



2023/2783

15.12.2023.

KOMISIJAS ĪSTENOŠANAS REGULA (ES) 2023/2783

(2023. gada 14. decembris),

ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes augu toksīnu līmeņu kontrolēšanai pārtikā un atceļ Regulu (ES) 2015/705

(Dokuments attiecas uz EEZ)

EIROPAS KOMISIJA,

ņemot vērā Līgumu par Eiropas Savienības darbību,

ņemot vērā Eiropas Parlamenta un Padomes Regulu (ES) 2017/625 (2017. gada 15. marts) par oficiālajām kontrolēm un citām oficiālajām darbībām, kuras veic, lai nodrošinātu, ka tiek piemēroti pārtikas un barības aprites tiesību akti, noteikumi par dzīvnieku veselību un labturību, augu veselību un augu aizsardzības līdzekļiem, un ar ko groza Eiropas Parlamenta un Padomes Regulas (EK) Nr. 999/2001, (EK) Nr. 396/2005, (EK) Nr. 1069/2009, (EK) Nr. 1107/2009, (ES) Nr. 1151/2012, (ES) Nr. 652/2014, (ES) 2016/429 un (ES) 2016/2031, Padomes Regulas (EK) Nr. 1/2005 un (EK) Nr. 1099/2009 un Padomes Direktīvas 98/58/EK, 1999/74/EK, 2007/43/EK, 2008/119/EK un 2008/120/EK un atceļ Eiropas Parlamenta un Padomes Regulas (EK) Nr. 854/2004 un (EK) Nr. 882/2004, Padomes Direktīvas 89/608/EEK, 89/662/EEK, 90/425/EEK, 91/496/EEK, 96/23/EK, 96/93/EK un 97/78/EK un Padomes Lēmumu 92/438/EEK (Oficiālo kontroļu regula) ⁽¹⁾, un jo īpaši tās 34. panta 6. punktu,

tā kā:

- (1) Komisijas Regulā (ES) 2023/915 ⁽²⁾ ir noteikti dažu augu toksīnu maksimālie līmeņi pārtikā.
- (2) Paraugu ņemšanai ir izšķiroša nozīme augu toksīnu līmeņa noteikšanas precizitātē katrā konkrētajā partijā, jo augu toksīni partijā var būt izkliedēti heterogēni. Tāpēc ir lietderīgi noteikt paraugu ņemšanas metodes, kas izmantojamas augu toksīnu līmeņu oficiālai kontrolēšanai pārtikā.
- (3) Komisijas Īstenošanas regula (ES) 2023/2782 ⁽³⁾ nosaka paraugu ņemšanas metodes, kas izmantojamas mikotoksīnu līmeņu oficiālajai kontrolēšanai pārtikā. Tā kā gan augu toksīni, gan mikotoksīni partijās ir izkliedēti heterogēni, ir lietderīgi šīs paraugu ņemšanas metodes piemērot arī attiecībā uz augu toksīniem.
- (4) Oficiālās kontroles var veikt pārtikas produktiem, kuriem nav noteikts konkrēts maksimālais augu toksīnu līmenis un kuriem nav paredzēta īpaša paraugu ņemšanas kārtība. Tāpēc ir lietderīgi noteikt kritērijus, pēc kuriem nosaka, kāda paraugu ņemšanas kārtība šādos gadījumos būtu jāpiemēro.
- (5) Turklāt jānosaka vispārēji analītiskās veiktspējas kritēriji, kas nodrošinātu, ka kontroles laboratoriju izmantoto analītisko metožu veiktspēja ir savstarpēji salīdzināma. Tā kā mikotoksīnu un augu toksīnu jomā kompetentā Eiropas Savienības references laboratorija, pamatojamās uz labāko pieejamo zinātnisko informāciju, ir noteikusi analītiskās veiktspējas kritērijus, kas izmantojami pārtikā esošo augu toksīnu analizēšanā, ir lietderīgi šos kritērijus noteikt arī šajā regulā.

⁽¹⁾ OV L 95, 7.4.2017., 1. lpp.

⁽²⁾ Komisijas Regula (ES) 2023/915 (2023. gada 25. aprīlis) par konkrētu kontaminantu maksimālajiem līmeņiem pārtikā un ar ko atceļ Regulu (EK) Nr. 1881/2006 (OV L 119, 5.5.2023., 103. lpp.).

