



KOMISIJOS ĮGYVENDINIMO REGLAMENTAS (ES) 2023/2783

2023 m. gruodžio 14 d.

kuriuo nustatomi ėminių ėmimo metodai ir analizės metodai, taikomi vykdant augalų toksinų kiekio maiste kontrolę, ir panaikinamas Reglamentas (ES) 2015/705

(Tekstas svarbus EEE)

EUROPOS KOMISIJA,

atsižvelgdama į Sutartį dėl Europos Sąjungos veikimo,

atsižvelgdama į 2017 m. kovo 15 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (ES) 2017/625 dėl oficialios kontrolės ir kitos oficialios veiklos, kuri vykdoma siekiant užtikrinti maisto ir pašarų srities teisės aktų bei gyvūnų sveikatos ir gerovės, augalų sveikatos ir augalų apsaugos produktų taisyklių taikymą, kuriuo iš dalies keičiami Europos Parlamento ir Tarybos reglamentai (EB) Nr. 999/2001, (EB) Nr. 396/2005, (EB) Nr. 1069/2009, (EB) Nr. 1107/2009, (ES) Nr. 1151/2012, (ES) Nr. 652/2014, (ES) 2016/429 ir (ES) 2016/2031, Tarybos reglamentai (EB) Nr. 1/2005 ir (EB) Nr. 1099/2009 bei Tarybos direktyvos 98/58/EB, 1999/74/EB, 2007/43/EB, 2008/119/EB ir 2008/120/EB, ir kuriuo panaikinami Europos Parlamento ir Tarybos reglamentai (EB) Nr. 854/2004 ir (EB) Nr. 882/2004, Tarybos direktyvos 89/608/EEB, 89/662/EEB, 90/425/EEB, 91/496/EEB, 96/23/EB, 96/93/EB ir 97/78/EB bei Tarybos sprendimas 92/438/EEB (Oficialios kontrolės reglamentas) ⁽¹⁾, ypač į jo 34 straipsnio 6 dalį,

kadangi:

- (1) Komisijos reglamentu (ES) 2023/915 ⁽²⁾ nustatytas didžiausias leidžiamas tam tikrų augalų toksinų kiekis maiste;
- (2) ėminių ėmimas yra labai svarbus siekiant tiksliai nustatyti augalų toksinų kiekį tam tikroje partijoje, nes augalų toksinai partijoje gali būti pasiskirstę netolygiai. Todėl tikslinga nustatyti ėminių ėmimo metodus, taikytinus vykdant oficialią augalų toksinų kiekio maisto produktuose kontrolę;
- (3) Komisijos įgyvendinimo reglamente (ES) 2023/2782 ⁽³⁾ nustatyti ėminių ėmimo metodai, taikytini vykdant oficialią mikotoksinų kiekio maisto produktuose kontrolę. Atsižvelgiant į tai, kad tiek augalų toksinai, tiek mikotoksinai partijose pasiskirstę nevienodai, tuos ėminių ėmimo metodus tikslinga taikyti ir augalų toksinų tyrimams;
- (4) gali būti vykdoma maisto produktų, kuriems nenustatytas konkretus didžiausias leidžiamas augalų toksinų kiekis ir kuriems nebuvo nustatytas konkretus ėminių ėmimo metodas, oficiali kontrolė. Todėl tikslinga nustatyti kriterijus, pagal kuriuos būtų nustatoma, kuris ėminių ėmimo metodas turėtų būti taikomas tokiems atvejais;
- (5) taip pat būtina nustatyti bendruosius veiksmingumo kriterijus, kuriuos turėtų atitikti analizės metodas, siekiant užtikrinti, kad kontrolės laboratorijos taikytų panašaus veiksmingumo lygio analizės metodus. Kadangi Europos Sąjungos etaloninė mikotoksinų ir augalų toksinų laboratorija, remdamasi patikimiausia turima moksline informacija, nustatė analitinio veiksmingumo kriterijus augalų toksinų maiste analizei, tuos kriterijus tikslinga išdėstyti šiame reglamente;

⁽¹⁾ OL L 95, 2017 4 7, p. 1.

⁽²⁾ 2023 m. balandžio 25 d. Komisijos reglamentas (ES) 2023/915 dėl didžiausios leidžiamosios tam tikrų teršalų koncentracijos maiste, kuriuo panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 1881/2006 (OL L 119, 2023 5 5, p. 103).

