Uradni list
Evropske unije

SL
Serija L

2023/2783

15.12.2023

IZVEDBENA UREDBA KOMISIJE (EU) 2023/2783

z dne 14. decembra 2023

o določitvi metod vzorčenja in analiznih metod za nadzor vsebnosti rastlinskih toksinov v živilih ter razveljavitvi Uredbe (EU) 2015/705

(Besedilo velja za EGP)

EVROPSKA KOMISIJA –

ob upoštevanju Pogodbe o delovanju Evropske unije,

ob upoštevanju Uredbe (EU) 2017/625 Evropskega parlamenta in Sveta z dne 15. marca 2017 o izvajanju uradnega nadzora in drugih uradnih dejavnosti, da se zagotovi uporaba zakonodaje o živilih in krmi, pravil o zdravju in dobrobiti živali ter zdravju rastlin in fitofarmacevtskih sredstvih, ter o spremembi uredb (ES) št. 999/2001, (ES) št. 396/2005, (ES) št. 1069/2009, (ES) št. 1107/2009, (EU) št. 1151/2012, (EU) št. 652/2014, (EU) 2016/429 in (EU) 2016/2031 Evropskega parlamenta in Sveta, uredb Sveta (ES) št. 1/2005 in (ES) št. 1099/2009 ter direktiv Sveta 98/58/ES, 1999/74/ES, 2007/43/ES, 2008/119/ES in 2008/120/ES ter razveljavitvi uredb (ES) št. 854/2004 in (ES) št. 882/2004 Evropskega parlamenta in Sveta, direktiv Sveta 89/608/EGS, 89/662/EGS, 90/425/EGS, 91/496/EGS, 96/23/ES, 96/93/ES in 97/78/ES ter sklepa Sveta 92/438/EGS (Uredba o uradnem nadzoru) ([1]) in zlasti člena 34(6) Uredbe,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Uredba Komisije (EU) 2023/915 ([2]) določa mejne vrednosti nekaterih rastlinskih toksinov v živilih.

(2) Vzorčenje ima ključno vlogo pri natančnosti določanja vsebnosti rastlinskih toksinov v določenem lotu, saj so lahko rastlinski toksini znotraj lota heterogeno porazdeljeni. Zato je primerno določiti metode vzorčenja za uradni nadzor vsebnosti rastlinskih toksinov v živilih.

(3) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2023/2782 ([3]) določa metode vzorčenja, ki se uporabljajo za uradni nadzor vsebnosti mikotoksinov v živilih. Ker so rastlinski toksini in mikotoksini heterogeno porazdeljeni znotraj lotov, je primerno uporabiti navedene metode vzorčenja tudi za rastlinske toksine.

(4) Uradni nadzor se lahko izvaja za živila, za katera ni bila določena posebna mejna vrednost za rastlinske toksine in za katera ni bil določen poseben postopek vzorčenja. Zato je primerno določiti merila za ugotavljanje, kateri postopek vzorčenja bi bilo treba uporabiti v takih primerih.

(5) Določiti je treba tudi splošna izvedbena merila, ki jih mora izpolnjevati analizna metoda, tako da bodo nadzorni laboratoriji uporabljali analizne metode s primerljivimi stopnjami zanesljivosti. Ker je referenčni laboratorij Evropske unije za mikotoksine in rastlinske toksine določil analizna izvedbena merila za analizo rastlinskih toksinov v živilih na podlagi najboljših razpoložljivih znanstvenih informacij, je primerno navedena merila določiti v tej uredbi.

([1]) UL L 95, 7.4.2017, str. 1.
([2]) Uredba Komisije (EU) 2023/915 z dne 25. aprila 2023 o mejnih vrednostih nekaterih onesnaževal v živilih in razveljavitvi Uredbe (ES) št. 1881/2006 (UL L 119, 5.5.2023, str. 103).
([3]) Izvedbena uredba Komisije (EU) 2023/2782 z dne 14. decembra 2023 o določitvi metod vzorčenja in analiznih metod za nadzor vsebnosti mikotoksinov v živilih ter razveljavitvi Uredbe (ES) št. 401/2006 (UL L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Uredba Komisije (EU) 2015/705 ([4]) določa metode vzorčenja in merila izvedbe za analizne metode za uradni nadzor vsebnosti eruka kisline v živilih. Ker so metode vzorčenja in analizna izvedbena merila iz te uredbe ustrezna tudi za nadzor rastlinskega toksina eruka kisline v živilih, je zaradi poenostavitve primerno razveljaviti Uredbo (EU) 2015/705.

(7) Kontrolnim laboratorijem je treba zagotoviti dovolj časa za izpolnjevanje novih zahtev, uvedenih s to uredbo. Zato je primerno zagotoviti razumno obdobje do uporabe te uredbe.

