

31996L0046

L 214/18

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

23.8.1996

DYREKTYWA KOMISJI 96/46/WE**z dnia 16 lipca 1996 r.****zmieniająca dyrektywę Rady 91/414/EWG dotyczącą wprowadzania do obrotu środków ochrony roślin****(Tekst mający znaczenie dla EOG)**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając dyrektywę Rady 91/414/EWG z dnia 15 lipca 1991 r. dotyczącą wprowadzania do obrotu środków ochrony roślin ⁽¹⁾, ostatnio zmienioną dyrektywą Komisji 96/12/WE ⁽²⁾, w szczególności jej art. 18 ust. 2,

a także mając na uwadze, co następuje:

załączniki II i III do dyrektywy 91/414/EWG ustanawiają wymogi dotyczące dokumentacji, która ma być przedłożona przez wnioskodawcę odpowiednio w celu włączenia substancji czynnej do załącznika I oraz w celu wydania zezwolenia na dopuszczenie środka ochrony roślin do obrotu;

konieczne jest wskazanie wnioskodawcom w załącznikach II i III, możliwie jak najdokładniej, wszelkich danych szczegółowych dotyczących wymaganych informacji, takich jak okoliczności, warunki i protokoły techniczne, na podstawie których niektóre dane muszą być uzyskane; przepisy te powinny być wprowadzone możliwie jak najszybciej, aby umożliwić wnioskodawcom korzystanie z nich przy opracowywaniu dokumentacji;

obecnie możliwe jest dokładniejsze przedstawienie szczegółów w odniesieniu do wymogów w zakresie danych dotyczących metod analitycznych dla substancji czynnych przewidzianych w załączniku II sekcja 4 część A;

obecnie jest także możliwe dokładniejsze przedstawienie szczegółów w odniesieniu do wymogów w zakresie danych dotyczących metod analitycznych dla środków ochrony roślin przewidzianych w załączniku III sekcja 5 część A;

środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Zdrowia Roślin,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

W dyrektywie 91/414/EWG wprowadza się następujące zmiany:

- 1) w części A załącznika II sekcję zatytułowaną „4. Metody analityczne” zastępuje się niniejszym załącznikiem I;
- 2) w części A załącznika III sekcję zatytułowaną „5. Metody analityczne” zastępuje się niniejszym załącznikiem II.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie wprowadzą w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy do dnia 30 kwietnia 1997 r. i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Przepisy przyjęte przez Państwa Członkowskie zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie takie towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określane są przez Państwa Członkowskie.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie z dniem 1 maja 1996 r.

Artykuł 4

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 16 lipca 1996 r.

W imieniu Komisji

Franz FISCHLER

Członek Komisji

⁽¹⁾ Dz.U. L 230 z 19.8.1991, str. 1.

⁽²⁾ Dz.U. L 65 z 15.3.1996, str. 20.

ZAŁĄCZNIK I

„4. METODY ANALITYCZNE

Wprowadzenie

Przepisy niniejszej sekcji dotyczą wyłącznie metod analitycznych wymaganych do celów kontroli po-rejestracyjnej i monitoringu.

W przypadku metod analitycznych stosowanych w celu uzyskania danych, zgodnie z wymogami niniejszej dyrektywy lub też w innych celach, wnioskodawca musi uzasadnić stosowane metody; w miarę potrzeby zostaną opracowane oddzielne wytyczne dla takich metod na podstawie tych samych wymogów, jakie zostały określone dla metod do celów kontroli po-rejestracyjnej i monitoringu.

Należy dostarczyć opisy metod i załączyć szczegółowe dane odnośnie do stosowanego sprzętu, materiałów i warunków.

O ile jest to możliwe, metody te muszą wykorzystywać najprostsze podejście, angażować minimalne koszty i wymagać powszechnie dostępnego sprzętu.

Do niniejszej sekcji stosuje się:

Zanieczyszczenia	Każdy składnik, inny niż czysta substancja czynna, znajdujący się w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana (w tym nieaktywne izomery), pochodzący z procesu produkcyjnego lub powstający na skutek degradacji podczas składowania,
Istotne zanieczyszczenia	Metabolity o znaczeniu toksykologicznym i/lub ekotoksykologicznym lub też mające wpływ na środowisko,
Znaczne zanieczyszczenia	Zanieczyszczenia o zawartości 1 g/kg w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana,
Metabolity	Metabolity obejmujące produkty powstałe na skutek degradacji lub reakcji substancji czynnej,
Istotne metabolity	Metabolity o znaczeniu toksykologicznym i/lub ekotoksykologicznym lub też mające wpływ na środowisko.