⁽³⁾ 2023 m. gruodžio 14 d. Komisijos įgyvendinimo reglamentas (ES) 2023/2782, kuriuo nustatomi ėminių ėmimo metodai ir analizės metodai, taikomi vykdant mikotoksinų kiekio maiste kontrolę, ir panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 401/2006 (OL L, 2023/2782, 2023 12 15, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- (6) Komisijos reglamentu (ES) 2015/705 ⁽⁴⁾ nustatyti ėminių ėmimo metodai ir analizės metodų taikymo kriterijai, taikomi vykdant oficialią eruko rūgšties koncentracijos maisto produktuose kontrolę. Šiame reglamente nustatyti ėminių ėmimo metodai ir analitinio veiksmingumo kriterijai taip pat yra tinkami augalų toksino eruko rūgšties maisto produktuose kontrolei, todėl siekiant supaprastinimo tikslinga panaikinti Reglamentą (ES) 2015/705;
- (7) kontrolės laboratorijoms būtina suteikti pakankamai laiko, kad jos galėtų įvykdyti šiuo reglamentu nustatytus naujus reikalavimus. Todėl tikslinga numatyti pagrįstą laikotarpį iki kol bus pradėtas taikyti šis reglamentas;
- (8) siekiant užtikrinti oficialios kontrolės ir kitos reglamentavimo veiklos, susijusios su didžiausiu leidžiamu mikotoksinų kiekiu, tęstinumą ir suteikti pakankamai laiko analizės metodams pakartotinai patvirtinti, tikslinga nustatyti, kad analizės metodai, kurie buvo patvirtinti iki šio reglamento taikymo pradžios dienos, gali būti toliau taikomi nustatytą laikotarpį;
- (9) šiame reglamente nustatytos priemonės atitinka Augalų, gyvūnų, maisto ir pašarų nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Šiame reglamente vartojamų terminų apibrėžtys nustatytos Komisijos įgyvendinimo reglamento (ES) 2023/2782 1 straipsnyje.

2 straipsnis

1. Ėminiai vykdant augalų toksinų kiekio maiste kontrolę imami pagal I priede nustatytus metodus.
2. Maisto produkto, kurio negalima priskirti maisto produktų kategorijai, kuriai I priede nustatytas ėminių ėmimo metodas, ėminių ėmimo metodas nustatomas atsižvelgiant į to maisto produkto dalelių dydį arba jo panašumą į produktą, kurį galima priskirti vienai iš I priede nurodytų maisto produktų kategorijų.
- (3) Maisto produktų, kurių negalima priskirti jokiai I priede nurodytai maisto produktų kategorijai, atveju, jei yra įrodymų, kad augalų toksinas yra tolygiai pasiskirstęs tokia maisto produkte, jo ėminiai imami taikant Komisijos Reglamento (EB) Nr. 333/2007 ⁽⁵⁾ priedo B dalyje nustatytą ėminių ėmimo metodą.

3 straipsnis

Ėminių paruošimas ir analizės metodai, naudojami vykdant augalų toksinų kiekio maisto produktuose kontrolę, atitinka II priede nustatytus kriterijus.

4 straipsnis

Reglamentas (ES) 2015/705 panaikinamas. Nuorodos į panaikinamą reglamentą laikomos nuorodomis į šį įgyvendinimo reglamentą.

⁽⁴⁾ 2015 m. balandžio 30 d. Komisijos reglamentas (ES) 2015/705, kuriuo nustatomi ėminių ėmimo metodai ir analizės metodų taikymo kriterijai, taikomi vykdant oficialią eruko rūgšties koncentracijos maisto produktuose kontrolę, ir panaikinama Komisijos direktyva 80/891/EEB (OL L 113, 2015 5 1, p. 29).

⁽⁵⁾ 2007 m. kovo 28 d. Komisijos reglamentas (EB) Nr. 333/2007, kuriuo nustatomi mėginių ėmimo ir analizės metodai vykdant mikroelementų ir perdirbant maistą susidarantių teršalų koncentracijos maisto produktuose kontrolę (OL L 88, 2007 3 29, p. 29).

5 straipsnis

Šis reglamentas įsigalioja dvidešimtą dieną po jo paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Jis taikomas nuo 2024 m. balandžio 1 d. Tačiau analizės metodai, kurie buvo patvirtinti prieš pradėdant taikyti šį reglamentą, gali būti toliau taikomi iki 2028 m. liepos 1 d., net jei jie neatitinka visų specialiųjų reikalavimų, numatytų šio reglamento II priedo 4.2 punkte.

Šis reglamentas privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje 2023 m. gruodžio 14 d.

Komisijos vardu
Pirmininkė
Ursula VON DER LEYEN

I PRIEDAS

Ėminių ėmimo metodai, taikomi vykdant augalų toksinų kiekio maiste kontrolę

I DALIS

BENDROSIOS NUOSTATOS**A.1. Bendrosios nuostatos****A.1.1. Darbuotojai**

Ėminius ima valstybės narės kompetentingos institucijos paskirtas asmuo.

A.1.2. Medžiaga, iš kurios imami ėminiai

Iš kiekvienos tirtinos partijos ėminiai imami atskirai. Laikantis ėminių, skirtų įvairių augalų toksinų kiekiui nustatyti, ėmimo specialiųjų nuostatų, didelės partijos dalijamos į dalis, o ėminiai iš šių dalių imami atskirai.

A.1.3. Taikytinos atsargumo priemonės

Imant ir ruošiant ėminius, imamasi atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokių pokyčių, kurie:

- turėtų įtakos augalų toksinų kiekiui, darytų neigiamą poveikį analitiniams nustatymui arba dėl kurių jungtiniai ėminiai taptų nereprezentatyvūs;
- turėtų įtakos partijų, iš kurių imami ėminiai, maisto saugai.

Taip pat būtina imtis visų priemonių, užtikrinančių ėminius imančių asmenų saugą.

A.1.4. Atskirieji ėminiai

Atskirieji ėminiai turėtų būti imami, kiek tai įmanoma, iš įvairių partijos arba partijos dalies vietų. Nukrypimai nuo šios procedūros įrašomi šio priedo A.1.8 punkte nustatytame dokumente.