(8) Za zagotovitev kontinuitete izvajanja uradnega nadzora in drugih regulativnih dejavnosti v zvezi z mejnimi vrednostmi rastlinskih toksinov ter za omogočanje zadostnega časa za ponovno validacijo analiznih metod, je primerno določiti, da se analizne metode, ki so bile validirane pred datumom začetka uporabe te uredbe, lahko še naprej uporabljajo določeno obdobje.

(9) Ukrepi iz te uredbe so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za rastline, živali, hrano in krmo –

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

V tej uredbi se uporabljajo opredelitve pojmov iz člena 1 Izvedbene uredbe Komisije (EU) 2023/2782

Člen 2

(1) Vzorčenje za nadzor vsebnosti rastlinskih toksinov v živilih se izvaja v skladu z metodami iz Priloge I.

(2) Kadar živilo ni mogoče razvrstiti v kategorijo živil, za katero je bil uveden postopek vzorčenja v Prilogi I, se postopek vzorčenja določi ob upoštevanju velikosti kosov navedenega živila ali podobnosti navedenega živila s proizvodom, ki se lahko razvrsti v eno od kategorij živil iz Priloge I.

(3) Kadar živilo ni mogoče razvrstiti v nobeno kategorijo živil iz Priloge I in če obstajajo dokazi, da je rastlinski toksin v takem živilu homogeno porazdeljen, se živilo vzorči z metodo vzorčenja iz dela B Priloge k Uredbi Komisije (ES) št. 333/2007 ([5]).

Člen 3

Priprava vzorcev in analizne metode za nadzor vsebnosti rastlinskih toksinov v živilih izpolnjujejo merila iz Priloge II.

Člen 4

Uredba (EU) 2015/705 se razveljavi. Sklicevanja na razveljavljeno uredbo se štejejo za sklicevanja na to izvedbeno uredbo.

([4]) Uredba Komisije (EU) 2015/705 z dne 30. aprila 2015 o določitvi metod vzorčenja in meril izvedbe za analitske metode za uradni nadzor vsebnosti eruka kisline v živilih ter razveljavitvi Direktive Komisije 80/891/EGS (UL L 113, 1.5.2015, str. 29).

([5]) Uredba Komisije (ES) št. 333/2007 z dne 28. marca 2007 o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za nadzor vsebnosti elementov v sledovih in onesnaževal iz predelave v živilih (UL L 88, 29.3.2007, str. 29).

Člen 5

Ta uredba začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

Uporablja se od 1. aprila 2024. Vendar se analizne metode, ki so bile validirane pred začetkom uporabe te uredbe, lahko uporabljajo do 1. julija 2028, tudi če ne izpolnjujejo vseh posebnih zahtev iz točke 4.2 Priloge II k tej uredbi.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 14. decembra 2023

Za Komisijo
predsednica
Ursula VON DER LEYEN

PRILOGA I

METODE VZORČENJA ZA NADZOR VSEBNOSTI RASTLINSKIH TOKSINOV V ŽIVILIH

DEL I

SPLOŠNE DOLOČBE

A.1 Splošne določbe

A.1.1 *Osebje*

Vzorčenje opravi oseba, ki jo imenuje pristojni organ države članice.

A.1.2 *Material za vzorčenje*

Vsak lot, namenjen za pregled, se vzorči ločeno. V skladu s posebnimi določbami o vzorčenju za različne rastlinske toksine se veliki loti razdelijo na sublote, ki se vzorčijo ločeno.

A.1.3 *Previdnostni ukrepi*

Med vzorčenjem in pripravo vzorcev je treba upoštevati previdnostne ukrepe v izogib spremembam, ki bi:

— vplivale na vsebnost rastlinskih toksinov, škodljivo vplivale na analizno določanje ali povzročile nereprezentativnost zbirnih vzorcev;

— vplivale na varnost živil v lotih za vzorčenje.

Razen tega se sprejmejo vsi ukrepi, potrebni za zagotovitev varnosti oseb, ki odvzemajo vzorce.

A.1.4 *Posamični vzorci*

Če je mogoče, se posamični vzorci odvzamejo na različnih mestih, razporejenih po celotnem lotu ali sublotu. Odstopanje od tega postopka se zapiše v zapisnik iz dela A.1.8 te priloge.

A.1.5 *Priprava zbirnega vzorca*

Zbirni vzorec se pripravi tako, da se združijo posamični vzorci.

A.1.6 *Paralelni vzorci*

Paralelni vzorci za uradni nadzor, dopolnilno izvedensko mnenje in referenčne namene se odvzamejo iz homogeniziranega zbirnega vzorca, razen če je ta postopek v nasprotju s pravili držav članic o pravicah nosilca živilske dejavnosti.

