

**FRAMKVÆMDARREGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR
(ESB) 2023/2783****2024/EES/34/54****frá 14. desember 2023****um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna eftirlits með innihaldi plöntueiturs í matvælum
og um niðurfellingu á reglugerð (ESB) 2015/705 (*)**

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUSAMBANDSINS HEFUR,

með hliðsjón af sáttmálanum um starfshætti Evrópusambandsins,

með hliðsjón af reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (ESB) 2017/625 frá 15. mars 2017 um opinbert eftirlit og aðra opinbera starfsemi sem miðar að því að tryggja að lögum um matvæli og fôður og reglum um heilbrigði og velferð dýra, plöntuheilbrigði og plöntuverndarvörur sé beitt og um breytingu á reglugerðum Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 999/2001, (EB) nr. 396/2005, (EB) nr. 1069/2009, (EB) nr. 1107/2009, (ESB) nr. 1151/2012, (ESB) nr. 652/2014, (ESB) 2016/429 og (ESB) 2016/2031, reglugerðum ráðsins (EB) nr. 1/2005 og (EB) nr. 1099/2009 og tilskipunum ráðsins 98/58/EB, 1999/74/EB, 2007/43/EB, 2008/119/EB og 2008/120/EB og um niðurfellingu á reglugerðum Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 854/2004 og (EB) nr. 882/2004, tilskipunum ráðsins 89/608/EBE, 89/662/EBE, 90/425/EBE, 91/496/EBE, 96/23/EB, 96/93/EB og 97/78/EB og ákvörðun ráðsins 92/438/EBE (reglugerð um opinbert eftirlit) ⁽¹⁾, einkum 6. mgr. 34. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Með reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/915 ⁽²⁾ voru fastsett hámarksgildi fyrir tiltekin plöntueitur í matvælum.
- 2) Sýnataka gegnir mikilvægu hlutverki við nákvæmni ákvörðunar á innihaldi plöntueiturs í tiltekinni framleiðslueiningu þar eð dreifing plöntueiturs innan framleiðslueiningar getur verið misleit. Því er rétt að fastsetja sýnatökuaðferðir við opinbert eftirlit með innihaldi plöntueiturs í matvælum.
- 3) Í framkvæmdarreglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/2782 ⁽³⁾ er mælt fyrir um aðferðir við sýnatöku sem skal nota vegna opinbers eftirlits með innihaldi sveppaeiturs í matvælum. Þar eð dreifing bæði plöntueiturs og sveppaeiturs er misleit innan framleiðslueininga þykir rétt að beita þessum aðferðum við sýnatöku einnig að því er varðar plöntueitur.
- 4) Unnt er að framkvæma opinbert eftirlit með matvælum sem engin tiltekin hámarksgildi fyrir plöntueitur hafa verið fastsett fyrir og sem engar sérstakar sýnatökuaðferðir hafa verið fastsettar fyrir. Því er rétt að kveða á um viðmiðanir til að ákvarða hvaða sýnatökuaðferð skuli beita í slíkum tilvikum.
- 5) Einnig er nauðsynlegt að setja fram almennar nothæfisviðmiðanir sem greiningaraðferðin ætti að samræmast til að tryggja að rannsóknarstofur sem annast eftirlit noti greiningaraðferðir sem eru svipaðar að því er varðar áreiðanleika. Þar eð tilvísunarrannsóknarstofa Evrópusambandsins fyrir rannsóknir á sveppaeitri og plöntueitri hefur ákvarðað nothæfisviðmiðanir vegna greininga á plöntueitri í matvælum á grundvelli bestu fyrirliggjandi vísindaupplýsinga þykir rétt að mæla fyrir um þessar viðmiðanir í þessari reglugerð.

(*) Þessi ESB-gerð birtist í Stjtið. ESB L, 2023/2783, 15.12.2023. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 55/2024 frá 15. mars 2024 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn (bíður birtingar).

(1) Stjtið. ESB L 95, 7.4.2017, bls. 1.

(2) Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/915 frá 25. apríl 2023 um hámarksgildi fyrir tiltekin aðskotaefni í matvælum og um niðurfellingu á reglugerð (EB) nr. 1881/2006 (Stjtið. ESB L 119, 5.5.2023, bls. 103).

(3) Framkvæmdareglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/2782 frá 14. desember 2023 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna eftirlits með innihaldi sveppaeiturs í matvælum og um niðurfellingu á reglugerð (EB) nr. 401/2006 (Stjtið. ESB L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- 6) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2015/705 ⁽⁴⁾ er mælt fyrir um aðferðir við sýnatöku og nothæfisviðmiðanir fyrir greiningaraðferðir vegna opinbers eftirlits með magni erúkasýru í matvælum. Þar eð aðferðir við sýnatöku og nothæfisviðmiðanir vegna greininga sem mælt er fyrir um í þessari reglugerð eru einnig fullnægjandi til að hafa eftirlit með plöntueitrinu erúkasýru í matvælum þykir rétt, til einföldunar, að fella reglugerð (ESB) 2015/705 úr gildi.
- 7) Nauðsynlegt er að veita rannsóknarstofunum sem annast eftirlit nægan tíma til að uppfylla nýju kröfurnar sem eru innleiddar með þessari reglugerð. Því þykir rétt að kveða á um hæfilegan frest þar til þessi reglugerð tekur gildi.
- 8) Til að tryggja samfelldni í framkvæmd opinbers eftirlits og annarrar eftirlitsstarfsemi varðandi hámarksgildi plöntueiturs og til að nægur tími gefist til að endurfullgilda greiningaraðferðirnar þykir rétt að kveða á um að greiningaraðferðir, sem hafa verið fullgiltar fyrir þann dag sem þessi reglugerð kemur til framkvæmda, geti verið áfram í notkun á skilgreindu tímabili.
- 9) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um plöntur, dýr, matvæli og fôður.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

Í þessari reglugerð gilda skilgreiningarnar sem settar eru fram í 1. gr. framkvæmdarreglugerðar framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/2782.