⁽³⁾ Komisijas Īstenošanas regula (ES) 2023/2782 (2023. gada 14. decembris), ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes mikotoksīnu līmeņu kontrolēšanai pārtikā un atceļ Regulu (EK) Nr. 401/2006 (OV L, 2023/2782, 15.12.2023., ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- (6) Komisijas Regula (ES) 2015/705 ⁽⁴⁾ nosaka paraugu ņemšanas metodes un veiktspējas kritērijus tām analīzes metodēm, kuras izmanto erukskābes koncentrācijas oficiālai kontrolēšanai pārtikas produktos. Tā kā šajā regulā noteiktās paraugu ņemšanas metodes un analītiskās veiktspējas kritēriji ir piemēroti arī augu toksīna erukskābes kontrolēšanai pārtikā, vienkāršības labad ir lietderīgi Regulu (ES) 2015/705 atcelt.
- (7) Ir jānodrošināts pietiekami daudz laika kontroles laboratorijām sagatavoties ar šo regulu ieviesto jauno prasību īstenošanai. Tāpēc ir lietderīgi noteikt saprātīgi ilgu termiņu līdz šīs regulas piemērošanai.
- (8) Lai nodrošinātu oficiālo kontroļu un citu reglamentējošo darbību veikšanas nepārtrauktību attiecībā uz augu toksīnu maksimālajiem līmeņiem un dotu pietiekami daudz laika analītisko metožu atkārtotai validēšanai, ir lietderīgi noteikt, ka pirms šīs regulas piemērošanas sākuma dienas validētās analītiskās metodes vēl noteiktu laiku var izmantot.
- (9) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Augu, dzīvnieku, pārtikas aprites un dzīvnieku barības pastāvīgās komitejas atzinumu,

IR PIENĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Šajā regulā piemēro definīcijas, kas noteiktas Īstenošanas regulas (ES) 2023/2782 1. pantā.

2. pants

1. Paraugus, kas paredzēti augu toksīnu līmeņu kontrolēšanai pārtikas produktos, ņem saskaņā ar I pielikumā noteiktajām metodēm.
2. Attiecībā uz pārtikas produktiem, ko nav iespējams klasificēt pārtikas produktu kategorijā, kurai I pielikumā ir noteikta paraugu ņemšanas kārtība, paraugu ņemšanas kārtību nosaka, ņemot vērā minētā pārtikas produkta daļiņu izmēru vai šā pārtikas produkta līdzību ar produktu, kuru iespējams klasificēt kādā no I pielikumā norādītajām pārtikas produktu kategorijām.
3. Ja pārtikas produktus nav iespējams klasificēt nevienā no I pielikumā uzskaitītajām pārtikas produktu kategorijām un ja ir pierādījumi, ka augu toksīns šādā pārtikas produktā ir izkliedēts homogēni, pārtikas paraugus ņem, izmantojot Komisijas Regulas (EK) Nr. 333/2007 ⁽⁵⁾ pielikuma B daļā noteikto paraugu ņemšanas kārtību.

3. pants

Paraugu sagatavošana un analīzes metodes, ko izmanto augu toksīnu līmeņu kontrolēšanai pārtikas produktos, atbilst II pielikumā noteiktajiem kritērijiem.

4. pants

Regulu (ES) 2015/705 atceļ. Atsauces uz atcelto regulu uzskata par atsaucēm uz šo īstenošanas regulu.

⁽⁴⁾ Komisijas Regula (ES) 2015/705 (2015. gada 30. aprīlis), ar ko nosaka paraugu ņemšanas metodes un izpildes kritērijus tām analīzes metodēm, kuras izmanto erukskābes koncentrācijas oficiālajai kontrolei pārtikas produktos, un ar ko atceļ Direktīvu 80/891/EEK (OV L 113, 1.5.2015., 29. lpp.).

⁽⁵⁾ Komisijas Regula (EK) Nr. 333/2007 (2007. gada 28. marts), ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes mikroelementu un pārstrādes procesā radušos piesārņotāju koncentrācijas kontrolei pārtikas produktos (OV L 88, 29.3.2007., 29. lpp.).

5. pants

Šī regula stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

To piemēro no 2024. gada 1. aprīļa. Tomēr analīzes metodes, kas validētas pirms šīs regulas piemērošanas sākšanas, var turpināt izmantot līdz 2028. gada 1. jūlijam, pat ja tās neatbilst visām šīs regulas II pielikuma 4.2. punkta īpašajām prasībām.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 2023. gada 14. decembrī

*Komisijas vārdā –
priekšsēdētāja*
Ursula VON DER LEYEN

I PIELIKUMS

Augu toksīnu līmeņu kontrolēšana pārtikā: paraugu ņemšanas metodes

I DAĻA

VISPĀRĪGIE NOTEIKUMI**A.1. Vispārīgie noteikumi****A.1.1. Darbinieki**

Paraugu ņemšanu veic persona, kuru izraudzījies dalībvalsts kompetentā iestāde.

A.1.2. Materiāls, no kura ņem paraugus

Paraugus no katras pārbaudāmās partijas ņem atsevišķi. Saskaņā ar īpašajiem paraugu ņemšanas noteikumiem attiecībā uz dažādiem augu toksīniem lielas partijas sadala apakšpartijās, lai paraugus ņemtu no katras apakšpartijas atsevišķi.

A.1.3. Veicamie piesardzības pasākumi

Ņemot un sagatavojot paraugus, veic piesardzības pasākumus, lai novērstu jebkādas izmaiņas, kas varētu:

- ietekmēt augu toksīna saturu, nelabvēlīgi ietekmēt analīžu veikšanu vai panākt, ka kopparaugs nav reprezentatīvs,
- ietekmēt pārtikas nekaitīgumu partijās, no kurām ņem paraugus.

Turklāt veic visus pasākumus, lai nodrošinātu to personu drošību, kuras ņem paraugus.

