



**REGULAMENTUL DE PUNERE ÎN APLICARE (UE) 2023/2783 AL COMISIEI**

**din 14 decembrie 2023**

**de stabilire a metodelor de eșantionare și a metodelor de analiză pentru controlul nivelurilor de  
toxine vegetale din produsele alimentare și de abrogare a Regulamentului (UE) 2015/705**

**(Text cu relevanță pentru SEE)**

COMISIA EUROPEANĂ,

având în vedere Tratatul privind funcționarea Uniunii Europene,

având în vedere Regulamentul (UE) 2017/625 al Parlamentului European și al Consiliului din 15 martie 2017 privind controalele oficiale și alte activități oficiale efectuate pentru a asigura aplicarea legislației privind alimentele și furajele, a normelor privind sănătatea și bunăstarea animalelor, sănătatea plantelor și produsele de protecție a plantelor, de modificare a Regulamentelor (CE) nr. 999/2001, (CE) nr. 396/2005, (CE) nr. 1069/2009, (CE) nr. 1107/2009, (UE) nr. 1151/2012, (UE) nr. 652/2014, (UE) 2016/429 și (UE) 2016/2031 ale Parlamentului European și ale Consiliului, a Regulamentelor (CE) nr. 1/2005 și (CE) nr. 1099/2009 ale Consiliului și a Directivelor 98/58/CE, 1999/74/CE, 2007/43/CE, 2008/119/CE și 2008/120/CE ale Consiliului și de abrogare a Regulamentelor (CE) nr. 854/2004 și (CE) nr. 882/2004 ale Parlamentului European și ale Consiliului, precum și a Directivelor 89/608/CEE, 89/662/CEE, 90/425/CEE, 91/496/CEE, 96/23/CE, 96/93/CE și 97/78/CE ale Consiliului și a Deciziei 92/438/CEE a Consiliului (Regulamentul privind controalele oficiale) <sup>(1)</sup>, în special articolul 34 alineatul (6),

întrucât:

- (1) Regulamentul (UE) 2023/915 al Comisiei <sup>(2)</sup> stabilește niveluri maxime pentru anumite toxine vegetale din produsele alimentare.
- (2) Eșantionarea joacă un rol esențial în precizia determinării nivelurilor de toxine vegetale dintr-un anumit lot, deoarece toxinele vegetale din cadrul unui lot pot fi distribuite în mod eterogen. Prin urmare, este adecvat să se stabilească metode de prelevare de eșantioane pentru controlul oficial al nivelurilor de toxine vegetale din produsele alimentare.
- (3) Regulamentul de punere în aplicare (UE) 2023/2782 al Comisiei <sup>(3)</sup> stabilește metodele de eșantionare care trebuie utilizate pentru controlul oficial al nivelurilor de micotoxine din produsele alimentare. Având în vedere că atât toxinele vegetale, cât și micotoxinele, sunt distribuite în mod eterogen în cadrul loturilor, este adecvat să se aplice respectivele metode de prelevare de eșantionare și în ceea ce privește toxinele vegetale.
- (4) Controalele oficiale pot fi efectuate asupra produselor alimentare pentru care nu a fost stabilit un nivel maxim specific aferent toxinelor vegetale și pentru care nu a fost stabilită nicio procedură specifică de prelevare de eșantioane. Prin urmare, este adecvat să se prevadă criterii pentru a determina procedura de eșantionare de aplicat în astfel de cazuri.
- (5) De asemenea, este necesar să se stabilească criterii generale de performanță pe care metoda de analiză să le respecte pentru a se asigura că laboratoarele de control utilizează metode de analiză cu niveluri comparabile de performanță. Întrucât laboratorul de referință al Uniunii Europene pentru micotoxine și toxine vegetale a stabilit criteriile de performanță analitică pentru analiza toxinelor vegetale din produsele alimentare și de abrogare a Regulamentului (CE) nr. 401/2006 (JO L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: [http://data.europa.eu/eli/reg\\_impl/2023/2782/oj](http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj)), este adecvat să se stipuleze criteriile respective în prezentul regulament.

<sup>(1)</sup> JO L 95, 7.4.2017, p. 1.

<sup>(2)</sup> Regulamentul (UE) 2023/915 al Comisiei din 25 aprilie 2023 privind nivelurile maxime pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare și de abrogare a Regulamentului (CE) nr. 1881/2006 (JO L 119, 5.5.2023, p. 103).