2. gr.

- 1) Sýnataka við eftirlit með innihaldi plöntueiturs í matvælum skal fara fram í samræmi við aðferðirnar sem settar eru fram í I. viðauka.
- 2) Ef um er að ræða matvæli sem ekki er hægt að flokka í matvælaflokk sem sýnatökuaðferð hefur verið fastsett fyrir í I. viðauka skal ákvarða sýnatökuaðferðina með hliðsjón af kornastærð viðkomandi matvæla eða hversu lík matvælin eru vöru sem hægt er að flokka í einn af matvælaflokkunum í I. viðauka.
- 3) Ef um er að ræða matvæli sem ekki er hægt að flokka í neinn þeirra matvælaflokka sem eru tilgreindir í I. viðauka og að því tilskildu að sannanir séu fyrir því að dreifing plöntueitursins sé einsleit í slíkum matvælum skal taka sýni úr matvælu með því að nota sýnatökuaðferðina sem mælt er fyrir um í B-hluta viðaukans við reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 333/2007 ⁽⁵⁾.

3. gr.

Undirbúningur sýna og greiningaraðferðir sem eru notaðar við eftirlit með innihaldi plöntueiturs í matvælum skulu vera í samræmi við viðmiðanirnar sem eru settar fram í II. viðauka.

4. gr.

Reglugerð (ESB) 2015/705 er hér með felld úr gildi. Lita ber á tilvísanir í niðurfelldu reglugerðina sem tilvísanir í þessa framkvæmdarreglugerð.

⁽⁴⁾ Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2015/705 frá 30. apríl 2015 um aðferðir við sýnatöku og nothæfisviðmiðanir fyrir greiningaraðferðir vegna opinbers eftirlits með magni erúkasýru í matvælum og um niðurfellingu tilskipunar framkvæmdastjórnarinnar 80/891/EBE (Stjtið. ESB L 113, 1.5.2015, bls. 29).

⁽⁵⁾ Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 333/2007 frá 28. mars 2007 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna eftirlits með innihaldi snefilefna og aðskotafna úr vinnslu í matvælum (Stjtið. ESB L 88, 29.3.2007, bls. 29).

5. gr.

Reglugerð þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins*.

Hún kemur til framkvæmda frá og með 1. apríl 2024. Greiningaraðferðir sem hafa verið fullgiltar áður en þessi reglugerð tekur gildi mega þó vera áfram í notkun til 1. júlí 2028 jafnvel þó að þær samræmist ekki öllum sértæku kröfunum sem kveðið er á um í lið 4.2 í II. viðauka við þessa reglugerð.

Reglugerð þessi er bindandi í heild sinni og gildir í öllum aðildarríkjunum án frekari lögfestingar.

Gjört í Brussel 14. desember 2023.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Ursula VON DER LEYEN

forseti.

I. VIÐAUKI

Sýnatökuaðferðir við eftirlit með innihaldi plöntueiturs í matvælum

I. HLUTI

ALMENN ÁKVÆÐI

A.1. Almenn ákvæði

A.1.1. Starfsfólk

Aðili sem lögbært yfirvald aðildarríkis hefur tilnefnt í því skyni skal annast sýnatöku.

A.1.2. Efni til sýnatöku

Taka skal sýni úr hverri framleiðslueiningu sem á að rannsaka. Ef um stórar framleiðslueiningar er að ræða skal, samkvæmt sértækum ákvæðum um sýnatöku á mismunandi plöntueitri, skipta þeim í framleiðsluhluta og skal taka sýni úr hverjum þeirra fyrir sig.

A.1.3. Varúðarráðstafanir

Gera skal ráðstafanir þegar sýni eru tekin og undirbúin til þess að koma í veg fyrir breytingar sem myndu hafa:

- áhrif á innihald plöntueiturs, skekkja niðurstöður greiningarinnar eða gera safnsýnin ódæmigerð,
- áhrif á öryggi matvælna í þeim framleiðslueiningum sem á að taka sýni úr.

Að auki skulu gerðar allar nauðsynlegar ráðstafanir til að tryggja öryggi þeirra einstaklinga sem taka sýnin.

A.1.4. Hlutasýni

Hlutasýni skulu, eftir því sem kostur er, tekin sem víðast úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum. Sé þessari aðferð ekki fylgt verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið A.1.8 í þessum viðauka.

A.1.5. Undirbúningur safnsýnis

Safnsýnið skal myndað með því að sameina hlutasýnin.