A.1.5. Jungtinio ėminio ruošimas

Jungtinis ėminys sudaromas sujungus atskiruosius ėminius.

A.1.6. Kartotiniai ėminiai

Kartotiniai ėminiai priverstinio sprendimų vykdymo, gynybos ir arbitražo tikslais imami iš homogenizuoto jungtinio ėminio, jei tai neprieštarauja valstybių narių taisyklėms, kuriomis reglamentuojamos maisto tvarkymo subjekto teisės.

A.1.7. Ėminių pakavimas ir vežimas

Kiekvienas ėminys dedamas į švarią, iš inertiškos medžiagos pagamintą talpyklą, tinkamai apsaugančią nuo užteršimo ir pakenkimo vežant. Reikia laikytis visų atsargumo priemonių, kad laikant arba vežant ėminį nepakistų jo sudėtis.

A.1.8. Ėminių plombavimas ir ženklavimas

Kiekvienas oficialiai kontrolei skirtas ėminys plombuojamas jo ėmimo vietoje ir identifikuojamas laikantis valstybių narių taisyklių.

Kiekvienas ėminių paėmimo atvejis registruojamas, kad būtų galima vienareikšmiškai identifikuoti partiją arba partijos dalį, nurodant ėminio paėmimo datą bei vietą ir kitą informaciją, galinčią padėti analizę atliekančiam asmeniui.

A.2. Įvairūs partijų tipai

Gali būti prekiaujama nepakuotais maisto produktais, laikomais konteineriuose arba atskirose pakuotėse, pvz., maišuose, krepšiuose, mažmeninės prekybos pakuotėse ar atskirose pakuotėse ir kt. Ėminių ėmimo metodas gali būti taikomas prekėms, kurios rinkai pateikiamos nesupakuotos, laikomos konteineriuose arba atskirose pakuotėse, pvz., maišuose, krepšiuose, mažmeninės prekybos pakuotėse ar atskirose pakuotėse arba bet kokia kita forma.

Nedarant poveikio kitose šio priedo dalyse išdėstytoms specialiosioms ėminių ėmimo nuostatoms, apskaičiuojant rinkai pateikiamų partijų, supakuotų atskirose pakuotėse, pavyzdžiui, maišuose, krepšiuose, mažmeninės prekybos ar atskirose pakuotėse, ėminių ėmimo dažnumą, naudojama toliau nurodyta formulė.

$$\text{Ėminių ėmimo dažnis (ĖĖD) } n = \frac{\text{partijos masė} \times \text{atskirojo ėminio masė}}{\text{jungtinio ėminio masė} \times \text{atskiros pakuotės masė}}$$

— masė: kg,

— ėminių ėmimo dažnis (ĖĖD): kiekviena n-toji atskira pakuotė, iš kurios imamas atskirasis ėminys (trupmenos dešimtosios dalys suapvalinamos iki artimiausio sveiko skaičiaus).

A.3. Prekių, kurių tūrio ir masės santykis yra didelis, ėminių ėmimas

Išskyrus Įgyvendinimo reglamento (ES) 2023/2782 I priedo II dalies L ir M dalyse nurodytas maisto prekes, jei ėminiai imami iš maisto prekių, kurių tūris, palyginti su mase, yra didelis (t. y. tūris (dm³)/masė (kg) > 5), masės reikalavimai gali būti pakeisti lygiaverčiu tūrio reikalavimu (t. y. 1 kg pakeičiamas 1 dm³).

II DALIS**ĖMINIŲ ĖMIMO METODAI**

Taikomi Įgyvendinimo reglamento (ES) 2023/2782 I priedo II dalyje nustatyti ėminių ėmimo metodai.

Tačiau imant bulvių ir bulvių produktų (gliukoalkaloidai) ir medaus (pirolizidino alkaloidai) ėminius taikoma Reglamento (EB) Nr. 333/2007 priedo B dalis.

—

II PRIEDAS

Ėminių ruošimo ir analizės metodų, skirtų augalų toksinų kiekio maiste kontrolei, kriterijai

1. ĮVADAS. Atsargumo priemonės

Kadangi augalų toksinų pasiskirstymas dažniausiai yra nevienodas, ėminiai ruošiami, ypač homogenizuojami, labai kruopščiai.

Jeigu homogenizuojama laboratorijoje, homogenizuojamas visas laboratorijos gautas ėminys.

2. LABORATORIJOJE GAUTO ĖMINIO APDOROJIMAS

Kiekvienas laboratorinis ėminys gerai išmaišomas ir, jei reikia, gerai sumalamas taikant tokį technologinį procesą, kuris, kaip įrodyta, leidžia ėminį visiškai homogenizuoti.

Jeigu didžiausias leidžiamas kiekis taikomas sausajai medžiagai, produkto sausosios medžiagos kiekis homogenizuotame ėminyje turi būti nustatytas taikant tokį metodą, kuris, kaip įrodyta, leidžia tiksliai nustatyti sausosios medžiagos kiekį.

3. KARTOTINIAI ĖMINIAI

Kartotiniai ėminiai priverstinio sprendimų vykdymo, gynybos ir arbitražo tikslais imami iš homogenizuotos medžiagos, jei tai neprieštaruja valstybių narių taisyklėms, kuriomis reglamentuojamos maisto tvarkymo subjekto teisės.