A.1.4. Punktparaugi

Cik iespējams, punktparaugus ņem dažādās partijas vai apakšpartijas vietās. Atkāpes no šādas procedūras reģistrē šā pielikuma A.1.8. daļā minētajā paraugu ņemšanas protokolā.

A.1.5. Kopparauga sagatavošana

Kopparaugu veido, kombinējot punktparaugus.

A.1.6. Replicētie paraugi

Replicētos paraugus, kas domāti izpildes panākšanas, aizstāvības un references vajadzībām, iegūst no homogenizētā kopparauga, ja vien šāda procedūra nav pretrunā ar dalībvalstu iekšējiem noteikumiem attiecībā uz pārtikas aprites operatoru tiesībām.

A.1.7. Paraugu iepakošana un nosūtīšana

Katru paraugu ievieto tūrā inerta materiāla tvertnē, kas nodrošina pienācīgu aizsardzību pret kontamināciju un bojājumiem transportēšanas laikā. Ievēro piesardzības pasākumus, kas vajadzīgi, lai novērstu jebkādas izmaiņas, kuras transportēšanas vai uzglabāšanas laikā varētu rasties parauga sastāvā.

A.1.8. Paraugu aizzīmogošana un marķēšana

Ikviens oficiāliem mērķiem ņemts paraugs tiek aizzīmogots parauga ņemšanas vietā un identificēts saskaņā ar attiecīgās dalībvalsts noteikumiem.

Katra paraugu ņemšana jāprotokolē, dodot iespēju nepārprotami identificēt katru partiju un norādīt paraugu ņemšanas datumu un vietu, kā arī visu papildinformāciju, kas var noderēt analīžu veicējiem.

A.2. Dažādu veidu partijas

Pārtikas preces var tirgot bez taras, konteineros vai individuālos iepakojumos, piemēram, maisos, maisiņos, mazumtirdzniecības/individuālajā iepakojumā. Paraugu ņemšanas metodi var piemērot precēm, kas laistas tirgū bez taras, konteineros vai individuālos iepakojumos, piemēram, maisos, maisiņos, mazumtirdzniecības/individuālajos iepakojumos vai jebkurā citā veidā.

Neierobežojot citās šā pielikuma daļās izklāstītos īpašos paraugu ņemšanas noteikumus, lai aprēķinātu paraugu ņemšanas biežumu no partijām, kas tirgū tiek laistas individuālos iepakojumos, piemēram, maisos, maisiņos vai mazumtirdzniecības/individuālajā iepakojumā, par orientieri izmanto šādu formulu:

$$\text{Paraugu ņemšanas biežums (SF) } n = \frac{\text{Partijas svars} \times \text{Punktparauga svars}}{\text{Kopparauga svars} \times \text{Individuālā iepakojuma svars}}$$

— svars: kilogramos (kg),

— paraugu ņemšanas biežums (SF): katrs n-tais individuālais iepakojums, no kura jāņem punktparags (decimāldaļskaitļi jānoapaļo līdz tuvākajam veselajam skaitlim).

A.3. Paraugu ņemšana precēm ar augstu tilpuma/svara attiecību

Izņemot pārtikas preces, uz kurām attiecas Īstenošanas regulas (ES) 2023/2782 I pielikuma II daļas L un M daļa, ja tiek ņemti paraugi no pārtikas precēm ar lielu tilpumu, bet mazu svaru (t. i., tilpums (dm³)/svars (kg) > 5), svara prasību var aizstāt ar līdzvērtīga tilpuma prasību (t. i., 1 kg aizstāt ar 1 dm³).

II DAĻA**PARAUGU ŅEMŠANAS METODES**

Piemēro Īstenošanas regulas (ES) 2023/2782 I pielikuma II daļā noteiktās paraugu ņemšanas metodes.

Tomēr kartupeļu un kartupeļu produktu (glikoalkaloīdu) un medus (pirolizidīna alkaloidu) paraugu ņemšanai piemēro Regulas (EK) Nr. 333/2007 pielikuma B daļu.

II PIELIKUMS

Augu toksīnu līmeņu kontrolēšanai pārtikā: paraugu sagatavošanas un analīzes metožu izvēles kritēriji