A.1.6. Samhliða sýni

Taka skal samhliða sýni úr einsleitu safnsýni, vegna fullnustu ákvæða, vegna ágreinings eða vegna úrskurðarmála, svo fremi að það stangist ekki á við reglur aðildarríkjanna að því er varðar réttindi stjórnanda matvælafyrirtækisins.

A.1.7. Pökkun og flutningur á sýnum

Hvert sýni skal sett í hreint, hvarftregt ílát sem ver þáð nægilega gegn mengun og gegn skemmdum í flutningi. Gera skal allar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir breytingu á samsetningu sýnisins sem gæti átt sér stað við flutning eða geymslu.

A.1.8. Innsíglun og merking sýna

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsíglað á sýnatökustað og auðkennt samkvæmt reglum aðildarríkisins.

Halda skal skrá yfir hverja sýnatöku þannig að hver framleiðslueining verði ótvírætt samgreinanleg og tilgreina skal dagsetningu og sýnatökustað ásamt öðrum viðbótarupplýsingum sem gætu komið greinandanum að notum.

A.2. Mismunandi gerðir framleiðslueininga

Hægt er að selja matvæli í lausu, í ílátum eða einstökum pakkningum, s.s. sekkjum, pokum eða smásölupakkningum/einstökum pakkningum. Hægt er að nota sýnatökuaðferðina fyrir vörur sem eru settar á markað í lausu, í ílátum eða einstökum pakkningum, s.s. sekkjum, pokum eða smásölupakkningum/einstökum pakkningum eða í annars konar formi.

Með fyrirvara um þau sértæku ákvæði um sýnatöku sem mælt er fyrir um í öðrum hlutum þessa viðauka skal nota eftirfarandi formúlu til leiðbeiningar við útreikning á tíðni sýnatöku úr framleiðslueiningum sem eru settar á markað í einstökum pakkningum, s.s. sekkjum, pokum, smásölupakkningum/einstökum pakkningum.

$$\text{Sýnatökutíðni (SF) } n = \frac{\text{Þyngd framleiðslueiningar} \times \text{Þyngd hlutasýnis}}{\text{Þyngd safnsýnis} \times \text{Þyngd einstakrar pakkningar}}$$

— þyngd: í kg

— tíðni sýnatöku (SF): n-ta hver einstök pakkning sem taka skal hlutasýni úr (námunda ætti tugabrot að næstu heilu tölu).

A.3. Sýnataka úr vörum með hátt hlutfall milli rúmmáls og þyngdar

Að undanskildum matvörum sem falla undir L- og M-hluta í II. hluta I. viðauka við framkvæmdarreglugerð (ESB) 2023/2782, ef um er að ræða sýnatöku úr matvörum með mikið rúmmál í samanburði við þyngd þeirra (þ.e. rúmmál (dm³)/þyngd (kg) > 5) er hægt að skipta þyngdarkröfunum út fyrir jafngilda rúmmálskröfu (þ.e. í stað 1 kg kemur 1 dm³).

II. HLUTI**AÐFERÐIR VIÐ SÝNATÖKU**

Nota skal sýnatökuaðferðirnar sem eru fastsettar í II. hluta I. viðauka við framkvæmdarreglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) 2023/2782.

Þó gildir B-hluti viðaukans við reglugerð (EB) nr. 333/2007 fyrir sýnatöku úr kartöflum og kartöfluaufurðum (glýkóbeiskjuefni) og hunangi (pýrrólísídínbeiskjuefni).

—

II. VIÐAUKI

Viðmiðanir vegna undirbúnings sýna og greiningaraðferða sem eru notaðar við eftirlit með innihaldi plöntueiturs í matvælum

1. INNGANGUR Varúðarráðstafanir

Þar eð dreifing plöntueiturs er yfirleitt ekki einsleit skal undirbúa sýni með mikilli varfærni, einkum þannig að þau verði einsleit.

Ef einsleitniaðgerð fer fram á rannsóknarstofunni skal rannsóknarstofan gera allt sýnið einsleitt, eins og það berst henni.

2. MEÐHÖNDLUN SÝNISINS Á RANNSÓKNARSTOFUNNI

Hverju rannsóknarsýni skal blandað vandlega saman með aðferð, þ.m.t. finmölun ef þörf krefur, sem sýnt hefur verið fram á að tryggji fullkomna einsleitni.

Ef hámarksgildin eiga við um þurrefni skal þurrefnisinnihald vörunnar ákvarðað í hluta sýnis sem hefur verið gert einsleitt með aðferð sem sýnt hefur verið fram á að ákvarði þurrefnisinnihaldið nákvæmlega.

3. SAMHLIÐA SÝNI

Taka skal samhliða sýni úr einsleitum efnivið, vegna fullnustu ákvæða, vegna ágreinings eða vegna úrskurðarmála, svo fremi að það stangist ekki á við reglur aðildarríkjanna að því er varðar réttindi stjórnanda matvælafyrirtækisins.

4. GREININGARAÐFERÐ SEM NOTA SKAL Á RANNSÓKNARSTOFUNNI OG KRÖFUR UM EFTIRLIT Á RANNSÓKNARSTOFU

4.1. Almennar kröfur

Staðfestingargreiningaraðferðir, sem notaðar eru við matvælaeftirlit, skulu samræmast ákvæðum 1. og 2. liðar í III. viðauka við reglugerð (ESB) 2017/625.