4. ANALIZĖS METODAI, KURIUOS TURI TAIKYTI LABORATORIJA, IR LABORATORIJOS KONTROLĖS REIKALAVIMAI

4.1. **Bendrieji reikalavimai**

Maisto kontrolei taikomi patvirtinamieji analizės metodai atitinka Reglamento (ES) 2017/625 III priedo 1 ir 2 punktų nuostatas.

Jei įmanoma, metodo teisingumas turėtų būti tikrinamas atliekant sertifikuotos pamatinės medžiagos analizę ir (arba) reguliariai sėkmingai dalyvaujant tyrimų kokybės tikrinimuose.

4.2. **Specialieji reikalavimai**4.2.1. *Specialieji patvirtinamųjų metodų reikalavimai*

4.2.1.1. Veiksmingumo kriterijai

Patvirtinamiesiems metodams taikomi toliau nurodyti veiksmingumo kriterijai.

Išgava: vidutinė išgava turėtų būti 70–120 %

Vidutinė išgava yra kartotinių ėminių vidutinė vertė, gauta nustatant glaudumo parametrus RSD_r ir RSD_{wR}. Kriterijus taikomas visoms koncentracijoms ir visiems atskiriems toksinams.

Išimtiniais atvejais vidutinės išgavos vertės, nepatenkančios į pirmiau nurodytą intervalą, gali būti priimtinos, tačiau turi neviršyti 50–130 % ir tik tada, kai tenkinami RSD_r ir RSD_{wR} glaudumo kriterijai.

Glaudumas

RSD_r turi būti ≤ 20 %

RSD_{wR} turi būti ≤ 20 %

RSD_r turėtų būti ≤ 25 %

Šie kriterijai taikomi visoms koncentracijoms.

Jei laboratorija pateikia įrodymų, kad laikomasi RSD_{wR} kriterijaus, tokių įrodymų dėl RSD_r kriterijaus pateikti nereikia, nes atitiktis RSD_{wR} kriterijui garantuoja atitiktį RSD_r kriterijui.

Jei didžiausias leidžiamas kiekis taikomas toksinų sumai, glaudumo kriterijai taikomi ir sumai, ir atskiriems toksinams.

Kiekybinio nustatymo riba

Jei 1 lentelėje nustatytas specialusis augalų toksino LOQ reikalavimas, metodo LOQ turi būti lygi šiai vertei arba mažesnė.

1 lentelė

LOQ reikalavimai tam tikriems augalų toksinams

Augalų toksinas	Pastabos	Maistas	LOQ reikalavimas (µg/kg arba µg/l)
Pirrolizidino alkaloidai	LOQ reikalavimas atskiriems pirrolizidino alkaloidams	Džiovintas produktas	≤ 10
		Skystas produktas	≤ 0,15
Tropano alkaloidai	LOQ reikalavimas atskirai atropinui ir skopolaminui	Kūdikiams ir mažiems vaikams skirti perdirbti grūdiniai maisto produktai	≤ 1
		Grūdai ir grūdų produktai	≤ 2
		Žolelių užpilai (džiovintas produktas)	≤ 5
		Žolelių užpilai (skysti)	≤ 0,05
Opijaus alkaloidai	LOQ reikalavimas atskirai morfinui ir kodeinui	Kepiniai	≤ 500

Visais kitais atvejais:

LOQ turi būti $\leq 0,5 \cdot \text{DLK}$ ir pageidautina, kad būtų mažesnė ($\leq 0,2 \cdot \text{DLK}$).

Jei didžiausias leidžiamas kiekis taikomas toksinų sumai, atskirų toksinų LOQ turi būti $\leq 0,5 \cdot \text{DLK}/n$, kai n yra toksinų, įtrauktų į DLK apibrėžtį, skaičius.

Identifikavimas

Identifikavimui taikomi rekomendaciniame dokumente dėl mikotoksinų ir augalų toksinų identifikavimo maiste ir pašaruose ⁽¹⁾ nustatyti kriterijai.

4.2.1.2. Metodo taikymo srities išplėtimas

4.2.1.2.1. Taikymo srities išplėtimas įtraukiant kitus augalų toksinus

Į esamo patvirtinamojo metodo taikymo sritį įtraukus papildomų analičių, metodą reikia visapusiškai patvirtinti siekiant įrodyti jo tinkamumą.

4.2.1.2.2. Taikymo srities išplėtimas įtraukiant kitas prekes

Jei žinoma ar tikimasi, kad patvirtinamasis metodas taikytinas kitoms prekėms, patikrinama, ar jis galioja minėtoms kitoms prekėms. Jei nauja prekė priklauso prekių grupei (žr. šio priedo 2 lentelę), į kurią atsižvelgiant pirminis patvirtinimas jau atliktas, pakanka riboto papildomo patvirtinimo.