A.1.7 *Pakiranje in posredovanje vzorcev*

Vsak vzorec se zapre v čisto inertno posodo, ki omogoča primerno zaščito pred onesnaženjem in poškodbami med prevozom. Upoštevajo se vsi previdnostni ukrepi, da se prepreči kakršna koli sprememba v sestavi vzorca, ki bi lahko nastala med prevozom ali skladiščenjem.

A.1.8 *Pečatenje in označevanje vzorcev*

Vsak vzorec, odvzet za uradno uporabo, se zapečati na mestu vzorčenja in označi po pravilih države članice.

O vsakem vzorčenju se pripravi zapisnik, ki omogoča nedvoumno identificiranje vsakega lota, navaja datum in kraj vzorčenja ter vse dodatne informacije, ki bi lahko pomagale analitiku.

A.2 **Različne vrste lotov**

Živila se lahko tržijo v razsutem stanju, posodah ali posamičnih pakiranjih, kot so vrečke, vreče, pakiranja za prodajo na drobno/posamična pakiranja. Metoda vzorčenja se lahko uporabi za proizvode, dane na trg v razsutem stanju, posodah ali posamičnih pakiranjih, kot so vreče, vrečke, pakiranja za prodajo na drobno/posamična pakiranja, ali v kateri koli drugi obliki.

Brez poseganja v posebne določbe o vzorčenju iz drugih delov te priloge se kot vodilo za izračun pogostosti vzorčenja lotov, ki se dajo na trg v posamičnih pakiranjih, kot so vrečke, vreče, pakiranja za prodajo na drobno/posamična pakiranja, uporabi naslednja formula:

$$\text{pogostost vzorčenja (SF) } n = \frac{\text{masa lota} \times \text{masa posamičnega vzorca}}{\text{masa zbirnega vzorca} \times \text{masa posamičnega pakiranja}}$$

— masa: v kg

— pogostost vzorčenja (SF): vsako n-to posamično pakiranje, iz katerega se odvzame posamični vzorec (decimalke bi bilo treba zaokrožiti na najbližje celo število).

A.3 **Vzorčenje proizvodov z visokim razmerjem med prostornino in maso**

Z izjemo živil, ki so uvrščena v dela L in M dela II Priloge I k Izvedbeni uredbi (EU) 2023/2782, se lahko v primeru vzorčenja živil z veliko prostornino v primerjavi z njihovo maso (tj. prostornina (dm^3)/masa (kg) > 5) zahteve glede mase nadomestijo z zahtevo po enakovredni prostornini (tj. 1 kg se nadomesti z 1 dm^3).

DEL II

METODE VZORČENJA

Uporabljajo se metode vzorčenja iz dela II Priloge I k Izvedbeni uredbi Komisije (EU) 2023/2782.

Vendar se za vzorčenje krompirja in proizvodov iz krompirja (glikoalkaloidi) ter medu (pirolizidinski alkaloidi) uporablja del B Priloge k Uredbi (ES) št. 333/2007.

PRILOGA II

MERILA ZA PRIPRAVO VZORCEV IN ZA ANALIZNE METODE ZA NADZOR VSEBNOSTI RASTLINSKIH TOKSINOV V ŽIVILIH

1. UVOD Previdnostni ukrepi

Ker je porazdelitev rastlinskih toksinov na splošno nehomogena, se vzorci pripravijo, in zlasti homogenizirajo, izredno pazljivo.

Popoln vzorec, ki prispe v laboratorij, se homogenizira, če homogenizacijo opravi laboratorij.

2. OBDELAVA VZORCA, KI PRISPE V LABORATORIJ

Vsak laboratorijski vzorec se temeljito premeša s postopkom, po potrebi vključno s finim mletjem, za katerega je bilo dokazano, da doseže popolno homogenizacijo.

Če mejna vrednost velja za suho snov, se določi vsebnost suhe snovi proizvoda na delu homogeniziranega vzorca, pri tem se uporabi metoda, s katero se dokazano ugotovi natančna vsebnost suhe snovi.

3. PARALELNI VZORCI

Paralelni vzorci za uradni nadzor, dopolnilno izvedensko mnenje in referenčne namene se odvzamejo iz homogeniziranega materiala, razen če je ta postopek v nasprotju s pravili držav članic o pravicah nosilca živilske dejavnosti.

4. ANALIZNA METODA, KI JO UPORABLJA LABORATORIJ, IN ZAHTEVE LABORATORIJSKEGA NADZORA

4.1 **Splošne zahteve**

Potrditvene analizne metode, uporabljene za nadzor živil, so v skladu z določbami iz točk 1 in 2 Priloge III k Uredbi (EU) 2017/625.