Na żądanie muszą być dostarczone następujące próbki:

- i) normy analityczne czystej substancji czynnej;
- ii) próbki substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana;
- iii) normy analityczne istotnych metabolitów i wszystkich innych składników zawartych w definicji pozostałości;
- iv) jeśli dostępne, próbki substancji referencyjnych dla istotnych zanieczyszczeń.

4.1. Metody analityczne substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana.

Do celów niniejszego punktu stosuje się następujące definicje:

i) Specyficzność

Specyficzność jest to zdolność metody do odróżnienia badanego analitu od innych substancji.

ii) Liniowość

Liniowość to zdolność metody w określonym zakresie do uzyskania dopuszczalnej korelacji liniowej między wynikami a stężeniem analitu w próbkach.

iii) Dokładność

Dokładność metody jest określana stopniem, w jakim ustalona wartość analitu zawartego w próbce odpowiada przyjętej wartości referencyjnej (na przykład ISO 5725).

iv) *Precyzja*

Precyzja określana jest jako przybliżenie zgodności między niezależnymi wynikami badań uzyskanymi w określonych warunkach.

Powtarzalność: precyzja w warunkach powtarzalności tj. warunki, w jakich uzyskano niezależne wyniki badań prowadzonych tą samą metodą, na identycznym materiale badawczym, w tym samym laboratorium, przez tego samego użytkownika, przy użyciu tego samego sprzętu, w krótkich odstępach czasu.

Odtwarzalność nie jest wymagana dla substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana. (definicja odtwarzalności - patrz ISO 5725).

4.1.1. Metody, które muszą być dokładnie opisane, muszą być zapewnione w celu określenia zawartości czystej substancji czynnej w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana, co określono w dokumentacji przedłożonej w celu poparcia włączenia do załącznika I do dyrektywy 91/414/EWG. Należy podać stosowalność istniejących metod Cipac.

4.1.2. Muszą być zapewnione metody w celu określania znacznych i/lub istotnych zanieczyszczeń i dodatków (np. stabilizatory) znajdujących się w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana.

4.1.3. Specyficzność, liniowość, dokładność i powtarzalność.

4.1.3.1. Specyficzność przedłożonych metod musi być wykazana i podana. Dodatkowo, musi być ustalony zakres oddziaływania innych substancji zawartych w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana (np. izomerów, zanieczyszczeń lub dodatków).

Podczas gdy oddziaływania spowodowane innymi składnikami mogą być określane jako powtarzające się błędy w ocenie dokładności metod zaproponowanych w celu określenia czystej substancji czynnej w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana, przedstawione być musi wyjaśnienie występujących oddziaływań, które dotyczą ponad ± 3 % całkowitej ilości ustalonej. Musi być wykazany stopień oddziaływania dla metod stosowanych do określenia zanieczyszczeń.

4.1.3.2. Należy ustalić i podać liniowość proponowanych metod we właściwym zakresie. W celu określenia czystej substancji czynnej zakres kalibracji musi przekraczać (o co najmniej 20 %) najwyższą i najniższą nominalną zawartość analitu w stosownych roztworach analitycznych. Powtórne oznaczenia kalibracji muszą być przeprowadzone w odniesieniu do trzech lub większej ilości stężeń. Dopuszczalna jest alternatywna metoda stosowania pięciu stężeń, każde z nich jako pojedynczy pomiar. Przedłożone sprawozdania muszą zawierać równanie linii kalibracji, a także współczynnik korelacji, oraz reprezentatywną i odpowiednio oznakowaną dokumentację z analiz, np. chromatogramy.

4.1.3.3. W odniesieniu do metod służących do określenia czystej substancji czynnej oraz znacznych i/lub istotnych zanieczyszczeń w substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana, wymagana jest precyzja.

4.1.3.4. W przypadku powtarzalności przy określaniu czystej substancji czynnej należy dokonać w zasadzie co najmniej pięciu określeń. Należy podać względne odchylenie standardowe (% WOS). Wartości izolowane określone za pomocą odpowiedniej metody (np. test Dixona lub test Grubba) mogą być odrzucone. Jeśli wartości izolowane zostały odrzucone, fakt ten należy jasno wskazać. Należy podjąć próbę wyjaśnienia powodu wystąpienia poszczególnych wartości izolowanych.