4.2.2. Specialieji pusiau kiekybinių atrankinių metodų reikalavimai

4.2.2.1. Taikymo sritis

Šis skirsnis taikomas imuniniu atpažinimu arba prisitvirtinimu prie receptorių grindžiamiems bioanalizės metodams (pvz., ELISA, diagnostinės juostelės, šoninio srauto įtaisai, imuniniai jutikliai) ir chromatografija arba tiesioginiu aptikimu naudojant masių spektrometriją grindžiamiems fizikiniams cheminiams metodams (pvz., masių spektrometrija aplinkos sąlygomis). Neatmetami ir kiti metodai (pvz., plonasluoksni chromatografija), jeigu sukuriami signalai yra tiesiogiai susiję su dominančiais augalų toksiniais ir galima taikyti toliau aprašytą principą.

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

Specialieji reikalavimai taikomi metodams, kurių matavimo rezultatas yra skaitinė reikšmė, pvz., diagnostinių juostelių skaitytuvo (santykinio) atsako, skysčių chromatografijos ir masių spektrometrijos signalo ir kt., ir kuriems taikomi įprastiniai statistiniai duomenys.

Reikalavimai netaikomi metodams, kuriais skaitinių reikšmių negaunama (pvz., tik nustatoma, ar juostelė yra, ar jos nėra), – jiems būtini kitokie patvirtinimo metodai. Tokiems metodams taikomi specialieji reikalavimai išdėstyti 4.2.3 punkte.

Šiame dokumente aprašomos atrankinių metodų patvirtinimo procedūros taikant tarplaboratorinį patvirtinimą, tarp laboratorijų patvirtinto metodo taikymo patikra ir vienos laboratorijos atliekamas atrankinio metodo patvirtinimas.

4.2.2.2. Patvirtinimo procedūra

Patvirtinimu siekiama įrodyti, kad atrankinis metodas atitinka tikslą. Dėl to nustatoma ribinė vertė, taip pat klaidingai neigiamų ir klaidingai įtartinų rezultatų dažnis. Šie du parametrai apima tokias metodo taikymo ypatybes kaip aptikimo geba, atrankumas ir glaudumas.

Atrankiniai metodai gali būti patvirtinti tarp laboratorijų arba vienos laboratorijos. Jeigu tam tikro augalų toksino matricos ir STC derinio tarplaboratorinio patvirtinimo duomenų jau yra, pakanka, kad metodo taikymas būtų patikrintas metodą taikančioje laboratorijoje.

4.2.2.2.1. Pirminis vienos laboratorijos atliekamas patvirtinimas

Augalų toksinai

Metodas patvirtinamas atskirai atsižvelgiant į kiekvieną augalų toksiną, kuriam nustatyti yra taikomas. Taikant bioanalizės metodus, kuriais gaunamas bendras tam tikros augalų toksinų grupės (pvz., pirolizidino alkaloidų) atsakas, metodo taikymo srityje turi būti įrodytas taikomumas ir nurodyti bandymo apribojimai. Nemanoma, kad dėl nepageidaujamo kryžminio reaktyvumo padidėja tikslinių augalų toksinų klaidingai neigiamų rezultatų dažnis, tačiau gali padidėti klaidingai įtartinų rezultatų dažnis. Šis nepageidaujamas padidėjimas sumažinamas atliekant patvirtinamąją analizę, kuria siekiama neabejotinai identifikuoti augalų toksinus ir nustatyti jų kiekį.

Matricos

Pirminis patvirtinimas atliekamas atsižvelgiant į kiekvieną prekę arba, jei žinoma, kad metodas taikytinas daugeliui prekių, kiekvieną prekių grupę. Pastaruoju atveju iš tos grupės atrenkama viena tipinė atitinkama prekė (žr. 2 lentelę).

Ėminių rinkinys

Patvirtinimui reikia mažiausiai 20 skirtingų vienalyčių neigiamų kontrolinių ėminių ir 20 skirtingų vienalyčių teigiamų kontrolinių ėminių, kuriuose yra STC lygus augalų toksino kiekis – jie analizuojami tarpinio glaudumo (RSD_R) sąlygomis per penkis skirtingas dienas. Į patvirtinimo rinkinį galima įtraukti papildomus 20-ies ėminių, kuriuose yra kiti augalų toksino kiekiai, rinkinius, kad būtų galima įvertinti, koku mastu šiuo metodu galima nustatyti skirtingą augalų toksinų koncentraciją.

Koncentracija

Metodas turi būti patvirtintas naudojant kiekvieną įprastai taikant metodą naudojamą STC.

4.2.2.2.2. Pirminis patvirtinimas atlikus tarplaboratorinius tyrimus

Patvirtinimas atlikus tarplaboratorinius tyrimus suteikiamas laikantis standarto ISO 5725:1994 arba IUPAC tarptautinio suderinto protokolo ar kito tarptautiniu mastu pripažinto tarplaboratorinių tyrimų protokolo), pagal kurį reikalaujama įtraukti bent aštuoniose skirtingose laboratorijose gautus galiojančius duomenis. Šis patvirtinimas nuo vienos laboratorijos atliekamo patvirtinimo skiriasi tik tuo, kad 20 ar daugiau prekių ir (arba) kiekio ėminių galima po lygiai padalyti dalyvaujančioms laboratorijoms taip, kad kiekvienai laboratorijai tektų bent po du ėminius.

4.2.2.3. Ribinės vertės nustatymas ir tuščiųjų ėminių klaidingai įtartinų rezultatų dažnis

Reikiams parametrams apskaičiuoti remiamasi (santykinio) neigiamų kontrolinių ėminių ir teigiamų kontrolinių ėminių atsaku.