Kadar je to mogoče, je treba pravilnost metode preverjati z analizo certificiranega referenčnega materiala in/ali uspešnim sodelovanjem pri rednih preskusih usposobljenosti.

4.2 **Posebne zahteve**

4.2.1 *Posebne zahteve za potrditvene metode*

4.2.1.1 Izvedbena merila

Za potrditvene metode se uporabljajo naslednja izvedbena merila:

Izkoristek: povprečni izkoristek naj bi bil med 70 % in 120 %.

Povprečni izkoristek je povprečna vrednost paralelk, pridobljenih med validacijo pri določanju parametrov natančnosti RSDr in $RSDw_R$. Merilo se uporablja za vse koncentracije in vse posamične toksine.

V izjemnih primerih so povprečni izkoristki zunaj zgornjega razpona lahko sprejemljivi, vendar morajo biti 50 %–130 % in le, če so izpolnjena merila natančnosti za RSDr in $RSDw_R$.

Natančnost

RSDrje ≤ 20 %.

RSDwR je ≤ 20 %.

RSDRbi moral biti ≤ 25 %.

Ta merila se uporabljajo za vse koncentracije.

Če laboratorij zagotovi dokaze, da je izpolnjeno merilo RSDwR, ni potrebe po zagotovitvi dokazov za merilo RSDr, saj skladnost z RSDwR zagotavlja skladnost z merilom RSDr.

Če se mejna vrednost uporablja za vsoto toksinov, se merila za natančnost uporabljajo tako za vsoto kot za posamične toksine.

Meja določljivosti

Kadar je v spodnji tabeli 1 določena posebna zahteva za mejo določljivosti rastlinskega toksina, je meja določljivosti metode enaka ali nižja od te vrednosti.

Tabela 1

Zahteve glede meje določljivosti za nekatere rastlinske toksine

Rastlinski toksin	Opombe	Živilo	Zahteva glede meje določljivosti (µg/kg) ali (µg/l)
Pirolizidinski alkaloidi	Zahteva glede meje določljivosti za posamične pirolizidinske alkaloide	Sušeni proizvod	≤ 10
		Tekoči proizvod	≤ 0,15
Tropanski alkaloidi	Zahteva glede meje določljivosti za atropin oziroma skopolamin	Žitne kašice za dojenčke in majhne otroke	≤ 1
		Žita in žitni proizvodi	
		Zeliščni poparki (sušeni proizvod)	≤ 2
		Zeliščni poparki (tekoči)	≤ 5
			≤ 0,05
Opijevi alkaloidi	Zahteva glede meje določljivosti za morfin oziroma kodein	Pekovski izdelki	≤ 500

V vseh drugih primerih se uporablja naslednje:

meja določljivosti (LOQ) je ≤ 0,5*ML in bi morala biti po možnosti nižja (≤ 0,2*ML).

Če se mejna vrednost uporablja za vsoto toksinov, je meja določljivosti posamičnih toksinov ≤ 0,5*ML/n, pri čemer je n število toksinov, vključenih v opredelitev ML.

Identifikacija

Za identifikacijo se uporabljajo merila iz smernic za identifikacijo mikotoksinov in rastlinskih toksinov v živilih in krmi ([1]).

4.2.1.2 Razširitev področja uporabe metode

4.2.1.2.1 Razširitev področja uporabe na druge rastlinske toksine:

Ko se v področje uporabe obstoječe potrditvene metode dodajo dodatni analiti, je potrebna popolna validacija, s katero se dokaže ustreznost metode.

4.2.1.2.2 Razširitev na druge proizvode:

Če je znano ali pričakovano, da je potrditvena metoda uporabna za druge proizvode, je treba preveriti njeno veljavnost za te druge proizvode. Če nov proizvod spada v skupino proizvodov (glej tabelo 2 v tej Prilogi), za katero je že bila izvedena začetna validacija, zadostuje omejena dodatna validacija.

4.2.2 *Posebne zahteve za delno kvantitativne presejalne metode*

4.2.2.1 Področje uporabe

Ta del se nanaša na bioanalizne metode, ki temeljijo na imunološkem prepoznavanju ali vezavi na receptorje (kot so ELISA, testni lističi, naprave za lateralni vlek, imunosenzorji) in fizikalno-kemijske metode, ki temeljijo na kromatografiji ali neposrednem zaznavanju z masno spektrometrijo (npr. ambientalna masna spektrometrija). Druge metode (npr. tankoplastna kromatografija) niso izključene, če se ustvarjeni signali neposredno nanašajo na izbrane rastlinske toksine in omogočajo uporabo načela, opisanega v nadaljevanju.