4.2. **Metody oznaczania pozostałości**

Metody te muszą być odpowiednie do oznaczenia substancji czynnej i/lub istotnych metabolitów. Dla każdej z tych metod i dla każdej istotnej reprezentatywnej macierzy muszą być doświadczalnie ustalone i podane: specyficzność, dokładność, odzysk oraz granica oznaczalności.

W zasadzie, proponowane metody oznaczania pozostałości powinny być metodami wielokrotnej pozostałości; standardowa metoda wielokrotnej pozostałości musi być oceniona i podana w zakresie jej odpowiedniości w oznaczaniu pozostałości. Jeśli proponowane metody dotyczące pozostałości nie są metodami wielokrotnej pozostałości lub nie są zgodne z takimi metodami, zaproponowana musi być metoda alternatywna. Jeśli w wyniku tego wymogu powstanie nadmierna liczba metod dla pojedynczych składników, może zostać zastosowana metoda oznaczania cech wspólnych.

Do niniejszej sekcji stosuje się:

i) *Specyficzność*

Specyficzność jest zdolnością metody do odróżnienia badanego analitu od innych substancji.

ii) *Precyzja*

Precyzja określana jest jako przybliżenie zgodności między wynikami niezależnych badań uzyskanymi w określonych warunkach.

Powtarzalność: precyzja w warunkach powtarzalności; tj. warunki, w jakich uzyskano wyniki niezależnych badań prowadzonych tą samą metodą, na tym samym materiale badawczym, w tym samym laboratorium, przez tego samego użytkownika, przy użyciu tego samego sprzętu, w krótkich odstępach czasu.

Odtwarzalność: z uwagi, iż definicja odtwarzalności znajdująca się w stosownych publikacjach (na przykład w ISO 5725) ogólnie nie jest stosowana w przypadku metod analitycznych pozostałości, odtwarzalność w kontekście niniejszej dyrektywy określana jest jako zatwierdzenie powtarzalności odzysku z reprezentatywnych macierzy i na reprezentatywnych poziomach przez co najmniej jedno laboratorium, które jest niezależne od laboratorium, które początkowo zatwierdziło badania (to niezależne laboratorium może być częścią tego samego przedsiębiorstwa) (zatwierdzenie niezależnego laboratorium).

iii) *Odzysk*

Procent ilości substancji czynnej lub istotnego metabolitu dodanego początkowo do próbki odpowiedniej macierzy, która zawiera niewykrywalny poziom analitu.

iv) *Granica oznaczalności*

Granica oznaczalności (często nazywana granicą kwantyfikacji) jest określana jako najniższe badane stężenie, w którym uzyskana jest możliwa do przyjęcia średnia odzysku (zazwyczaj 70–110 % z względną standardową odchylenia w granicach 20 %; w niektórych uzasadnionych przypadkach mogą być przyjęte niższe lub wyższe poziomy średniej odzysku, a także wyższe względne standardowe odchylenia).

4.2.1. Pozostałości w/na roślinach, produktach roślinnych, środkach spożywczych (pochodzenia zwierzęcego i roślinnego) i paszach.

Przedłożone metody muszą być odpowiednie do oznaczania wszystkich składników zawartych w definicji pozostałości przedłożonej zgodnie z przepisami sekcji 6, pkt 6.1 i 6.2 w celu umożliwienia Państwowi Członkowskiemu określenia zgodności z ustalonymi najwyższymi dopuszczalnymi poziomami pozostałości lub w celu oznaczania usuwalnych pozostałości.

Specyficzność tych metod musi umożliwić określenie wszystkich składników zawartych w definicji pozostałości przy użyciu, w stosownych przypadkach, dodatkowej potwierdzającej metody.

Powtarzalność musi być oznaczona i podana. Identyczne próbki testowe dla badania analitycznego mogą być sporządzone ze zwykłej próbki pochodzącej z pola poddanego działaniu środka, zawierającej pozostałości. Ewentualnie identyczne próbki testowe dla badania analitycznego mogą być sporządzone ze zwykłej próbki niepoddanej działaniu środka, zawierającej zwiększone ilości do wymaganego(-ych) poziomu(-ów).

Wyniki zatwierdzenia muszą być przedłożone przez niezależne laboratorium.

Należy określić i podać granicę oznaczalności, w tym indywidualny i średni poziom odzysku. Należy określić i podać doświadczalnie całkowite względne odchylenie standardowe, a także względne odchylenie standardowe dla każdego poziomu zwiększenia.

4.2.2. Pozostałości w glebie

Należy przedłożyć metody analizy gleby w odniesieniu do związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów.