Atrankiniai metodai, kurių atsakas proporcingas augalų toksinų koncentracijai

Atrankiniams metodams, kurių atsakas proporcingas augalų toksinų koncentracijai, taikoma ši lygtis:

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

R_{STC} = vidutinis teigiamų kontrolinių ėminių atsakas (esant STC);

t (kriterijaus) vertė – vienas t (kriterijaus) vertė, kai klaidingai neigiamų rezultatų dažnis yra 5 % (žr. 3 lentelę);

SD_{STC} = standartinis nuokrypis.

Atrankiniai metodai, kurių atsakas atvirkščiai proporcingas augalų toksinų koncentracijai

Taip pat atrankinių metodų, kurių atsakas atvirkščiai proporcingas augalų toksinų koncentracijai, ribinė vertė nustatoma taip:

$$\text{Ribinė vertė} = R_{STC} + t \text{ vertė}_{0,05} * SD_{STC}$$

Taikant šią konkrečią t vertę ribinei vertei nustatyti, nustatomas numatytasis 5 % klaidingai neigiamų rezultatų dažnis.

Tikslo atitikimo įvertinimas

Neigiamų kontrolinių ėminių rezultatai naudojami atitinkamam klaidingai įtartinų rezultatų dažniui įvertinti. t vertė apskaičiuojama atitinkamai atsižvelgiant į tai, kad neigiamo kontrolinio ėminio rezultatas viršija ribinę vertę, taigi klaidingai laikomas įtartinu.

$$t \text{ vertė} = (\text{ribinė vertė} - \text{vidurkis}_{\text{tuščiųjų ėminių}}) / SD_{\text{tuščiųjų ėminių}}$$

taikoma atrankiniams metodams, kurių atsakas proporcingas augalų toksinų koncentracijai

arba

$$t \text{ vertė} = (\text{vidurkis}_{\text{tuščiųjų ėminių}} - \text{ribinė vertė}) / SD_{\text{tuščiųjų ėminių}}$$

taikoma atrankiniams metodams, kurių atsakas atvirkščiai proporcingas augalų toksinų koncentracijai

Pagal gautą t vertę, grindžiamą remiantis bandymų skaičiumi apskaičiuotais laisvės laipsniais, vienpusio pasiskirstymo klaidingai įtartinų ėminių tikimybė gali būti apskaičiuojama (pvz., naudojantis skaičiuoklės funkcija „TDIST“) arba paimama iš t vertės pasiskirstymo lentelės (žr. 3 lentelę).

Atitinkama vienpusio t pasiskirstymo vertė rodo klaidingai įtartinų rezultatų dažnį.

Ši koncepcija išsamiai su pavyzdžiu aprašyta žurnale „Analytical and Bioanalytical Chemistry“ DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Metodo taikymo srities išplėtimas

4.2.2.4.1. Taikymo srities išplėtimas įtraukiant kitus augalų toksinus

Į esamo atrankinio metodo taikymo sritį įtraukus papildomų augalų toksinų, metodą reikia visapusiškai patvirtinti siekiant įrodyti jo tinkamumą.

4.2.2.4.2. Taikymo srities išplėtimas įtraukiant kitas prekes

Jei žinoma ar tikimasi, kad atrankinis metodas taikytinas kitoms prekėms, patikrinama, ar jis galioja minėtoms kitoms prekėms. Jei nauja prekė priklauso prekių grupei (žr. šio priedo 2 lentelę), į kurią atsižvelgiant pirminis patvirtinimas jau atliktas, pakanka riboto papildomo patvirtinimo. Tuo tikslu atkuriamumo laboratorijoje sąlygomis atliekama mažiausiai 10 vienalyčių neigiamų kontrolinių ėminių ir 10 vienalyčių teigiamų kontrolinių ėminių (esant STC) analizė. Visų teigiamų kontrolinių ėminių rezultatai turi viršyti ribinę vertę. Jei šio kriterijaus nesilaikoma, būtinas visapusiškas patvirtinimas.

4.2.2.5. Tarplaboratoriniai tyrimais jau patvirtintų metodų patikra

Jei atrankiniai metodai jau sėkmingai patvirtinti atlikus tarplaboratorinį tyrimą, patikrinamas atitinkamo metodo taikymas. Tuo tikslu atliekama mažiausiai šešių neigiamų kontrolinių ėminių ir šešių teigiamų kontrolinių ėminių (esant STC) analizė. Visų teigiamų kontrolinių ėminių rezultatai turi viršyti ribinę vertę. Jei šio kriterijaus nesilaikoma, laboratorija turi išnagrinėti esmines priežastis, kad nustatytų, kodėl neatitinka tarplaboratoriniu tyrimu nustatytos specifikacijos. Metodo taikymas toje laboratorijoje dar kartą tikrinamas tik atlikus taisomuosius veiksmus. Jei tarplaboratorinio tyrimo rezultatų laboratorijoje patikrinti neįmanoma, ji pati turi nustatyti ribinę vertę taikydama išsamią vienos laboratorijos atliekamo patvirtinimo procedūrą.