Þar sem því verður við komið ætti að sannprófa réttleika aðferðarinnar með greiningu á vottuðu viðmiðunarefni og/eða með árangursríkri þátttöku í hæfnisprófunum með reglulegu millibili.

4.2. Sértaekar kröfur

4.2.1. Sértaekar kröfur fyrir staðfestingaraðferðir

4.2.1.1. Nothæfisviðmiðanir

Fyrir staðfestingaraðferðir gilda eftirfarandi nothæfisviðmiðanir:

Endurheimt: meðalendurheimt ætti að vera á bilinu 70–120%.

Meðalendurheimt er meðalgildi úr samhliða sýnum sem fæst við fullgildingu við ákvörðun á nákvæmnismæliþáttunum RSD_r og RSD_{wr}. Viðmiðunin gildir um alla styrkleika og einstök eiturefni.

Í undantekningartilvikum getur meðalendurheimt utan framangreinds styrkbils verið ásættanleg en skal þó vera á bilinu 50–130% og einungis ef nákvæmnisviðmiðanir fyrir RSD_r og RSD_{wr} eru uppfylltar.

Nákvæmni

RSD_r skal vera ≤ 20%.

RSD_{wr} skal vera ≤ 20%.

RSD_r ætti að vera ≤ 25%.

Þessar viðmiðanir gilda um alla styrkleika.

Ef rannsóknarstofa leggur fram sannanir fyrir því að RSD_{wr}-viðmiðunin sé uppfyllt er engin þörf á að leggja fram þessar sannanir fyrir samræmi við RSD_r-viðmiðunina þar eð samræmi við RSD_{wr} tryggir samræmi við RSD_r-viðmiðunina.

Ef hámarksgildið á við um summu eiturefna gilda viðmiðanirnar um nákvæmni bæði um summuna og einstök eiturefni.

Magngreiningarmörk

Ef sértæk krafa um magngreiningarmörk fyrir plöntueitur hefur verið fastsett í töflu 1 hér á eftir skal vera með magngreiningarmörk fyrir aðferðina sem eru við eða undir þessu gildi.

Tafla 1

Kröfur um magngreiningarmörk fyrir tiltekin plöntueitur

Plöntueitur	Athugasemdir	Matvæli	Krafa um magngreiningarmörk (µg/kg) eða (µg/l)
Pýrrólísíðínbeiskjuefni	Krafa um magngreiningarmörk fyrir einstök pýrrólísíðínbeiskjuefni	Þurrkuð afurð Fljótandi afurð	≤ 10 ≤ 0,15
Trópanbeiskjuefni	Krafa um magngreiningarmörk fyrir atrópín og skópólamín hvort fyrir sig	Unnin matvæli með korn sem uppistöðu fyrir ungbörn og smábörn Korn og kornafurðir Jurtate (þurrkuð vara) Jurtate (í fljótandi formi)	≤ 1 ≤ 2 ≤ 5 ≤ 0,05
Ópíumbeiskjuefni	Krafa um magngreiningarmörk fyrir morfín og kóðín hvort fyrir sig	Brauðvörur	≤ 500

Í öllum öðrum tilvikum gildir eftirfarandi:

Magngreiningarmörk: skulu vera ≤ 0,5*ML og ættu helst að vera lægri (≤ 0,2*ML).

Ef hámarksgildið á við um summu eiturefna skulu magngreiningarmörk fyrir einstök eiturefni vera ≤ 0,5*ML/n þar sem n er fjöldi eiturefna sem falla undir skilgreininguna á ML.

Sanngreining

Við sanngreiningu skal nota viðmiðanirnar sem mælt er fyrir um í leiðbeiningarskjalinu um sanngreiningu á sveppaeitri og plöntueitri í matvælum og föðri ⁽¹⁾.

4.2.1.2. Rýmkun á notkunarviði aðferðarinnar

4.2.1.2.1. Rýmkun á notkunarviði þannig að það nái yfir önnur plöntueitur:

Þegar fleiri greiniefnum er bætt við notkunarvið fyrirleggjandi staðfestingaraðferðar er farið fram á fulla fullgildingu til að sýna fram á hæfi aðferðarinnar.

4.2.1.2.2. Rýmkun fyrir aðrar vörur:

Ef staðfestingaraðferðin er þekkt, eða þess vænst að henni sé hægt að beita á aðrar vörur, skal gildi aðferðarinnar gagnvart þessum vörum sannprófað. Ef ný vara tilheyrir vöruhópi (sjá töflu 2 í þessum viðauka), sem þegar hefur undirgengist fyrstu fullgildingu, er takmörkuð viðbótarfullgilding nægileg.

4.2.2. *Sértækar kröfur varðandi hálfmeginlegar aðferðir til skimunar*

4.2.2.1. Notkunarvið

Þessi liður nær til lífgreiningaraðferða sem byggjast á ónæmiskennslum eða viðtakabindingu (s.s. ELISA-prófun, prófstrímlum, búnaði sem byggir á hliðarflæði, ónæmisnemum) og eðlisefnafræðilegra aðferða sem byggjast á litskiljun eða beinni ákvörðun með massagreiningu (t.d. massagreiningu utan massagreinis. Aðrar aðferðir (t.d. þunnlagsskiljun) eru ekki undanskildar að því gefnu að mælimerkin frá þeim tengist viðkomandi plöntueitri beint og að beita megi þeim meginreglum sem lýst er hér á eftir.

