizovaným protokolom IUPAC alebo iným medzinárodne uznávaným protokolom pre kolaboratívne skúšky, ktorý vyžaduje zahrnutie platných údajov aspoň z ôsmich rôznych laboratórií. Jediný ďalší rozdiel oproti vnútrolaboratórnej validácii je, že ≥ 20 vzoriek z každej komodity/úrovne môže byť rovnomerne rozdelených medzi zúčastnené laboratóriá, s minimálnym počtom dve vzorky za laboratórium.

4.2.2.3. Stanovenie medznej hodnoty a miera falošne podozrivých výsledkov slepých vzoriek

(Relatívne) odozvy pri negatívnych kontrolných a pozitívnych kontrolných vzorkách sa použijú ako základ na výpočet požadovaných parametrov.

Skríningové metódy s odozvou úmernou koncentrácii rastlinného toxínu

Pri skríningových metódach s odozvou úmernou koncentrácii rastlinného toxínu sa uplatňuje:

$$Medzná\ hodnota = R_{STC} - t\text{-}hodnota_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = priemerná odozva pozitívnych kontrolných vzoriek (pri STC)

t-hodnota: jednostranná t-hodnota v prípade 5 % miery falošne negatívnych výsledkov (pozri tabuľku 3)

SD_{STC} = štandardná odchýlka

Skríningové metódy s odozvou nepriamo úmernou koncentrácii rastlinného toxínu

Pri skríningových metódach s odozvou nepriamo úmernou koncentrácii rastlinného toxínu sa medzná hodnota stanovuje ako:

$$Medzná\ hodnota = R_{STC} + t\text{-}hodnota_{0,05} * SD_{STC}$$

Pri použití tejto špecifickej t-hodnoty na stanovenie medznej hodnoty je miera falošne negatívnych výsledkov štandardne stanovená na 5 %.

Hodnotenie vhodnosti na daný účel

Výsledky negatívnych kontrolných vzoriek sa používajú na odhad zodpovedajúcej miery falošne podozrivých výsledkov. T-hodnota sa vypočíta podľa prípadu, keď výsledok negatívnej kontrolnej vzorky presahuje medznú hodnotu, a preto sa nesprávne klasifikuje ako podozrivá.

t-hodnota = $(\text{medzná hodnota} - priemer_{slepávzorka})/SD_{slepávzorka}$

pre skríningové metódy s odozvou úmernou koncentrácii rastlinného toxínu

alebo

t-hodnota = $(priemer_{slepá\ vzorka} - \text{medzná hodnota})/SD_{slepávzorka}$

pre skríningové metódy s odozvou nepriamo úmernou koncentrácii rastlinného toxínu.

Zo získanej t-hodnoty sa na základe stupňov voľnosti vypočítaných z počtu experimentov môže pravdepodobnosť falošne podozrivých vzoriek pre jednostrannú distribúciu buď vypočítať (napr. funkcia tabuľky „TDIST“), alebo vybrať z tabuľky na t-distribúciu (pozri tabuľku 3).

Zodpovedajúca hodnota jednostrannej t-distribúcie špecifikuje mieru falošne podozrivých výsledkov.

Táto koncepcia je podrobne opísaná s príkladom v analytickej a bioanalytickej chémii DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Rozšírenie rozsahu použiteľnosti metódy

4.2.2.4.1. Rozšírenie rozsahu použiteľnosti na iné rastlinné toxíny

Keď sa do rozsahu použiteľnosti existujúcej skríningovej metódy pridávajú nové rastlinné toxíny, na preukázanie vhodnosti metódy sa vyžaduje úplná validácia.