4.2.2.6. Nuolatinė metodo patikra ir (arba) tęstinis metodo patvirtinimas

Po pirminio patvirtinimo papildomų patvirtinimo duomenų gaunama į kiekvieną atrankinės patikros būdu tikrinamų ėminių partiją įtraukiant bent du teigiamus kontrolinius ėminius. Vienas teigiamas kontrolinis ėminys yra žinomas ėminys (pvz., naudotas atliekant pirminį patvirtinimą), kitas – kita tos pačios prekių grupės prekė (jei atliekama tik vienos prekės analizė, naudojamas kitas tos prekės ėminys). Pasirinktinai galima įtraukti neigiamą kontrolinį ėminį. Abiejų teigiamų kontrolinių ėminių tyrimų rezultatai įtraukiami į esamą patvirtinimo rinkinį.

Bent kartą per metus iš naujo nustatoma ribinė vertė ir įvertinamas metodo galiojimas (iš naujo įvertinami per praėjusius metus gauti turimi kokybės užtikrinimo ir kokybės kontrolės duomenys). Nuolatinė metodo patikra naudinga keliais atžvilgiais, be kita ko:

- užtikrinama atrankinės patikros būdu tikrinamų ėminių partijos kokybės kontrolė,
- gaunama informacijos apie metodo patikimumą metodą taikančioje laboratorijoje esančiomis sąlygomis,
- pagrindžiamos metodo taikymo skirtingoms prekėms galimybės,
- sudaromos sąlygos pakoreguoti ribines vertes, jei ilgainiui laipsniškai atsiranda slinkis.

4.2.2.7. Patvirtinimo ataskaita

Patvirtinimo ataskaitoje pateikiama ši informacija:

- nurodoma STC,
- nurodoma gauta ribinė vertė.

Pastaba: Ribinę vertę turi sudaryti tiek pat reikšminių skaitmenų kaip ir STC. Ribinei vertei apskaičiuoti naudojamas skaitines reikšmes turi sudaryti bent vienu reikšminiu skaitmeniu daugiau nei STC.

- nurodomas apskaičiuotas klaidingai įtartinų rezultatų dažnis,
- nurodoma, kaip klaidingai įtartinų rezultatų dažnis yra gautas.

Pastaba: Nurodytas apskaičiuotas klaidingai įtartinų rezultatų dažnis rodo, ar metodas atitinka tikslą, nes nurodo tikrinti atrinktų tuščiųjų (ar mažai užterštų) ėminių skaičių.

2 lentelė

Patvirtinamiesiems ir atrankiniams metodams patvirtinti skirtos prekių grupės

Prekių grupės	Prekių kategorijos	Kategorijai priskiriamos tipinės prekės
Didelis vandens kiekis	Gėrimai Vaisiai ir daržovės Kruopų ar vaisių košės Švieži kulinariniai prieskoniniai augalai	Žolelių užpilai (skysti), agurklės lapai, bulvės, kūdikiams ir mažiems vaikams skirtos košės
Didelis aliejaus kiekis	Medžių riešutai Aliejingosios sėklos ir jų produktai Aliejingieji vaisiai ir jų produktai	Migdolai, abrikosų branduoliai, rapsų sėklos, vilnamedžių sėklos, linų sėmenys, lubinų sėklos, aguonų sėklos, kanapių sėklos ir kt. Aliejai ir pastos
Didelis krakmolo ir (arba) baltymų kiekis ir mažas vandens ir riebalų kiekis	Grūdai ir jų produktai Dietiniai produktai	Kukurūzai, griekiai, soros, sorgai, manijokų miltai, bulvių produktai, duona, kepiniai, krekeriai, pusryčių javainiai, makaronai Sausi milteliai kūdikiams ir mažiems vaikams skirtam maistui ruošti
Didelis rūgšties kiekis ir didelis vandens kiekis (*)	Citrusinių vaisių produktai	
Sunkiai analizuojamos ar unikalios prekės (**)		Žiedadulkės ir žiedadulkių produktai, maisto papildai, žolelių užpilai (džiovinti), arbata (džiovintas produktas) Prieskoniniai, saldymedžio šaknys
Didelis cukraus kiekis ir mažas vandens kiekis	Džiovinti vaisiai	Figos, razinos, serbentai, besėklės razinos, medus
Pienas ir pieno produktai	Pienas Sūris Pieno produktai (pvz., pieno milteliai)	Karvių, ožkų ir buivolijų pienas Karvių, ožkų pieno sūris Jogurtas, kremas

(*) Jeigu ekstrahavimo etape naudojamas buferinis tirpalas pH pokyčiams stabilizuoti, ši prekių grupė gali būti įtraukta į vieną prekių grupę „Didelis vandens kiekis“.

(**) Sunkiai analizuojamoms ar unikaloms prekėms taikomi metodai turėtų būti visapusiškai patvirtinami tik jei tokių prekių analizė atliekama dažnai. Jei jų analizė atliekama tik retkarčiais, patvirtinimą galima supaprastinti – naudojant užterštus tuščiuosius ekstraktus patikrinti tik registruojamuosius lygius.