(1) Available at: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf

Sértæku kröfurnar gilda um aðferðir þar sem niðurstöður mælinga gefa tölugildi, t.d. (hlutfallslega) svörun prófstrimla, mælimerki frá vökvaskiljun og massagreiningu o.s.frv., og þar sem venjulegar tölfræðilegar upplýsingar gilda.

Kröfurnar gilda ekki um aðferðir sem gefa ekki tölugildi (t.d. aðeins lína sem er til staðar eða ekki), sem krefjast annars konar nálgunar við fullgildinguna. Sértekar kröfur fyrir þessar aðferðir eru settar fram í lið 4.2.3.

Í þessu skjali er lýsing á aðferðum fyrir fullgildinguna skimunaraðferða með fjölsetra fullgildinguna, sannprófun á nothæfi aðferðar sem er fullgilt með fjölsetra fullgildinguna og sannprófun skimunaraðferða innan einnar rannsóknarstofu.

4.2.2.2. Fullgildingaraðferð

Markmið fullgildingarinnar er að sýna fram á hversu vel skimunaraðferðin henti tilgangi sínum. Þetta er gert með ákvörðun þröskuldsgildis og ákvörðun á hlutfalli falsneikvæðra og falsgrunsamlegra niðurstaðna. Þessar tvær breytur fela í sér nothæfiseiginleika á borð við greiningargetu, valvísí og nákvæmni.

Skimunaraðferðir má fullgilda með fjölsetra fullgildinguna eða fullgildinguna einnar rannsóknarstofu. Ef gögn er varða fjölsetra fullgildinguna liggja fyrir um tiltekna samsetningu plöntueiturs/efniviðar/markstyrks skimunar nægir sannprófun á nothæfi aðferðarinnar á rannsóknarstofu sem nýtir aðferðina.

4.2.2.2.1. Fyrsta fullgilding einnar rannsóknarstofu

Plöntueitur

Fullgilding skal framkvæmd fyrir öll einstök plöntueitur innan notkunarviðsins. Ef um er að ræða lífgreiningaraðferðir sem gefa sameiginlega svörun fyrir tiltekinn hóp plöntueiturs (t.d. pýrrólísídínbeiskjuefni) skal sýna fram á nothæfni og takmarkanir prófunarinnar sem getið er í notkunarviði aðferðarinnar. Ekki er talið að óæskileg vixlsvörun auki hlutfall falsneikvæðra niðurstaðna fyrir markplöntueitrun en getur aukið hlutfall falsgrunsamlegra niðurstaðna. Þessi óæskilega aukning skal minnkuð með staðfestingargreiningu til ótvíræðrar sanngreiningar og magngreiningar á plöntueitrunu.

Efniviðir

Fyrsta fullgilding skal framkvæmd fyrir hverja vöru eða, þegar vitað er að unnt er að nota aðferðina fyrir margar vörur, fyrir hvern vöruhóp. Í seinna tilvikinu er ein dæmigerð og viðeigandi vara valin úr þeim flokki (sjá töflu 2).

Sýnaröð

Lágmarksfjöldi mismunandi sýna sem þörf er á fyrir fullgildinguna er 20 einsleit neikvæð samanburðarsýni og 20 einsleit jákvæð samanburðarsýni sem innihalda plöntueitrið við markstyrk skimunarinnar (STC), greind við skilyrði samkvæmt samanburðarnákvæmni innan rannsóknarstofu (RSD_{WR}), dreift yfir fimm mismunandi daga. Einnig er hægt að bæta viðbótarsettum með 20 sýnum, sem innihalda plöntueitrið í öðrum styrk, við fullgildingarsettið til þess að fá innsýn í það að hve miklu leyti unnt er að greina á milli mismunandi styrkleika plöntueiturs með þessari aðferð.

Samþjöppun

Fyrir hvern markstyrk skimunar sem er reglubundið notaður verður að fara fram fullgilding.

4.2.2.2.2. Fyrsta fullgilding með samstarfsprófunum

Fullgilding með samstarfsprófunum skal fara fram í samræmi við ISO 5725:1994 eða „International Harmonised Protocol“ frá IUPAC eða aðra alþjóðlega viðurkennda aðferðarlýsingu fyrir samstarfsprófanir sem útheimtir að gild gögn frá a.m.k. átta mismunandi rannsóknarstofum séu tekin með. Að öðru leyti er eini munurinn í samanburði við fullgildinguna innan einnar rannsóknarstofu sá að deila má ≥ 20 sýnum fyrir hverja vöru/styrk jafnt niður á rannsóknarstofurnar sem taka þátt, að lágmarki tveimur sýnum á hverja rannsóknarstofu.

4.2.2.3. Ákvörðun á þröskuldsgildi og hlutfall falsgrunsamlegra niðurstaðna blanksýna

(Hlutfallslegar) svaranir fyrir neikvæð samanburðarsýni og jákvæð samanburðarsýni skulu liggja til grundvallar fyrir útreikning á tilskildum mæliþáttum.