1. IEVADS Piesardzības pasākumi
Tā kā augu toksīnu izkliede nav homogēna, paraugus gatavo un jo īpaši homogenizē ārkārtīgi rūpīgi.
Ja homogenizāciju veic laboratorijā, homogenizē visu saņemto paraugu.
2. SAŅEMTĀ PARAUGA APSTRĀDE LABORATORIJĀ
Katru laboratorijai paredzēto paraugu rūpīgi izmaisa procesā, ar kuru ir iespējams panākt pilnīgu homogenizāciju (vajadzības gadījumā paraugu smalki samaļot).
Ja maksimālais līmenis jānosaka sausnā, sausas saturu produktā ar pārbaudītu precīzu metodi nosaka pēc homogenizētā parauga daļas.
3. REPLICĒTIE PARAUGI
Replicētos paraugus, kas domāti izpildes panākšanas, aizstāvības un references vajadzībām, iegūst no homogenizētā materiāla, ja vien šāda procedūra nav pretrunā ar dalībvalstu iekšējiem noteikumiem attiecībā uz pārtikas aprītes operatoru tiesībām.
4. LABORATORIJĀ IZMANTOJAMĀS ANALĪZES METODES UN LABORATORISKĀS KONTROLES PRASĪBAS
 - 4.1. **Vispārīgās prasības**
Pārtikas kontrolei izmantotās analīžu apstiprināšanas metodes atbilst Regulas (ES) 2017/625 III pielikuma 1. un 2. punkta noteikumiem.
Kad vien iespējams, metodes patiesums verificējams, analizējot sertificētu references materiālu un/vai ar panākumiem regulāri piedaloties prasmes testos.
 - 4.2. **Īpašās prasības**
 - 4.2.1. *Īpašās prasības attiecībā uz apstiprināšanas metodēm*
 - 4.2.1.1. Veiktspējas kritēriji
Apstiprināšanas metodēm piemēro turpmāk minētos veiktspējas kritērijus.
Atgūstamība: vidējai atgūstamībai vajadzētu būt 70–120 %.
Vidējā atgūstamība ir vidējā vērtība no replicētajiem paraugiem, kas validācijas procesā iegūti, nosakot precizitātes parametrus RSD_r un RSD_{wR}. Kritēriju piemēro visām koncentrācijām un visiem individuālajiem toksīniem.
Izņēmuma gadījumos var būt pieņemama vidējā atgūstamība ārpus iepriekšminētā diapazona, taču tai jābūt 50–130 % robežās un tikai tad, ja ir izpildīti RSD_r un RSD_{wR} precizitātes kritēriji.
Precizitāte
RSD_r ir ≤ 20 %.
RSD_{wR} ir ≤ 20 %.
RSD_r vajadzētu būt ≤ 25 %.
Šos kritērijus piemēro visām koncentrācijām.
Ja laboratorija sniedz pierādījumus, ka RSD_{wR} kritērijs ir izpildīts, pierādījumi par RSD_r kritērija izpildi nav nepieciešami, jo atbilstība RSD_{wR} garantē atbilstību RSD_r kritērijam.
Ja maksimālo pieļaujamo līmeni piemēro toksīnu summai, precizitātes kritēriji attiecas gan uz šo summu, gan uz individuāliem toksīniem.

Kvantitatīvās noteikšanas robeža (LOQ)

Ja 1. tabulā ir noteikta kāda īpaša prasība attiecībā uz augu toksīna LOQ, metodes LOQ jābūt tādai pašai vai zemākai.

1. tabula

LOQ prasības dažiem augu toksīniem

Augu toksīns	Piezīmes	Pārtika	LOQ prasība (µg/kg) vai (µg/l)
Pirrolizidīna alkaloidi		Kaltēts produkts	≤ 10
		Šķidrums produkts	≤ 0,15
Tropāna alkaloidi	Atsevišķa LOQ prasība atropīnam un skopolamīnam	Graudaugu pārtikas pārstrādes produkti zīdaiņiem un maziem bērniem	≤ 1
		Graudaugi un graudaugu produkti	≤ 2
		Zāļu tējas (kaltēts produkts)	≤ 5
		Zāļu tējas (šķidrums produkts)	≤ 0,05
Opija alkaloidi	Atsevišķa LOQ prasība morfinam un kodeīnam	Konditorejas izstrādājumi	≤ 500

Visos citos gadījumos piemēro:

LOQ ir ≤ 0,5*ML un, vēlams, vēl zemāks (≤ 0,2*ML).

Ja maksimālo pieļaujamo līmeni piemēro toksīnu summai, individuālu toksīnu LOQ ir ≤ 0,5*ML/n, kur "n" ir ML definīcijā iekļauto toksīnu skaits.

Identifikācija

Identifikācijā piemēro kritērijus, kas noteikti vadlīnijās mikotoksīnu un augu toksīnu identificēšanai pārtikā un barībā⁽¹⁾.

4.2.1.2. Metodes tvēruma paplašināšana

4.2.1.2.1. Citu augu toksīnu iekļaušana tvērumā

Jau esošas apstiprināšanas metodes tvērumu paplašinot ar papildu analīzi, lai pierādītu, ka metode ir piemērota, ir nepieciešama pilna validācija.

4.2.1.2.2. Citu preču iekļaušana tvērumā

Ja par apstiprināšanas metodi ir zināms, ka tā ir piemērojama citām precēm vai to var piemērot citām precēm, pārbauda, vai metode šīm citām precēm ir derīga. Ja jaunā prece pieder pie tādas preču grupas (sk. šā pielikuma 2. tabulu), kam jau veikta sākotnēja validācija, pietiek ar papildu validāciju ierobežotā apmērā.

4.2.2. Īpašās prasības attiecībā uz daļēji kvantitatīvām skrīninga metodēm

4.2.2.1. Tvērums

Šo iedaļu piemēro bioanalītiskajām metodēm, kuru pamatā ir imunoloģiskā atpazīšana vai saistīšanās pie receptoriem (piemēram, ELISA, metodes ar reaģentu nūjiņām, metodes, kurās izmanto laterālās plūsmas ierīces un imūnsensorus), un fizikālķīmiskajām metodēm, kuru pamatā ir hromatogrāfija vai tieša detektēšana ar maspektrometrijas paņēmieniem (piemēram, gaisa maspektrometrija). Var izmantot arī citas metodes (piemēram, plānslāņa hromatogrāfiju), ja vien ģenerētie signāli ir tieši saistīti ar interesējošiem augu toksīniem un dod iespēju izmantot šeit aprakstīto principu.