Specyficzność metod musi umożliwić oznaczenie związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów przy użyciu, w stosownych przypadkach, dodatkowej metody potwierdzającej.

Powtarzalność, odzysk i granica oznaczalności, w tym indywidualny i średni poziom odzysku, muszą być określone i przedstawione. Należy doświadczalnie określić i podać całkowite względne odchylenie standardowe, a także względne odchylenie standardowe dla każdego poziomu zwiększenia.

Proponowana granica oznaczalności nie może przekraczać stężenia, które jest rozważane ze względu na narażenie organizmów niebędących przedmiotem zwalczania lub z powodu wpływu fitotoksycznego. Zazwyczaj proponowana granica oznaczalności nie powinna przekraczać 0,05 mg/kg.

- 4.2.3. Pozostałości w wodzie (w tym woda pitna, wody gruntowe, wody powierzchniowe)
- Należy przedłożyć metody analizy związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów.
- Specyficzność tych metod musi umożliwić określenie związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów przy użyciu, w stosownych przypadkach, dodatkowej potwierdzającej metody.
- Powtarzalność, odzysk i granica oznaczalności, w tym indywidualny i średni poziom odzysku, muszą być określone i podane. Całkowite względne odchylenie standardowe, a także względne odchylenie standardowe dla każdego poziomu zwiększenia, musi być doświadczalnie określone i przedłożone.
- W odniesieniu do wody pitnej proponowana granica oznaczalności nie może przekroczyć 0,1 µg/l. W odniesieniu do wody gruntowej proponowana granica oznaczalności nie może przekroczyć stężenia, które ma wpływ na organizmy niebędące przedmiotem zwalczania, uważanego za niedopuszczalne zgodnie z wymogami załącznika VI.
- 4.2.4. Pozostałości w powietrzu
- Metody analizy substancji czynnych i/lub istotnych metabolitów znajdujących się w powietrzu, powstałych podczas lub krótko po stosowaniu, muszą być przedłożone, chyba że zostanie uzasadnione, że użytkownicy, pracownicy lub osoby trzecie nie byli w żadnym stopniu narażeni.
- Specyficzność tych metod musi umożliwić określenie związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów przy użyciu, w stosownych przypadkach, dodatkowej potwierdzającej metody.
- Powtarzalność, odzysk i granica oznaczalności, w tym indywidualny i średni poziom odzysku, muszą być określone i podane. Całkowite względne odchylenie standardowe, a także względne odchylenie standardowe dla każdego poziomu zwiększenia musi być doświadczalnie określone i podane.
- Przy proponowanej granicy oznaczalności należy wziąć pod uwagę wartości dopuszczalne w zakresie zdrowia lub istotny poziom narażenia.
- 4.2.5. Pozostałości w płynach ustrojowych i tkankach
- Jeśli substancja czynna jest zaklasyfikowana jako toksyczna lub wysoko toksyczna, należy przedstawić odpowiednie metody analityczne.
- Specyficzność metod musi umożliwić określenie związku macierzystego i/lub istotnych metabolitów przy użyciu, w stosownych przypadkach, dodatkowej metody potwierdzającej.
- Powtarzalność, odzysk i granica oznaczalności w tym indywidualny i średni poziom odzysku muszą być określone i podane. Całkowite względne odchylenie standardowe, a także względne odchylenie standardowe dla każdego poziomu zwiększenia musi być doświadczalnie określone i podane.”
-

ZAŁĄCZNIK II

„5. METODY ANALITYCZNE

Wprowadzenie

Przepisy niniejszej sekcji obejmują wyłącznie metody analityczne wymagane do celów kontroli po-rejestracyjnej i monitoringu.

W przypadku metod analitycznych stosowanych dla uzyskania danych wymaganych w niniejszej dyrektywie lub do innych celów, wnioskodawca musi dostarczyć uzasadnienie dla stosowanej metody; w miarę potrzeby na podstawie tych samych wymogów, jakie zostały określone dla metod dotyczących kontroli po-rejestracyjnej i monitoringu, opracowane zostaną oddzielne wytyczne dla takich metod.

Należy dostarczyć opisy metod i załączyć szczegółowe dane odnośnie do stosowanego sprzętu, materiałów i warunków.

O ile to jest możliwe, metody te muszą wykorzystywać najprostsze podejście, angażować minimalne koszty i wymagać powszechnie dostępnego sprzętu.