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

Za metode, pri katerih je rezultat meritev numerična vrednost, na primer (relativni) odziv testnega lističa, signal tekočinske kromatografije z masnim spektrometrom itd., se uporabljajo posebne zahteve in običajna statistika.

Zahteve se ne uporabljajo za metode, katerih rezultati niso numerične vrednosti (npr. samo prisotnost oziroma odsotnost črte), za katere so potrebni drugačni pristopi validacije. Posebne zahteve za te metode so navedene v točki 4.2.3.

Ta dokument opisuje postopke za validacijo presejalnih metod z medlaboratorijsko validacijo, preverjanje učinkovitosti metode, validirane z medlaboratorijsko dejavnostjo, in validacijo presejalne metode v posamičnem laboratoriju.

4.2.2.2 Postopek validacije

Namen validacije je dokazati, da je presejalna metoda ustrezna namenu. Izvede se z določitvijo izločilne vrednosti in določitvijo stopnje lažno negativnih in lažno sumljivih vzorcev. Ta dva parametra zajemata značilnosti učinkovitosti, kot so določitvena sposobnost, selektivnost in natančnost.

Presejalne metode se lahko validirajo z medlaboratorijsko validacijo ali validacijo posamičnega laboratorija. Če so za določeno kombinacijo rastlinskega toksina/matriksa/ciljne koncentracije pri presejanju (STC) podatki o medlaboratorijski validaciji že na voljo, zadostuje preverjanje učinkovitosti metode v laboratoriju, ki jo izvaja.

4.2.2.2.1 Začetna validacija z validacijo posamičnega laboratorija

Rastlinski toksini

Validacija se izvede za vsak posamični rastlinski toksin v okviru področja uporabe. Pri bioanaliznih metodah, katerih rezultat za določeno skupino rastlinskih toksinov je kombinirani odziv (npr. pirolizidinski alkaloidi), se dokaže uporabnost in navedejo omejitve navedenega preskusa v okviru področja uporabe metode. Neželena navzkrižna reaktivnost ne pomeni povečanja stopnje lažno negativnih vzorcev ciljnih rastlinskih toksinov, lahko pa poveča stopnjo lažno sumljivih vzorcev. To neželeno povečanje je zmanjšano s potrditveno analizo za nedvoumno identifikacijo in kvantifikacijo rastlinskih toksinov.

Matriksi

Začetna validacija se izvede za vsak proizvod oz. za vsako skupino proizvodov, če je znano, da se metoda lahko uporabi za več proizvodov. V slednjem primeru se iz navedene skupine izbere en reprezentativen in ustrezen proizvod (glej tabelo 2).

Niz vzorcev

Za validacijo je potrebnih najmanj 20 homogenih negativnih kontrolnih vzorcev in 20 homogenih pozitivnih kontrolnih vzorcev, ki vsebujejo rastlinski toksin v ciljni koncentraciji pri presejanju, analiziranih pod pogoji interne laboratorijske obnovljivosti ($RSDw_R$), razporejenih na 5 različnih dni. K validacijskemu nizu se lahko dodajo dodatni nizi 20 vzorcev, ki vsebujejo druge vsebnosti rastlinskega toksina, da se pridobi vpogled v obseg, do katerega se lahko z metodo razlikuje med posamičnimi koncentracijami rastlinskih toksinov.

Koncentracija

Validacijo je treba izvesti za vsako ciljno koncentracijo pri presejanju, ki se bo rutinsko uporabljala.

4.2.2.2.2 Začetna validacija z medlaboratorijskim preskušanjem

Validacija z medlaboratorijskim preskušanjem se izvaja v skladu s standardom ISO 5725:1994 ali Mednarodnim usklajenim protokolom IUPAC ali drugim mednarodno priznanim protokolom o medlaboratorijskem preskušanju, ki zahteva vključitev veljavnih podatkov iz vsaj osmih različnih laboratorijev. Edina druga razlika v primerjavi z validacijami posamičnih laboratorijev je v tem, da se lahko ≥ 20 vzorcev na proizvod/vrednost enakomerno razporedi med udeležene laboratorije, vendar najmanj dva vzorca na laboratorij.

4.2.2.3 Določitev izločilne vrednosti in stopnje lažno sumljivih rezultatov praznih vzorcev

(Relativni) odzivi za negativne kontrolne in pozitivne kontrolne vzorce se upoštevajo kot podlaga za izračun zahtevanih parametrov.