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

Īpašās prasības attiecas uz metodēm, kurās mērījuma rezultāts ir skaitliska vērtība, piemēram, reaģentu nūjiņu aparāta (relatīvā) reakcija, šķidrumhromatogrāfa un masspektrometra signāls u. tml., un uz kurām ir attiecināma parastā statistika.

Šīs prasības neattiecas uz metodēm, kurās neiegūst skaitliskas vērtības (proti, ir tikai svītra, kas parādās vai neparādās) un kurām nepieciešama cita validācijas pieeja. Īpašās prasības attiecībā uz šīm metodēm ir norādītas 4.2.3. punktā.

Šajā dokumentā ir aprakstīta kārtība, ko ievēro, validējot skrīninga metodes starplaboratoriskā validācijā, verificējot starplaboratoriskā sadarbībā validētas metodes veikspēju un skrīninga metodes validējot atsevišķā laboratorijā.

4.2.2.2. Validācijas procedūra

Validācijas nolūks ir pierādīt, ka skrīninga metode ir nolūkam piemērota. To dara, nosakot robežvērtību un šķietami negatīvo un šķietami aizdomīgo paraugu īpatsvaru. Šie divi parametri atspoguļo tādu veikspējas raksturlielumus kā detektēšanas spēja, selektivitāte un precizitāte.

Skrīninga metodes var validēt gan starplaboratoriski, gan atsevišķā laboratorijā. Ja attiecībā uz kādu konkrētu augu toksīnu/matrici/STC kombināciju starplaboratoriju validācijas dati jau ir pieejami, pietiek, ka metodes veikspēju verificē metodes ieviešēja laboratorija.

4.2.2.2.1. Sākotnējā validācija, ko veic atsevišķas laboratorijas validācijā

Augu toksīni

Validāciju veic attiecībā uz katru tvērumā esošo augu toksīnu. Attiecībā uz bioanalītiskajām metodēm, kurās iegūst kombinētu reakciju uz noteiktu augu toksīnu grupu (piemēram, pirolizidīna alkaloidiem), ir jāpierāda, ka metodes ir piemērojamas, un metodes tvērumā jānorāda uz minētā testa ierobežojumiem. Uzskata, ka nevēlama šķērsreaktivitāte mērķa augu toksīnu šķietami negatīvo rezultātu īpatsvaru nepalielina, bet var palielināt šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvaru. Šo nevēlamo palielinājumu mazina ar apstiprinošu analīzi, kurā augu toksīnus nepārprotami identificē un izsaka kvantitatīvi.

Matrices

Sākotnēju validāciju veic attiecībā uz katru precī vai, ja ir zināms, ka metodi var izmantot vairākām precēm, attiecībā uz katru precu grupu. Pēdējā gadījumā no minētās grupas izvēlas vienu reprezentatīvu un nozīmīgu precī (sk. 2. tabulu).

Paraugu komplekts

Validācijai nepieciešamais dažādu paraugu minimālais skaits ir 20 homogēni negatīvās kontroles paraugi un 20 homogēni pozitīvās kontroles paraugi, kas satur augu toksīnu skrīninga mērķkoncentrācijā, un visus paraugus piecu nesecīgu dienu laikā analizē laboratoriskās reproducējamības (RSD_{wR}) noteikšanas apstākļos. Lai noskaidrotu, cik labi ar metodi var atšķirt dažādas augu toksīnu koncentrācijas, validācijas komplektam var pievienot papildu komplektus ar 20 paraugiem, kuros augu toksīna līmenis ir cits.

Koncentrācija

Katrai regulāri izmantotai skrīninga mērķkoncentrācijai (STC) ir jābūt validētai.

4.2.2.2.2. Sākotnējā validācija ar starplaboratoriju salīdzinošās testēšanas starpniecību

Validāciju ar starplaboratoriju salīdzinošās testēšanas palīdzību veic saskaņā ar ISO 5725:1994 vai IUPAC starptautisko saskaņoto protokolu, vai citu starptautiski atzītu protokolu par salīdzinošo testēšanu, kurā prasīts iekļaut derīgus datus no vismaz astoņām dažādām laboratorijām. Vienīgā atšķirība no atsevišķā laboratorijā veiktas validācijas ir tāda, ka ≥ 20 paraugus uz precī/līmeni iespējams vienmērīgi sadalīt pa līdzdalīgajām laboratorijām, katrai laboratorijai vismaz divus paraugus.

4.2.2.3. Tukšo paraugu robežvērtības un šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvara noteikšana tukšiem paraugiem

Vajadzīgos parametrus aprēķina, pamatojoties uz (relatīvajām) atbildēm, kas iegūtas no negatīvās kontroles un pozitīvās kontroles paraugiem.