Do niniejszej sekcji stosuje się:

Zanieczyszczenia	Każdy składnik, inny niż czysta substancja czynna, znajdujący się w substancji czynnej w takiej postaci, jakiej została wyprodukowana (w tym nieaktywny izomer) pochodzący z procesu produkcyjnego lub na skutek degradacji podczas składowania
Istotne zanieczyszczenia	Zanieczyszczenia o znaczeniu toksyko-logicznym i/lub ekotoksykologicznym lub też mające wpływ na środowisko
Metabolity	Metabolity obejmujące produkty powstałe na wskutek degradacji lub reakcji substancji czynnej
Istotne metabolity	Metabolity o znaczeniu toksykologicznym i/lub ekotoksykologicznym lub też mające wpływ na środowisko

Na żądanie następujące próbki muszą być dostarczone:

- i) próbki preparatu;
- ii) normy analityczne czystej substancji czynnej;
- iii) próbki substancji czynnej w takiej postaci, w jakiej została wyprodukowana;
- iv) normy analityczne istotnych metabolitów i wszystkie inne składniki zawarte w definicji pozostałości;
- v) jeśli są dostępne, próbki substancji referencyjnych dla istotnych zanieczyszczeń.

W przypadku definicji patrz załącznik II sekcja 4 ppkt 4.1 i 4.2.

5.1. Metody analizy preparatów

5.1.1. Metody, które muszą być w pełni opisane, muszą być przedłożone do oznaczania substancji czynnej w preparacie. W przypadku preparatu zawierającego więcej niż jedną substancję czynną powinna być dostarczona metoda umożliwiająca oznaczanie każdej z nich w obecności innych. Jeśli metoda nie zostanie przedłożona, należy podać przyczyny techniczne. Należy podać zastosowanie istniejących metod Cipac.

5.1.2. Należy dostarczyć również metody służące do określania istotnych zanieczyszczeń znajdujących się w preparacie, jeśli skład preparatu jest taki, że - na podstawie rozważań teoretycznych - takie zanieczyszczenia mogą powstawać w procesie produkcyjnym lub podczas degradacji podczas składowania.

Jeśli okaże się to konieczne, muszą być przedłożone metody oznaczania składników obojętnych lub ich elementów w preparacie.

- 5.1.3. Specyficzność, liniowość, dokładność, powtarzalność
- 5.1.3.1. Specyficzność metod musi być przedstawiona i podana. Ponadto należy ustalić zakres oddziaływania innych substancji obecnych w preparacie.
- Podczas gdy oddziaływania spowodowane innymi składnikami mogą być określane jako powtarzające się błędy w ocenie dokładności zaproponowanych metod, przedstawione być musi wyjaśnienie występujących oddziaływań, które dotyczą ponad ± 3 % całkowitej ilości ustalonej.
- 5.1.3.2. Należy ustalić i podać liniowość proponowanych metod we właściwym zakresie. W celu określenia czystej substancji czynnej zakres kalibracji musi przekraczać (o co najmniej 20 %) najwyższą i najniższą nominalną zawartość analitu w stosownych roztworach analitycznych. Powtórne oznaczenia kalibracji muszą być przeprowadzone w odniesieniu do trzech lub większej ilości stężeń. Dopuszczalna jest alternatywna metoda stosowania pięciu stężeń, każde z nich jako pojedynczy pomiar. Przedłożone sprawozdania muszą zawierać równanie linii kalibracji, a także współczynnik korelacji oraz reprezentatywną i odpowiednio oznakowaną dokumentację z analiz, np. chromatogramy.
- 5.1.3.3. Dokładność jest zazwyczaj wymagana tylko w odniesieniu do metod służących do oznaczania czystej substancji czynnej i istotnych zanieczyszczeń w preparacie.
- 5.1.3.4. W przypadku powtarzalności przy określaniu czystej substancji czynnej należy dokonać w zasadzie co najmniej pięć określeń. Należy podać względne odchylenie standardowe (% WOS). Wartości izolowane określone za pomocą odpowiedniej metody (np. test Dixona lub test Grubba) mogą być odrzucone. Jeśli wartości izolowane zostały odrzucone, fakt ten należy jasno wskazać. Należy podjąć próbę wyjaśnienia powodu wystąpienia poszczególnych wartości izolowanych.
- 5.2. **Metody analityczne służące do oznaczania pozostałości**
- Metody analityczne służące do oznaczania pozostałości muszą być przedłożone chyba że zostanie uzasadnione, że mogą być stosowane metody już przedłożone zgodnie z wymogami załącznika II sekcja 4 ppkt 4.2.
- Stosuje się te same przepisy określone w załączniku II sekcja 4 pkt 4.2.”
-