4.2.2.4.2. Rozšírenie na iné komodity

Ak je o skríningovej metóde známe alebo ak od nej možno očakávať, že je použiteľná na iné komodity, použiteľnosť na tieto iné komodity sa musí overiť. Pokiaľ nová komodita patrí do skupiny komodít (pozri tabuľku 2 v tejto prílohe), v prípade ktorej sa už uskutočnila počiatočná validácia, stačí vykonať obmedzenú dodatočnú validáciu. Na tento účel sa musí podrobiť analýze minimálne 10 homogénnych negatívnych kontrolných vzoriek a 10 homogénnych pozitívnych kontrolných vzoriek (na úrovni STC) v podmienkach vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti. Pozitívne kontrolné vzorky musia mať všetky vyššiu hodnotu, ako je medzná hodnota. V prípade nesplnenia tohto kritéria sa vyžaduje validácia.

4.2.2.5. Overovanie metód už validovaných prostredníctvom kolaboratívnych skúšok

V prípade skríningových metód, ktoré už boli úspešne validované prostredníctvom kolaboratívnej laboratórnej skúšky, sa musí overiť analytický výkon metódy. Na tento účel sa musí podrobiť analýze minimálne 6 negatívnych kontrolných vzoriek a 6 pozitívnych kontrolných vzoriek (na úrovni STC). Pozitívne kontrolné vzorky musia mať všetky vyššiu hodnotu, ako je medzná hodnota. V prípade, že toto kritérium nie je splnené, laboratórium musí uskutočniť analýzu hlavných príčin s cieľom určiť, prečo nemôže splniť špecifikáciu získanú pri kolaboratívnej skúške. Až po prijatí nápravných opatrení opätovne overí výkon metódy vo svojom laboratóriu. V prípade, že laboratórium nie je schopné overiť výsledky kolaboratívnej skúšky, bude musieť stanoviť svoju vlastnú medznú hodnotu v úplnej vnútrolaboratórnej validácii.

4.2.2.6. Nepretržité overovanie metódy/priebežná validácia metódy

Po počiatočnej validácii sa dodatočné validačné údaje získavajú tak, že sa do každej dávky vzoriek podrobených skríningu zahrnú minimálne dve pozitívne kontrolné vzorky. Jedna pozitívna kontrolná vzorka je známa vzorka (napr. vzorka použitá počas počiatočnej validácie), ďalšia je odlišná komodita z rovnakej skupiny komodít (v prípade, že sa analyzuje len jedna komodita, použije sa namiesto nej iná vzorka uvedenej komodity). Zahrnutie negatívnej kontrolnej vzorky je nepovinné. Získané výsledky týkajúce sa týchto dvoch pozitívnych kontrolných vzoriek sa pridávajú do existujúceho validačného súboru.

Aspoň raz ročne sa opätovne stanovuje medzná hodnota a opätovne sa posudzuje platnosť metódy (opätovné hodnotenie dostupných údajov o zabezpečení kvality/kontrole kvality v poslednom roku). Nepretržité overovanie metódy slúži na niekoľko účelov vrátane:

— kontroly kvality v prípade dávky vzoriek, ktoré boli podrobené skríningu,

— poskytovanie informácií o robustnosti metódy za podmienok v laboratóriu, ktoré používa danú metódu,

— odôvodnenie použiteľnosti metódy na rôznych komoditách,

— umožnenie úpravy medzných hodnôt v prípade postupných posunov v priebehu času.

4.2.2.7. Správa o validácii

Správa o validácii musí obsahovať:

— vyhlásenie o STC,

— vyhlásenie o stanovenej medznej hodnote.

Poznámka: Medzná hodnota musí mať rovnaký počet platných číslic ako STC. Číselné hodnoty použité na výpočet medznej hodnoty musia mať aspoň o jednu platnú číslicu viac ako STC,

— vyhlásenie o vypočítanej miere falošne podozrivých vzoriek,

— vyhlásenie o tom, ako vznikla miera podozrivých falošných vzoriek.

Poznámka: Vo vyhlásení o vypočítanej miere falošne podozrivých vzoriek sa uvádza, či je metóda vhodná na daný účel, a takisto sa uvádza počet slepých vzoriek (alebo s nízkou úrovňou kontaminácie), ktoré budú podrobené overeniu.