Presejalne metode, katerih odziv je sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina

Za presejalne metode, katerih odziv je sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina, se uporablja naslednje:

$$izločilna\ vrednost = R_{STC} - t\text{-}vrednost_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = povprečni odziv pozitivnih kontrolnih vzorcev (pri ciljni koncentraciji pri presejanju)

t-vrednost: enostranska t-vrednost za 5-odstotno stopnjo lažno negativnih rezultatov (glej tabelo 3)

SD_{STC} = standardno odstopanje

Presejalne metode, katerih odziv je obratno sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina

Podobno se za presejalne metode, katerih odziv je obratno sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina, izločilna vrednost določi kot:

$$izločilna\ vrednost = R_{STC} + t\text{-}vrednost_{0,05} * SD_{STC}$$

Z uporabo te določene t-vrednosti za opredelitev izločilne vrednosti se privzeto določi 5-odstotna stopnja lažno negativnih rezultatov.

Ocena ustreznosti namenu

Rezultati negativnih kontrolnih vzorcev se uporabijo za oceno ustrezne stopnje lažno sumljivih rezultatov. T-vrednost se izračuna v skladu z dogodkom, da je rezultat negativnega kontrolnega vzorca nad izločilno vrednostjo, zaradi česar se napačno opredeli kot sumljiv.

t-vrednost = $(izločilna\ vrednost - povprečje_{prazen})/SD_{prazen}$

za presejalne metode, katerih odziv je sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina

ali

t-vrednost = $(povprečje_{prazen} - izločilna\ vrednost)/SD_{prazen}$

za presejalne metode, katerih odziv je obratno sorazmeren s koncentracijo rastlinskega toksina

Iz pridobljene t-vrednosti se na osnovi prostostnih stopenj, izračunanih iz števila poskusov, lahko izračuna verjetnost lažno sumljivih vzorcev za enostransko porazdelitev (npr. funkcija razpredelnice „TDIST“), ali pa se vzame iz tabele za t-porazdelitev (glej tabelo 3).

Ustrezna vrednost enostranske t-porazdelitve določa stopnjo lažno sumljivih rezultatov.

Ta koncept je podrobno opisan v primeru v Analizni in bioanalizni kemiji DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4 Razširitev področja uporabe metode

4.2.2.4.1 Razširitev področja uporabe na druge rastlinske toksine:

Ko se v področje uporabe obstoječe presejalne metode dodajo novi rastlinski toksini, je potrebna popolna validacija, s katero se dokaže ustreznost metode.

4.2.2.4.2 Razširitev na druge proizvode:

Če je znano ali pričakovano, da je presejalna metoda uporabna za druge proizvode, je treba preveriti njeno veljavnost za te druge proizvode. Če nov proizvod spada v skupino proizvodov (glej tabelo 2 v tej Prilogi), za katero je že bila izvedena začetna validacija, zadostuje omejena dodatna validacija. To se izvede z analizo najmanj 10 homogenih negativnih kontrolnih in 10 homogenih pozitivnih kontrolnih (pri ciljni koncentraciji pri presejanju) vzorcev pod pogoji interne laboratorijske obnovljivosti. Pozitivni kontrolni vzorci morajo biti nad izločilno vrednostjo. Če to merilo ni izpolnjeno, je potrebna popolna validacija.

4.2.2.5 Preverjanje metod, ki so že bile validirane z medlaboratorijskim preskušanjem

Za presejalne metode, ki so že bile uspešno validirane z medlaboratorijskim preskušanjem, se preveri učinkovitost metod. To se izvede z analizo najmanj 6 negativnih kontrolnih in 6 pozitivnih kontrolnih (pri ciljni koncentraciji pri presejanju) vzorcev. Pozitivni kontrolni vzorci morajo biti nad izločilno vrednostjo. Če to merilo ni izpolnjeno, mora laboratorij izvesti analizo izvornega vzroka, s katero ugotovi, kaj preprečuje skladnost s specifikacijo, pridobljeno v medlaboratorijskem preskušanju. Šele po izvedbi popravnega ukrepa ponovno preveri učinkovitost metode v svojem laboratoriju. Če laboratorij ne more zagotoviti rezultatov medlaboratorijskega preskušanja, mora s popolno validacijo posamičnega laboratorija določiti svojo lastno izločilno vrednost.

4.2.2.6 Stalno preverjanje metod/tekoča validacija metod

Po začetni validaciji se pridobijo dodatni validacijski podatki z vključitvijo vsaj dveh pozitivnih kontrolnih vzorcev v vsako serijo presejanih vzorcev. En pozitivni kontrolni vzorec je znan vzorec (ki je bil npr. uporabljen med začetno validacijo), drugi pa je različen proizvod iz iste skupine proizvodov (če se analizira samo en proizvod, se namesto tega uporabi drugačen vzorec tega proizvoda). Vključitev negativnega kontrolnega vzorca ni obvezna. Rezultati, pridobljeni za navedena pozitivna kontrolna vzorca, se dodajo v obstoječi validacijski niz.