Skimunaraðferðir með svörun í réttu hlutfalli við styrk plöntueitursins

Fyrir skimunaraðferðir með svörun í réttu hlutfalli við styrk plöntueitursins gildir eftirfarandi:

$$\text{Þröskuldsgildi} = R_{STC} - t\text{-gildi}_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = meðaltal svörunar jákvæðra samanburðarsýna (við markstyrk skimunar)

t-gildi: einhliða t-gildi fyrir 5% hlutfall falsneikvæðra niðurstaðna (sjá töflu 3)

SD_{STC} = staðalfrávik

Skimunaraðferðir með svörun í öfugu hlutfalli við styrk plöntueitursins

Á svipaðan máta er þröskuldsgildið fyrir skimunaraðferðir með svörun í öfugu hlutfalli við styrk plöntueitursins ákvarðað sem:

$$\text{Þröskuldsgildi} = R_{STC} + t\text{-gildi}_{0,05} * SD_{STC}$$

Með því að nota þetta tilgreinda t-gildi við ákvörðun á þröskuldsgildi er hlutfall falsneikvæðra niðurstaðna sjálfkrafa fastsett við 5%.

Nothæfismat

Niðurstöður úr neikvæðum samanburðarsýnum eru notaðar til að áætla samsvarandi hlutfall falsgrunsamlegra niðurstaðna. Útreikningur á t-gildi miðast við það að niðurstaða úr neikvæðu samanburðarsýni sé yfir þröskuldsgildinu, og þar með ranglega flokkað sem grunsamlegt.

$$t\text{-gildi} = (\text{þröskuldsgildi} - \text{meðalgildi}_{\text{blanksýni}}) / SD_{\text{blanksýni}}$$

fyrir skimunaraðferðir með svörun í réttu hlutfalli við styrk plöntueitursins

eða

$$t\text{-gildi} = (\text{meðalgildi}_{\text{blanksýni}} - \text{þröskuldsgildi}) / SD_{\text{blanksýni}}$$

fyrir skimunaraðferðir með svörun í öfugu hlutfalli við styrk plöntueitursins

Út frá mældu t-gildi, sem byggist á frítölum sem eru reiknaðar út frá fjölda tilrauna, er annaðhvort hægt að reikna út líkindi falsgrunsamlegra sýna fyrir einhliða dreifingu (t.d. „TDIST“-aðgerð í töflureikni) eða taka þau úr töflum yfir t-dreifingu (sjá töflu 3).

Samsvarandi gildi einhliða t-dreifingar tilgreinir hlutfall falsgrunsamlegra niðurstaðna.

Þessu er lýst nákvæmlega með dæmi í „Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216-013-6922-1“.

4.2.2.4. Rýmkun á notkunarviði aðferðarinnar

4.2.2.4.1. Rýmkun á notkunarviði þannig að það nái yfir önnur plöntueitur:

Þegar nýjum plöntueitrum er bætt við notkunarviði fyrirbyggjandi skimunaraðferðar skal fara fram á fulla fullgildingu til að sýna fram á hæfi aðferðarinnar.

4.2.2.4.2. Rýmkun fyrir aðrar vörur:

Ef skimunaraðferðin er þekkt, eða þess vænst að henni sé hægt að beita á aðrar vörur, skal gildi aðferðarinnar gagnvart þessum vörum sannprófað. Ef ný vara tilheyrir vöruhópi (sjá töflu 2 í þessum viðauka), sem þegar hefur undirgengist fyrstu fullgildingu, er takmörkuð viðbótarfullgilding nægileg. Í því skyni skal greina a.m.k. 10 einsleit neikvæð samanburðarsýni og 10 einsleit jákvæð samanburðarsýni (við markstyrk skimunar) við skilyrði samkvæmt samanburðarnákvæmni innan rannsóknarstofu. Öll jákvæð samanburðarsýni skulu vera yfir þröskuldsgildi. Þegar þessi viðmiðun er ekki uppfyllt er farið fram á fullt fullgildingarferli.

4.2.2.5. Sannprófun aðferða sem þegar hafa verið fullgiltar með samstarfsprófunum

Sannprófa skal nothæfi skimunaraðferða sem hafa verið fullgiltar með góðum árangri með fjölsetra samstarfsprófunum. Í því skyni skal greina a.m.k. 6 neikvæð samanburðarsýni og 6 jákvæð samanburðarsýni (við markstyrk skimunar). Öll jákvæð samanburðarsýni skulu vera yfir þröskuldsgildi. Þegar þessi viðmiðun er ekki uppfyllt verður rannsóknarstofan að framkvæma greiningu á frumorsökum til að ákvarða af hverju hún getur ekki uppfyllt kröfurnar samkvæmt samstarfsprófuninni. Einungis eftir að rannsóknarstofan hefur framkvæmt aðgerðir til úrbóta skal hún endursannprófa nothæfi aðferðarinnar í rannsóknarstofunni. Ef rannsóknarstofan er ekki fær um að sannprófa niðurstöður samstarfsprófunarinnar þarf hún að ákvarða sitt eigið þröskuldsgildi með fullgildingu innan einnar rannsóknarstofu.