Tabuľka 2

Skupiny komodít na validáciu potvrdzujúcich a skríningových metód

Skupiny komodít	Kategórie komodít	Typické reprezentatívne komodity zahrnuté do kategórie
Vysoký obsah vody	Nápoje ovocie a zelenina pyré na báze obilnín alebo ovocia čerstvé byliny na kuchárske účely	bylinné nálevy (tekuté), listy boráka, zemiaky, pyré určené pre dojčatá a malé deti
Vysoký obsah oleja	orechy stromové olejnaté semená a výrobky z nich olejnaté plody a výrobky z nich	mandle, marhuľové jadrá, repka olejná, bavlníkové semená, ľanové semená, semená bôbu vlčieho, makové semená, konopné semená atď. oleje a pasty
Vysoký obsah škrobu a/alebo bielkovín a nízky obsah vody a tuku	obilné zrno a výrobky z neho dietetické výrobky	kukurica, pohánka, proso, cirok, manioková (kasavová) múka, výrobky zo zemiakov chlieb, pekárske výrobky, krekry, raňajkové cereálie, cestoviny sušené prášky na prípravu potravín pre dojčatá a malé deti
Vysoký obsah kyselín a vysoký obsah vody (*)	citrusové výrobky	
„Náročné alebo jedinečné komodity“ (**)		peľ a výrobky z peľu, výživové doplnky, bylinné nálevy (sušený výrobok), čaj (sušený výrobok) koreniny, sladké drievko
Vysoký obsah cukru, nízky obsah vody	sušené ovocie	figy, hrozienka, ríbezle, sultánky, med
Mlieko a mliečne výrobky	Mlieko Syr mliečne výrobky (napr. sušené mlieko)	kravské, kozie a byvolie mlieko kravský, kozí syr jogurt, smotana

(*) Ak sa tlmivý roztok používa na stabilizáciu zmien pH počas extrakcie, potom sa táto skupina komodít môže zlúčiť do jednej skupiny komodít „vysoký obsah vody“.

(**) „Náročné alebo jedinečné komodity“ sa musia plne validovať len vtedy, ak sa často analyzujú. Ak sa analyzujú len príležitostne, validácia sa môže obmedziť len na kontrolu ohlasovania hladín s použitím obohatených slepých extraktov.

Tabuľka 3

Jednostranná t-hodnota pre 5 % mieru falošných negatívnych vzoriek

Stupne voľnosti	Počet duplikátov	t-hodnota (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. *Požiadavky na kvalitatívne skríningové metódy (metódy, ktoré neposkytujú číselné hodnoty)*

Vypracovanie usmernení k validácii pre binárne testovacie metódy v súčasnosti vykonávajú rôzne normalizačné orgány (napr. AOAC, ISO). Združenie AOAC navrhlo usmernenie k validácii binárnych testovacích metód. Tento dokument možno považovať za aktuálny stav v oblasti validácie binárnych testovacích metód. Preto by sa metódy, ktoré poskytujú binárne výsledky (napr. vizuálna kontrola testovacích prúžkov), mali validovať podľa Medzinárodných usmernení AOAC k validácii kvalitatívnych binárnych metód v chémii ([2]).

Používať však možno aj iné uznávané usmernenia týkajúce sa validácie, ako je prístup stanovený v dokumente 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* (Usmernenia k validácii kvalitatívnych skríningových metód na detekciu rezíduí veterinárnych liekov v mlieku a mliečnych výrobkoch).

4.3. **Odhad neistoty merania, výpočet výťažnosti a oznamovanie výsledkov** ([3])

4.3.1. *Potvrdzujúce metódy*

([2]) Dostupné na internetovej stránke: https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf.