Vsaj enkrat na leto se ponovno določi izločilna vrednost in ponovno oceni veljavnost metode (ponovna ocena razpoložljivih podatkov za oceno/nadzor kakovosti, pridobljenih v zadnjem letu). Stalno preverjanje metode ima več namenov, vključno z:

— nadzorom kakovosti serije presejanih vzorcev,

— zagotavljanjem informacij o robustnosti metode pod pogoji v laboratoriju, ki uporablja metodo,

— utemeljitvijo uporabnosti metode za različne proizvode,

— omogočanjem prilagajanja izločilne vrednosti v primeru postopnih zdrsov skozi čas.

4.2.2.7 Validacijsko poročilo

Validacijsko poročilo zajema:

— izjavo o ciljni koncentraciji pri presejanju,

— izjavo o opredeljeni izločilni vrednosti.

Opomba: Izločilna vrednost mora imeti isto število pomembnih številk kot ciljna koncentracija pri presejanju. V numeričnih vrednostih, ki se uporabljajo za izračun izločilne vrednosti, je potrebna vsaj ena pomembna številka več kot pri ciljni koncentraciji pri presejanju.

— izjavo o izračunani stopnji lažno sumljivih vzorcev,

— izjavo o načinu ustvarjanja stopnje lažno sumljivih vzorcev.

Opomba: Izjava o izračunani stopnji lažno sumljivih vzorcev kaže, ali metoda ustreza namenu, saj kaže število praznih (ali nizko onesnaženih) vzorcev, ki bodo predmet preverjanja.

Tabela 2

Skupine proizvodov za validacijo potrditvenih in presejalnih metod

Skupine proizvodov	Kategorije proizvodov	Tipični reprezentativni proizvodi, vključeni v kategorijo
Visoka vsebnost vode	Pijače Sadje in zelenjava Žitne ali sadne kaše Sveža kuharska zelišča	Zeliščni poparki (tekoči), listi boreča, krompir, kaše, namenjene dojenčkom in majhnim otrokom
Visoka vsebnost olja	Lupinarji Oljna semena in proizvodi iz njih Oljni sadeži in proizvodi iz njih	Mandeljni, marelična jedrca, oljna ogrščica, bombaževo seme, laneno seme, semena volčjega boba, makovo seme, konopljino seme itd. Olja in paste
Visoka vsebnost škroba in/ali beljakovin ter nizka vsebnost vode in maščobe	Žitno zrnje in proizvodi iz njega Dietetični proizvodi	Koruza, ajda, proso, sirek, maniokova moka, proizvodi iz krompirja Kruh, pekovski izdelki, krekerji, žitni kosmiči za zajtrk, testenine Posušeni prah za pripravo živil za dojenčke in majhne otroke
Visoka vsebnost kisline in visoka vsebnost vode (*)	Proizvodi iz agrumov	
„Težavni ali edinstveni proizvodi“ (**)		Cvetni prah in proizvodi iz cvetnega prahu, prehranska dopolnila, zeliščni poparki (sušeni proizvod), čaj (sušeni proizvod) Začimbe, sladki koren
Visoka vsebnost sladkorja in nizka vsebnost vode	Suho sadje	Fige, rozine, korinte, sultanine, med
Mleko in mlečni proizvodi	Mleko Sir Mlečni proizvodi (npr. mleko v prahu)	Kravje, kozje in bivolje mleko Kravji, kozji sir Jogurt, smetana

(*) Če se v koraku ekstrakcije uporabi pufer za stabilizacijo sprememb pH, se ta skupina proizvodov lahko združi v eno skupino proizvodov „Visoka vsebnost vode“.

(**) „Težavni ali edinstveni proizvodi“ se morajo popolnoma validirati le, če se pogosto analizirajo. Če se analizirajo le občasno, se lahko validacija zmanjša zgolj na preverjanje ravni poročanja z uporabo cepljenih praznih ekstraktov.

Tabela 3

Enostranska t-vrednost za 5-odstotno stopnjo lažno negativnih vzorcev

Prostostne stopnje	Število paralelk	t-vrednost (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 *Zahteve za kvalitativne presejalne metode (metode, katerih rezultati niso numerične vrednosti)*

Razvoj validacijskih smernic za metode binarnih preskusov trenutno izvajajo razni organi za standardizacijo (npr. AOAC, ISO). AOAC je pripravil smernice za validacijo metod binarnih preskusov. Ta dokument se lahko upošteva kot trenutno stanje tehničnega razvoja na področju validacije metod binarnih preskusov. Zato bi se morale metode, katerih rezultati so binarni (npr. vizualni pregled preskusov s testnim lističem), validirati v skladu z mednarodnimi smernicami AOAC za validacijo kvalitativnih binarnih kemijskih metod (AOAC International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods) ([2]).