Skrīninga metodes, kurās atbildes rezultāts ir proporcionāls augu toksīna koncentrācijai

Skrīninga metodēs, kurās atbildes rezultāts ir proporcionāls augu toksīnu koncentrācijai, robežvērtību nosaka šādi:

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

R_{STC} = pozitīvās kontroles paraugu vidējais rezultāts (satur STC)

t vērtība: vienaspusīga t vērtība, ja šķietami negatīva rezultāta īpatsvars ir 5 % (sk. 3. tabulu)

SD_{STC} = standartnovirze

Skrīninga metodes, kurās atbildes rezultāts ir apgriezti proporcionāls augu toksīna koncentrācijai

Līdzīgi skrīninga metodēs, kurās atbildes rezultāts ir apgriezti proporcionāls augu toksīnu koncentrācijai, robežvērtību nosaka šādi:

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

Robežvērtības noteikšanai izmantojot šo konkrēto t vērtību, iestata šķietami negatīvo rezultātu īpatsvara noklusējumvērtību 5 %.

Novērtējums par piemērotību nolūkam

No negatīvās kontroles paraugiem iegūtos rezultātus izmanto, lai novērtētu atbilstošo šķietami aizdomīgo rezultātu līmeni. T vērtība tiek aprēķināta atbilstoši gadījumam, ja negatīvās kontroles parauga rezultāts pārsniedz robežvērtību, tādējādi kļūdaini klasificējot to kā aizdomīgu.

$$t \text{ vērtība} = (\text{robežvērtība} - \text{vidējā}_{\text{tukšais}}) / SD_{\text{tukšais}}$$

(skrīninga metodēm, kurās atbildes rezultāts ir proporcionāls augu toksīna koncentrācijai)

vai

$$t \text{ vērtība} = (\text{vidējā}_{\text{tukšais}} - \text{robežvērtība}) / SD_{\text{tukšais}}$$

(skrīninga metodēm, kurās atbildes rezultāts ir apgriezti proporcionāls augu toksīna koncentrācijai).

Iegūtajai t vērtībai, kuras pamatā ir brīvības pakāpes, kas aprēķinātas no eksperimentu skaita, šķietami aizdomīgo paraugu varbūtību vienaspusējā izkļiedē var vai nu aprēķināt (piemēram, ar izklājlapas funkciju "TDIST") vai ņemt no t izkļiedes tabulas (sk. 3. tabulu).

Attiecīgā vienaspusējā t vērtības izkļiede norāda šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvaru.

Šīs koncepcijas detalizēts izklāsts ar paraugu atrodams *Analytical and Bioanalytical Chemistry* DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Metodes tvēruma paplašināšana

4.2.2.4.1. Citu augu toksīnu iekļaušana tvērumā

Jau esošas skrīninga metodes tvērumu paplašinot ar jauniem augu toksīniem, lai pierādītu, ka metode ir piemērota, ir nepieciešama pilna validācija.

4.2.2.4.2. Citu preču iekļaušana tvērumā

Ja par skrīninga metodi ir zināms, ka tā ir piemērojama citām precēm vai to var piemērot citām precēm, pārbauda, vai metode šīm citām precēm ir derīga. Ja jaunā prece pieder pie tādas preču grupas (sk. šā pielikuma 2. tabulu), kam jau veikta sākotnēja validācija, pietiek ar papildu validāciju ierobežotā apmērā. Šim nolūkam vismaz 10 homogēnus negatīvās kontroles paraugus un 10 homogēnus pozitīvās kontroles paraugus (kuri satur skrīninga mērķkoncentrāciju) analizē laboratoriskās reproducējamības noteikšanas apstākļos. Visu pozitīvās kontroles paraugu rezultāta vērtība pārsniedz robežvērtību. Ja šis kritērijs nav izpildīts, ir nepieciešama pilna validācija.

4.2.2.5. Starplaboratoriju salīdzinošā testēšanā jau validētu metožu verifikācija

Skrīninga metodēm, kas jau tikušas sekmīgi validētas starplaboratoriju salīdzinošā testēšanā, verificē metodes analītisko veiktspēju. Šim nolūkam analizē vismaz sešus negatīvās kontroles paraugus un sešus pozitīvās kontroles paraugus (kuri satur skrīninga mērķkoncentrāciju). Visu pozitīvās kontroles paraugu rezultāta vērtība pārsniedz robežvērtību. Ja šis kritērijs nav izpildīts, laboratorijai jāanalizē pamatcēlonis, lai noteiktu, kāpēc tā nespēj nodrošināt atbilstību starplaboratoriju salīdzinošā testēšanā iegūtajai specifiskajai. Metodes analītisko veiktspēju savā laboratorijā tā no jauna verificē tikai pēc koriģējošu pasākumu veikšanas. Ja laboratorija nevar verificēt starplaboratoriju salīdzinošā testēšanā iegūtos rezultātus, tai pilnā atsevišķas laboratorijas veiktā validācijā būs jānosaka pašai sava robežvērtība.