([3]) Podrobnejšie údaje o postupoch pri odhade neistoty merania a o postupoch hodnotenia výťažnosti možno nájsť v správe *Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation* (Správa o vzťahu medzi analytickými výsledkami, neistotou merania, faktormi výťažnosti a ustanoveniami právnych predpisov EÚ o potravinách a krmivách)
https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Analytický výsledok sa nahlasuje takto:

a) Korigovaný vzhľadom na výťažnosť, keď je to vhodné a relevantné, a v prípade korekcie sa táto skutočnosť uvedie. Uvedie sa miera výťažnosti, pokiaľ súčasťou postupu nie je vnútorná korekcia vychýlenia. Korekcia vzhľadom na výťažnosť nie je potrebná v prípade, že miera výťažnosti sa pohybuje v rozmedzí 90 – 110 %.

b) Ako x +/– U, pričom x je analytický výsledok a U je rozšírená analytická neistota merania, pričom sa použije koeficient pokrytia 2, ktorý poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95 %.

Ako možnosť je možné oznámiť štandardnú rozšírenú neistotu merania na úrovni 50 % za predpokladu, že laboratórium spĺňa všetky požiadavky na presnosť špecifikované v bode 4.2. Jednotlivé laboratóriá to môžu preukázať dosiahnutím kritérií opakovateľnosti (RSD_r) a vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosťou (RSD_{wR}), ako aj úspešnou účasťou na programoch skúšok spôsobilosti (ak je vhodný program skúšok spôsobilosti k dispozícii), pričom priemerná hodnota z $|z| \leq 2$ preukazuje splnenie požadovanej reprodukovateľnosti (RSD_R) (na základe cieľovej štandardnej odchýlky 25 %).

V prípade, že bol maximálny limit stanovený pre sumu toxínov, vykazujú sa analytické výsledky všetkých jednotlivých toxínov.

Prípadná korekcia vzhľadom na výťažnosť sa vykoná pre každý jednotlivý toxín pred súčtom koncentrácií.

Na overenie súladu s ML pre sumu sa použije prístup dolnej medze, čo znamená, že výsledky týkajúce sa jednotlivých toxínov, ktoré sú na úrovni < LOQ, sa pri výpočte súčtu nahradia nulou.

Súčasné pravidlá interpretácie analytického výsledku vzhľadom na prijatie alebo odmietnutie šarže sa uplatňujú na analytický výsledok získaný pri vzorke určenej na úradnú kontrolu. V prípade analýzy na účely obhajoby alebo arbitráže sa uplatňujú vnútroštátne pravidlá. Platí to najmä, ak

analytický výsledok vzorky určenej na úradnú kontrolu s prihliadnutím na rozšírenú neistotu merania jednoznačne poukazuje na nesúlad a

analytický výsledok vzorky na účely obhajoby poukazuje na nesúlad, nie však jednoznačne, s väčšou rozšírenou neistotou merania, než je neistota pri úradnej kontrole,

potom analytický výsledok vzorky na účely obhajoby nemôže nahradiť nesúlad zistený pri vzorke určenej na úradnú kontrolu.

4.3.2. *Skríningové metódy*

Výsledok skríningu sa vyjadruje ako vyhovujúci alebo s podozrením na nesúlad.

„S podozrením na nesúlad“ znamená, že medzná hodnota vzorky je prekročená a vzorka môže obsahovať daný rastlinný toxín na úrovni vyššej ako STC. Každý podozrivý výsledok je podnetom pre potvrdzujúcu analýzu na jednoznačnú identifikáciu a kvantifikáciu rastlinných toxínov.

„Vyhovujúca“ znamená, že obsah rastlinných toxínov vo vzorke je < STC s úrovňou spoľahlivosti 95 % (t. j. existuje 5 % šanca, že vzorky budú chybne oznámené ako negatívne). Analytický výsledok sa oznamuje ako „< úroveň STC“ so špecifikovanou úrovňou STC.

4.4. **Normy kvality pre laboratóriá**

Laboratórium musí spĺňať ustanovenia článku 37 ods. 4 a 5 nariadenia (EÚ) 2017/625.