3 lentelė

Vienpusė t vertė esant 5 % klaidingai neigiamų rezultatų dažniui

Laisvės laipsniai	Kartotinių ėminių skaičius	t vertė (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. Kokybinių atrankinių metodų (metodų, kuriais negaunama skaitinių reikšmių) reikalavimai

Dvinarių bandymų metodų patvirtinimo gaires šiuo metu kuria įvairios standartizacijos įstaigos (pvz., AOAC, ISO). AOAC parengė dvinarių bandymų metodų patvirtinimo gaires. Šis dokumentas gali būti laikomas pažangiausiu dvinarių bandymų tvirtinimo srityje. Todėl metodai, kuriuos taikant gaunami dvinariai rezultatai (pvz., diagnostinių juostelių apžiūra), turėtų būti patvirtinami laikantis AOAC tarptautinių kokybinių dvinarių chemijos metodų patvirtinimo gairių ⁽²⁾.

Tačiau galima naudoti ir kitas pripažintas patvirtinimo gaires, pavyzdžiui, ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 Veterinarinių vaistų likučių piene ir pieno produktuose nustatymo kokybinių atrankinių metodų patvirtinimo gaires.

4.3. Matavimo neapibrėžties nustatymas, išgavos apskaičiavimas ir rezultatų pateikimas ⁽³⁾

4.3.1. Patvirtinamieji metodai

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

⁽³⁾ Išsamesnę informaciją apie matavimo neapibrėžties apskaičiavimo ir išgavos vertinimo procedūras galima rasti ataskaitoje dėl analizės rezultatų, matavimo neapibrėžties, išgavos koeficiento ir maistą bei pašarus reglamentuojančių ES teisės aktų ryšių: https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Analizės rezultatai pateikiami:

- a) atlikus išgavos pataisą, jei tinkama ir aktualu, o ją atlikus – tai nurodoma. Turi būti nurodytas išgavos dydis, išskyrus atvejus, kai vidinė paklaidos pataisa yra procedūros dalis. Pataisa dėl išgavos dydžio nebūtina, jei jis yra 90–110 %;
- b) kaip „ $x \pm U$ “, kai x – analizės rezultatas, U – išplėstinė analitinio matavimo neapibrėžtis taikant aprėpties faktorių 2, kuris užtikrina maždaug 95 % patikimumo lygį.

Gali būti nurodoma 50 % standartinė išplėstinė matavimo neapibrėžtis, jeigu laboratorija atitinka visus 4.2 punkte nurodytus glaudumo reikalavimus. Atskira laboratorija gali tai įrodyti įvykdžiusi pakartojamumo RSD_r ir atkuriamumo laboratorijoje RSD_{wR} kriterijus ir sėkmingai dalyvaudama tyrimų kokybės tikrinimo programose (išskyrus atvejus, kai nėra tinkamos tyrimų kokybės tikrinimo programos), nes vidutinė z reikšmė $|z| \leq 2$ įrodo, kad reikalaujamas atkuriamumo RSD_R kriterijus yra tenkinamas (remiantis siektinu 25 % standartiniu nuokrypiu).

Jei didžiausias leidžiamas kiekis nustatytas toksinų sumai, pateikiami visų atskirų toksinų analizės rezultatai.

Jei taikoma, išgavos pataisa atliekama kiekvienam atskiram toksinui prieš sumuojant koncentracijas.

Tikrinant, ar laikomasi sumai taikomo DLK, taikomas apatinės ribos metodas, o tai reiškia, kad apskaičiuojant sumą atskirų toksinų, kurie yra $< LOQ$, rezultatai pakeičiami nuliu.

Kad būtų galima nuspręsti, ar partiją priimti, ar atmesti, oficialiai kontrolei skirti ėminio analizės rezultatai interpretuojami laikantis analizės rezultatų interpretavimo dabartinių taisyklių. Atliekant analizę gynybos arba arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės. Visų pirma, jei:

oficialios kontrolės ėminio analizės rezultatas rodo neabejotiną neatitiktį, atsižvelgiant į išplėstinę matavimo neapibrėžtį, ir

gynybos ėminio analizės rezultatas rodo neatitiktį, bet ne neabejotiną, esant didesnei išplėstinei matavimo neapibrėžčiai nei oficialios kontrolės rezultato atveju,

tuomet gynybos ėminio analizės rezultatas negali pakeisti nustatytos oficialios kontrolės ėminio neatitikties.

4.3.2. *Atrankiniai metodai*

Atrankinės patikros rezultatas įvardijamas kaip atitinkantis reikalavimus arba įtariamą neatitinkantį reikalavimų.

Įtariamą reikalavimų neatitinkantis ėminys – ribinį lygį viršijantis ėminys, kuriame augalų toksinų kiekis gali būti didesnis nei STC. Gavus įtartiną rezultatą visada atliekama patvirtinamoji analizė siekiant neabejotinai identifikuoti augalų toksiną ir nustatyti jo kiekį.

Reikalavimus atitinka ėminys, kuriame augalų toksinų kiekis, esant 95 % patikimumui (t. y. 5 % tikimybei, kad ėminiai bus klaidingai palaikyti neigiamais), yra mažesnis už STC. Analizės rezultatas pateikiamas kaip „ $<$ už STC lygį“ ir nurodomas STC lygis.

4.4. **Laboratorijos kokybės standartai**

Laboratorija laikosi Reglamento (ES) 2017/625 37 straipsnio 4 ir 5 dalių nuostatų.