4.2.2.6. Samfelld sannprófun aðferðar/viðvarandi fullgilding aðferðar

Eftir fyrstu fullgildingu eru viðbótargögn er varða fullgildingu fengin með því að hafa a.m.k. tvö jákvæð samanburðarsýni í hverri lotu sýna sem er skimuð. Eitt jákvætt samanburðarsýni skal vera þekkt sýni (t.d. sýni sem er notað við fyrstu fullgildingu) en hitt sýnið skal vera úr annarri vöru úr sama vöruhópi (ef aðeins ein vara er rannsökuð er annað sýni úr þeirri vöru notað í staðinn). Valkvætt er að hafa neikvætt samanburðarsýni með. Niðurstöðum fyrir jákvæðu samanburðarsýnin tvö er bætt við fyrirliggjandi fullgildingarsett.

Þröskuldsgildið er endurákvæðað a.m.k. einu sinni á ári og fullgilding aðferðarinnar endurmetin (endurmat á tiltækum gögnum úr gæðatryggingu og gæðaeftirliti (QA/QC) sem fengust á síðasta ári). Samfelld sannprófun aðferðarinnar þjónar margvíslegum tilgangi, þ.m.t. eftirfarandi:

- gæðaeftirlit með lotu sýna sem er skimuð,
- veitir upplýsingar um traustleika aðferðarinnar við skilyrði á rannsóknarstofunni sem beitir aðferðinni
- veitir rökstuðning fyrir notkun aðferðarinnar á mismunandi vörur
- gerir það kleift að aðlaga þröskuldsgildi ef um er að ræða frávik sem verða smám saman til með tímanum.

4.2.2.7. Fullgildingarskýrsla

Fullgildingarskýrslan skal hafa að geyma:

- yfirlýsingu um markstyrk skimunarinnar
- yfirlýsingu um ákvarðað þröskuldsgildi.

Athugasemd: Þröskuldsgildið skal hafa sama fjölda marktækra talna og markstyrkur skimunarinnar. Tölugildi sem eru notuð við útreikning þröskuldsgildis þurfa að hafa a.m.k. eina marktæka tölu umfram markstyrk skimunarinnar.

- yfirlýsingu um reiknað hlutfall falsgrunsamlegra sýna

- yfirlýsingu um hvernig hlutfall falsgrunsamlegra sýna var fengið.

Athugasemd: Yfirlýsingin um reiknað hlutfall falsgrunsamlegra sýna gefur til kynna hvort aðferðin sé nothæf þar sem hún tilgreinir fjölda blanksýna (eða sýni með lítið mengunarinnihald) sem skal sannprófa.

Tafla 2

Vöruhópar fyrir fullgildingu staðfestingar- og skimunaraðferða

Vöruhópar	Vöruflokkar	Dæmigerðar vörur í flokknum
Mikið vatnsinnihald	Drykkjarvörur Aldin og grænmeti Mauk að stofni til úr korni eða ávöxtum Ferskar kryddjurtir til matargerðar	Jurtate (fljótandi), blöð af hjólkrónu, kartöflur, mauk ætlað ungbörnum og litlum börnum
Mikið olíuinnihald	Trjáhnatur Olíufræ og afurðir úr þeim Olíurík aldin og afurðir úr þeim	Möndlur, apríkósukjarnar, repjufræ, baðmullarfræ, hörfræ, lúpínufræ, valmúufræ, hampfræ o.s.frv. Olíur og deig
Mikið sterkju- og/eða prótíninnihald og lítið vatns- og fituinnihald	Korn og afurðir þess Sérfaða	Máis, bókhveiti, hirsí, dúrra, kassavamjól, kartöfluaufurðir Brauð, brauðvörur, stökkt kex, morgunkorn, pasta Þurrkað duft til tilreiðslu matvæla fyrir ungbörn og lítil börn
Mikið sýruinnihald og mikið vatnsinnihald (*)	Afurðir úr sítrusávöxtum	
„Erfiðar eða einkvæmar vörur“ (**)		Frjókorn og frjókornavörur, fæðubótarefni, jurtate (þurrkuð vara), te (þurrkuð vara) Krydd, lakkris
Mikið sykurinnihald, lítið vatnsinnihald	Þurrkuð aldin	Fíkjur, rúsínur, rifsber og sólber, súltönur, hunang
Mjólk og mjólkurvörur	Mjólk Ostur Mjólkurafurðir (t.d. mjólkurduft)	Mjólk úr kúm, geitum og bufflum Kúaaostur, geitaostur Jógúrt, tjómi

(*) Ef jafnalausn er notuð til að halda pH-gildi stöðugu við útdrátt má sameina þennan vöruhóp í einn vöruhóp „mikið vatnsinnihald“.

(**) „Erfiðar eða einkvæmar vörur“ þarf einungis að fullgilda ef þær eru greindar reglulega. Séu þær eingöngu greindar öðru hverju má takmarka fullgildingu við athugun á tilkynningarstigi með útdrætti úr íbættum blanksýnum.