4.2.2.6. Pastāvīgā metodes verifikācija/pastāvīgā metodes validācija

Pēc sākotnējās validācijas papildu validācijas datus iegūst, katrā skrīninga paraugu partijā iekļaujot vismaz divus pozitīvās kontroles paraugus. Viens pozitīvās kontroles paraugs ir zināms paraugs (piemēram, sākotnējā validācijā izmantots paraugs), otrs ir cita prece no tās pašas preču grupas (ja analizē tikai vienu preci, izmanto citu tās pašas preces paraugu). Pēc izvēles iekļauj negatīvās kontroles paraugu. Līdzšinējam validācijas komplektam pievieno par diviem pozitīvās kontroles paraugiem iegūtos rezultātus.

Vismaz reizi gadā robežvērtību nosaka un metodes validitāti novērtē no jauna (iepriekšējā gadā iegūto pieejamo kvalitātes nodrošināšanas/kvalitātes kontroles datu atkārtota izvērtēšana). Metode tiek pastāvīgi verificēta vairāku apsvērumu dēļ, un šajā sakarā:

- tiek kontrolēta ar skrīningu pārbaudīto paraugu partijas kvalitāte,
- tiek iegūta informācija par metodes darbības noturību tās laboratorijas apstākļos, kas to piemēro,
- tiek pamatota metodes piemērojamība dažādām precēm,
- ja laika gaitā ieviesusies pakāpeniska novirze, ir iespējams koriģēt robežvērtības.

4.2.2.7. Validācijas pārskats

Validācijas pārskatā ietilpst:

- paziņojums par STC,
- paziņojums par noteikto robežvērtību,

Piezīme: robežvērtības zīmīgo ciparu skaitam jābūt vienādam ar STC zīmīgo ciparu skaitu. Robežvērtības aprēķināšanai izmantotajos skaitļos zīmīgo ciparu skaitam jābūt vismaz par vienu vairāk nekā STC.

- norāde par aprēķināto šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvaru,
- norāde par to, kā iegūts šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvars.

Piezīme: deklarētais aprēķināto šķietami aizdomīgo rezultātu īpatsvars par to, vai metode ir piemērota nolūkam, liecina tādā veidā, ka norāda, cik daudziem tukšiem (vai maz kontaminētiem) paraugiem tiks veikta verifikācija.

2. tabula

Apstiprināšanas un skrīninga metožu validācijas preču grupas

Preču grupa	Preču kategorija	Kategorijā ietilpstošas tipiskas reprezentatīvas preces
Augsts ūdens saturs	Dzērieni Augļi un dārzeņi Graudaugu vai augļu (pamatsaturs) biezeņi Svaigi kulinārijas garšaugi	Zāļu tējas (šķidrums), gurķu mētras lapas, zīdaiņiem un maziem bērniem paredzēti biezeņi
Augsts eļļas saturs	Kokaugu rieksti Eļļas augu sēklas un to produkti Augļi ar augstu eļļas saturu un to produkti	Mandeles, aprikožu kodoli, rapša sēklas, kokvilnas sēklas, linsēklas, lupīnu sēklas, magoņu sēklas, kaņepju sēklas u. c. Eļļas un pastas
Augsts cietes un/vai olbaltumvielu saturs un zems ūdens un tauku saturs	Graudaugu sēklas un to produkti Diētiskie produkti	Kukurūza, griķi, prosa, sorgo, maniokas milti, kartupeļu produkti Maize, konditorejas izstrādājumi, krekeri, sausās brokastu pārslas, makaronu izstrādājumi Dehidrēti pulveri zīdaiņu un mazu bērnu ēdiena sagatavošanai
Augsts skābes saturs un augsts ūdens saturs (*)	Citrusaugļu produkti	
“Sarežģītas vai unikālas preces” (**)		Ziedputekšņi un ziedputekšņu produkti, uztura bagātinātāji, zāļu tējas (kaltēts produkts), tēja (kaltēts produkts) Garšvielas, lakrica
Augsts cukura saturs, zems ūdens saturs	Žāvēti augļi	Vīģes, rozīnes, korintes, sultanas, medus
Piens un piena produkti	Piens Siers Piena produkti (piemēram, piena pulveris)	Govs, kazas un bifeļmātes piens Govs siers, kazas siers Jogurts, krējums

(*) Ja ekstrakcijas posmā pH izmaiņas ir stabilizētas ar bufervielas palīdzību, attiecīgo preču grupu var apvienot vienā preču grupā “Augsts ūdens saturs”.

(**) “Sarežģītām vai unikālām precēm” pilna validācija jāveic tikai tad, ja tās analizē bieži. Ja tās analizē tikai dažkārt, validācijai pietiek, ja ar tukšiem paraugiem, kam pievienota standartkoncentrācija, pārbauda ziņojumā norādāmās robežvērtības.

3. tabula

Vienpusīga t vērtība, ja šķietami negatīva rezultātu īpatsvars ir 5 %

Brīvības pakāpe	Replīcēto paraugu skaits	t vērtība (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. Prasības, kas attiecas uz kvalitatīvajām skrīninga metodēm (metodēm, ar kurām neiegūst skaitliskas vērtības)

Ar bināru testēšanas metožu validācijas vadlīniju izstrādi patlaban nodarbojas dažādas standartizācijas organizācijas (piemēram, AOAC, ISO). AOAC ir izstrādājusi vadlīnijas par bināro testēšanas metožu validēšanu. Var uzskatīt, ka šis dokuments atspoguļo bināro testēšanas metožu validācijas jomā sasniegto tehnisko līmeni. Tāpēc metodes, ar kurām iegūst binārus rezultātus (piemēram, indikatorstrēmelišu testu vizuāla pārbaude), jāvalidē saskaņā ar AOAC starptautiskajām vadlīnijām kvalitatīvo binārās ķīmijas metožu apstiprināšanai ⁽²⁾.