Vendar se lahko uporabijo druge priznane validacijske smernice, kot je pristop iz standarda ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 smernic za validacijo kvalitativnih presejalnih metod za odkrivanje ostankov veterinarskih zdravil v mleku in mlečnih proizvodih.

4.3 **Ocena merilne negotovosti, izračun izkoristka in poročanje rezultatov** ([3])

4.3.1 *Potrditvene metode*

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

([3]) Več podrobnosti o postopkih za oceno merilne negotovosti in postopkih za ocenjevanje izkoristka je v „Poročilu o razmerju med rezultati analize, merilno negotovostjo, faktorji izkoristka in določbami zakonodaje EU o hrani in krmi“ https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

O rezultatih analize se poroča na naslednji način:

(a) Kadar je to primerno in ustrezno, se navede popravek zaradi izkoristka in kdaj je bil ta popravek opravljen. Stopnjo izkoristka je treba navesti, razen če je dejanski popravek zaradi odstopanja del postopka. Popravka za izkoristek ni treba uporabiti, če je stopnja izkoristka med 90 %–110 %.

(b) Kot x +/– U, pri čemer je x rezultat analize in U razširjena analizna merilna negotovost, ob uporabi faktorja za zajetje 2, zaradi katerega je stopnja zanesljivosti približno 95-odstotna.

Možna je privzeta razširjena 50-odstotna merilna negotovost, samo če laboratorij izpolnjuje vse zahteve glede natančnosti iz točke 4.2. Posamični laboratorij lahko to dokaže z izpolnjevanjem meril za ponovljivost (RSD_r) in interno laboratorijsko obnovljivost (RSD_{wR}), kar se dopolni z uspešno udeležbo v programih preskušanja usposobljenosti (razen če ni na voljo ustreznega programa preskušanja usposobljenosti), ker povprečni z-rezultat $|z| \leq 2$ dokazuje, da je dosežena zahtevana obnovljivost (RSD_R) (na podlagi ciljnega standardnega 25-odstotnega odstopanja).

Če je bila določena mejna vrednost za vsoto toksinov, se navedejo rezultati analize vseh posamičnih toksinov.

Po potrebi se pred seštevanjem koncentracij opravi popravek z izkoristkom za vsakega od posamičnih toksinov.

Za preverjanje skladnosti z vsoto mejnih vrednosti se uporabi pristop na spodnji meji, kar pomeni, da se rezultati za posamične toksine, ki so < meje določljivosti, za izračun vsote nadomestijo z ničlo.

Ta pravila o razlagi rezultata analize glede na sprejemljivost ali zavrnitev lota se nanašajo na rezultate analize, pridobljene za vzorec za uradni nadzor. Pri analizi za dopolnilno izvedensko mnenje ali arbitražo se uporabljajo nacionalna pravila. Zlasti, če:

rezultat analize vzorca za uradni nadzor kaže neskladnost onstran razumnega dvoma, ob upoštevanju razširjene merilne negotovosti in

rezultat analize vzorca za dopolnilno izvedensko mnenje kaže na neskladnost, vendar ne onstran razumnega dvoma, z večjo razširjeno merilno negotovostjo kot pri uradnem nadzoru,

potem rezultat analize vzorca za dopolnilno izvedensko mnenje ne more nadomestiti neskladnosti, ugotovljene za vzorec za uradni nadzor.

4.3.2 *Presejalne metode*

Rezultat presejanja se navede kot skladen ali s sumom na neskladnost.

„S sumom na neskladnost“ pomeni, da vzorec presega izločilno vrednost in lahko vsebuje rastlinski toksin, katerega raven je višja od ciljne koncentracije pri presejanju. Vsak sumljivi rezultat sproži potrditveno analizo za nedvoumno identifikacijo in kvantifikacijo rastlinskega toksina.

„Skladen“ pomeni, da je vsebnost rastlinskega toksina v vzorcu s 95-odstotno stopnjo zanesljivosti < ciljne koncentracije pri presejanju (to pomeni, da obstaja 5-odstotna verjetnost, da se vzorci nepravilno sporočijo kot negativni). Rezultat analize se sporoči kot „< raven ciljne koncentracije pri presejanju“ pri določeni ravni ciljne koncentracije pri presejanju.

4.4 **Standardi kakovosti za laboratorije**

Laboratorij izpolnjuje določbe iz člena 37(4) in (5) Uredbe (EU) 2017/625.