Tafla 3

Einhlíða t-gildi fyrir 5% hlutfall falsneikvæðra niðurstaða

Fritölur	Fjöldi samhlíða sýna	t-gildi (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. Kröfur varðandi eigindlegar aðferðir til skimunar (aðferðir sem gefa ekki tölugildi)

Þróun fullgildingarleiðbeininga fyrir tvírænar prófunaraðferðir er sem stendur í framkvæmd hjá ýmsum staðlastofnunum (t.d. Samtökum aðila í efnagreiningu (AOAC), Alþjóðlegu staðlasamtökunum (ISO)). Samtök aðila í efnagreiningu hafa samið drög að leiðbeiningum um fullgildingu tvírænna prófunaraðferða. Þetta skjal getur talist það fullkomnasta sinnar tegundar á sviði fullgildingar á tvírænum prófunaraðferðum. Þess vegna ætti að fullgilda aðferðir sem gefa tvírænar niðurstöður (t.d. sjónræn skoðun prófstrimla) samkvæmt „International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods“⁽²⁾ frá Samtökum aðila í efnagreiningu.

Þó er hægt að nota aðrar viðurkenndar viðmiðunarreglur um fullgildingu, s.s. aðferðina sem kveðið er á um í 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“.

4.3. Mat á mælióvissu, útreikningur á endurheimt og greinargerð um niðurstöður⁽³⁾

4.3.1. Staðfestingaraðferðir

⁽²⁾ Aðgengilegt á: <https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf>

⁽³⁾ Nákvæmari upplýsingar um mismunandi aðferðir til þess að meta mælióvissu og um málsmeðferð til að meta endurheimt er hægt að finna í skýrslunni „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

Gefa skal upp niðurstöður greininga með eftirfarandi hætti:

- a) Leiðrétt fyrir endurheimt, eftir því sem við á og þegar það á við, og þegar það hefur verið leiðrétt skal það tilgreint. Endurheimtarhlutfallið skal skráð nema eðlislæg leiðrétting fyrir þjaga sé hluti af aðferðinni. Leiðrétting fyrir endurheimt er ekki nauðsynleg ef endurheimtarhlutfallið er á bilinu 90% til 110%.
- b) Sem „x +/- U“, þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er útvíkkuð mælióvissa í greiningu með þekjustuðulinn 2 sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig.

Einnig má skrá 50% sjálfgefna útvíkkaða mælióvissu að því tilskildu að rannsóknarstofan uppfylli allar þær kröfur um nákvæmni sem tilgreindar eru í lið 4.2. Einstök rannsóknarstofa getur sýnt fram á að með því að uppfylla viðmiðanir fyrir endurtekningarnákvæmni (RSD_r) og samanburðarnákvæmni innan rannsóknarstofu (RSD_{wR}), að viðbættri árangursríkri þátttöku í hæfniprófunaráætlunum (nema engin hentug hæfniprófunaráætlun sé tiltæk), sýni z-meðalgildi $|z| \leq 2$ fram á að tilskilin samanburðarnákvæmni (RSD_R) sé uppfyllt (byggt á markstaðalfrávikum sem nemur 25%).

Ef hámarksgildið hefur verið fastsett fyrir summu eiturefna skal greina frá niðurstöðum greininga á öllum einstökum eiturefnum.

Leiðrétting fyrir endurheimt, ef við á, skal gerð fyrir hvert einstakt eiturefni áður en styrkleikarnir eru teknir saman.

Við sannpröfun á því hvort farið sé að hámarksgildum fyrir summuna (sum-ML) skal beita neðri mörkum nálgunar sem þýðir að í stað niðurstaðna fyrir einstök eiturefni, sem eru < magngreiningarmörk, kemur núll fyrir útreikning á summuni.

Þessar túlkunarreglur um niðurstöður greininga með tilliti til samþykktar eða synjunar á framleiðslueiningu gilda um niðurstöður greiningar á sýni til opinbers eftirlits. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð með tilliti til ágreinings eða úrskurðarmála. Einkum ef:

niðurstöður greininga á sýni vegna opinbers eftirlits benda til þess að enginn vafi leiki á að ekki sé farið að tilskildum ákvæðum, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu, og

niðurstöður greininga á sýni vegna ágreinings benda til þess að ekki sé farið að tilskildum ákvæðum, en ekki þannig að enginn vafi leiki á því, með stærri útvíkkaðri mælióvissu en við opinbert eftirlit,

þá geta niðurstöður greininga á sýni vegna ágreinings ekki komið í stað þeirra staðfestu tilvika um að ekki hafi verið farið að tilskildum ákvæðum varðandi sýnið vegna opinbers eftirlits.

4.3.2. Skimunaraðferðir

Þegar niðurstöður skimunar eru gefnar upp skal tilgreina hvort þær séu í samræmi við kröfur eða hvort grunur sé um að þær séu í ósamræmi við kröfur.

„Grunur um ósamræmi við kröfur“: sýnið er yfir þröskuldsgildi og getur innihaldið plöntueitur í styrk sem er yfir markstyrk skimunar. Grunsamlegar niðurstöður leiða til staðfestingargreiningar með ótvíræðri sanngreiningu og magngreiningu plöntueitursins.

„Í samræmi við kröfur“: innihald plöntueiturs í sýninu er innan við markstyrk skimunar (< STC) með 95% öryggisstigi (þ.e. það eru 5% líkur á að sýni verði greind ranglega sem neikvæð). Niðurstöður greininga eru gefnar sem „< gildi markstyrks skimunar“ með tilgreindu gildi markstyrks skimunar.

4.4. Gæðaviðmiðanir fyrir rannsóknarstofur

Rannsóknarstofur skulu fara að ákvæðum 4. og 5. mgr. 37. gr. reglugerðar (ESB) 2017/625.