Tomēr var izmantot citas atzītas validācijas vadlīnijas, piemēram, pieeju, kas paredzēta ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 "Vadlīnijas kvalitatīvu skrīninga metožu apstiprināšanai veterināro medikamentu atlieku detektēšanai pienā un piena produktos".

4.3. Mērījuma nenoteiktības skaitliskā noteikšana, atgūstamības aprēķināšana un rezultātu atspoguļošana ziņojumā ⁽³⁾

4.3.1. Apstiprināšanas metodes

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

⁽³⁾ Sīkāki norādījumi par mērījumu nenoteiktības un mērījumu nenoteiktības vērtību aplēsi atrodami ziņojumā "Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation" [Ziņojums par sakarību starp analītiskajiem rezultātiem, mērījuma nenoteiktību, atgūstamības faktoriem un ES pārtikas un barības aprites tiesību aktu normām]: https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Analītiskais rezultāts ziņojumā jānorāda šādi:

- a) ar atgūstamības korekcijām attiecīgos gadījumos, un norāda, ja veikta korekcija. Atgūstamības koeficients ir jānorāda, izņemot gadījumus, kad procedūra paredz iekšējo novirzes korekciju. Ja atgūstamība ir 90–110 %, koriģējums ar atgūstamību nav nepieciešams;
- b) kā $x \pm U$, kur "x" ir analītiskais rezultāts un "U" ir paplašinātā analītiskā mērījuma nenoteiktība, izmantojot pārklāšanās koeficientu 2 un iegūstot apmēram 95 % ticamību.

Ir iespēja ziņot par 50 % lielas paplašinātās mērījumu nenoteiktības piemērošanu pēc noklusējuma, bet tikai tad, ja laboratorija atbilst visām 4.2. punktā norādītajām precizitātes prasībām. Atsevišķi ņemta laboratorija var pierādīt, ka, izpildot atkārtotamības (RSD_r) un laboratoriskās reproducējamības (RSD_{WR}) kritērijus un sekmīgi piedaloties prasmes pārbaudes programmās (izņemot ja piemērotu prasmes pārbaudes programmu nav), vidējais z rādītājs $|z| \leq 2$ parāda, ka ir panākta nepieciešamā reproducējamība (RSD_R) (pamatojoties uz mērķa standartnovirzi 25 %).

Ja toksīnu summai ir noteikts maksimālais pieļaujamais līmenis, ziņo visu individuālo toksīnu analītiskos rezultātus.

Atgūstamības korekciju, ja tāda ir, katram individuālam toksīnam veic pirms koncentrāciju summēšanas.

Lai pārbaudītu atbilstību ML summai, piemēro zemākās robežas pieeju, un tas nozīmē, ka individuālu toksīnu rezultātus, kas ir mazāki par LOQ vērtību, summas aprēķinā aizstāj ar nulli.

Partijas pieņemšanas vai noraidīšanas gadījumā šos interpretācijas noteikumus attiecina uz analītiskajiem rezultātiem, kas iegūti parauga oficiālajā kontrolē. Analīzēm, kas vajadzīgas aizstāvības vai references nolūkā, piemēro attiecīgās valsts tiesību normas. Jo īpaši, ja

oficiālās kontroles parauga analītiskais rezultāts liecina par neatbilstību bez kādām pamatotām šaubām, ņemot vērā paplašināto mērījumu nenoteiktību, un

aizstāvības parauga analītiskais rezultāts norāda uz neatbilstību, bet bez kādām pamatotām šaubām un ar lielāku paplašināto mērījumu nenoteiktību nekā oficiālajā kontrolē,

tad aizstāvības parauga analītiskais rezultāts nevar būt noteicošs pār konstatēto oficiālās kontroles parauga neatbilstību.

4.3.2. *Skrīninga metodes*

Skrīninga rezultātus ziņojumā norāda kā atbilstīgus vai kā tādus, par kuru neatbilstību ir aizdomas.

"Aizdomas par neatbilstību" nozīmē, ka paraugā ir pārsniegta robežvērtība un attiecīgi augu toksīna līmenis var būt lielāks par *STC*. Jebkādu aizdomīgu rezultātu gadījumā jāveic apstiprinoša analīze, lai augu toksīnu nepārprotami identificētu un izteiktu kvantitatīvi.

"Atbilstīgs" nozīmē, ka augu toksīna saturs paraugā ar 95 % ticamību ir $< STC$ (proti, pastāv 5 % iespēja, ka paraugus kļūdaini paziņos kā negatīvus). Analītisko rezultātu paziņo formā " $< STC$ līmenis", norādot skrīninga mērķkoncentrācijas līmeni.

4.4. **Laboratoriskās kvalitātes standarti**

Laboratorijai jāatbilst Regulas (ES) 2017/625 37. panta 4. un 5. punkta prasībām.