<sup>(3)</sup> Regulamentul de punere în aplicare (UE) 2023/2782 al Comisiei din 14 decembrie 2023 de stabilire a metodelor de eșantionare și de analiză pentru controlul nivelurilor de micotoxine din produsele alimentare și de abrogare a Regulamentului (CE) nr. 401/2006 (JO L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: [http://data.europa.eu/eli/reg\\_impl/2023/2782/oj](http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj)).

- (6) Regulamentul (UE) 2015/705 al Comisiei <sup>(4)</sup> stabilește metodele de eșantionare și criteriile de performanță pentru metodele de analiză vizând controlul oficial al nivelurilor de acid erucic din produsele alimentare. Întrucât metodele de eșantionare și criteriile de performanță analitică stabilite în prezentul regulament sunt adecvate și pentru controlul toxinei vegetale acid erucic în produsele alimentare, este adecvat, din motive de simplificare, să se abroge Regulamentul (UE) 2015/705.
- (7) Este necesar să se acorde laboratoarelor de control suficient timp pentru a îndeplini noile cerințe introduse prin prezentul regulament. Prin urmare, este adecvat să se prevadă o dată rezonabilă de la care prezentul regulament începe să se aplice.
- (8) Pentru a asigura continuitatea efectuării controalelor oficiale și a altor activități de reglementare privind nivelurile maxime de toxine vegetale și pentru a acorda suficient timp pentru revalidarea metodelor de analiză, este adecvat să se prevadă ca metodele de analiză care au fost validate înainte de data aplicării prezentului regulament să poată fi utilizate în continuare pentru o perioadă definită.
- (9) Măsurile prevăzute în prezentul regulament sunt conforme cu avizul Comitetului permanent pentru plante, animale, produse alimentare și hrană pentru animale,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

#### *Articolul 1*

În sensul prezentului regulament, se aplică definițiile prevăzute la articolul 1 din Regulamentul de punere în aplicare (UE) 2023/2782.

#### *Articolul 2*

- (1) Eșantionarea pentru controlul nivelurilor de toxine vegetale din produsele alimentare se efectuează în conformitate cu metodele prevăzute în anexa I.
- (2) În cazul unui produs alimentar care nu poate fi clasificat într-o categorie de produse alimentare pentru care a fost stabilită o procedură de eșantionare în anexa I, procedura de eșantionare se determină ținând seama de dimensiunea particulelor alimentului respectiv sau de similaritatea alimentului respectiv cu un produs care poate fi clasificat într-una dintre categoriile de produse alimentare din anexa I.
- (3) În cazul unui produs alimentar care nu poate fi clasificat în niciuna dintre categoriile de produse alimentare enumerate în anexa I și cu condiția să existe dovezi că toxina vegetală este distribuită în mod omogen într-un astfel de produs alimentar, procedura de eșantionare de utilizat este cea prevăzută în partea B din anexa la Regulamentul (CE) nr. 333/2007 al Comisiei <sup>(5)</sup>.

#### *Articolul 3*

Pregătirea eșantioanelor și metodele de analiză utilizate pentru controlul nivelurilor de toxine vegetale din produsele alimentare respectă criteriile stabilite în anexa II.

#### *Articolul 4*

Regulamentul (UE) 2015/705 se abrogă. Trimiterile la regulamentul abrogat se interpretează ca trimiteri la prezentul regulament de punere în aplicare.

<sup>(4)</sup> Regulamentul (UE) 2015/705 al Comisiei din 30 aprilie 2015 de stabilire a metodelor de prelevare de probe și a criteriilor de performanță pentru metodele de analiză pentru controlul oficial al nivelurilor de acid erucic din produsele alimentare și de abrogare a Directivei 80/891/CEE (JO L 113, 1.5.2015, p. 29).

<sup>(5)</sup> Regulamentul (CE) nr. 333/2007 al Comisiei din 28 martie 2007 de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și de analiză pentru controlul nivelurilor de oligoelemente și de contaminanți rezultați în urma prelucrării din produsele alimentare (JO L 88, 29.3.2007, p. 29).

*Articolul 5*

Prezentul regulament intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Se aplică de la 1 aprilie 2024. Cu toate acestea, metodele de analiză care au fost validate înainte de începerea aplicării prezentului regulament pot rămâne în uz până la 1 iulie 2028, chiar dacă nu respectă toate cerințele specifice prevăzute la punctul 4.2 din anexa II la prezentul regulament.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 14 decembrie 2023.

*Pentru Comisie*  
*Președinta*  
Ursula VON DER LEYEN

## ANEXA I

**Metode de eșantionare pentru controlul nivelurilor de toxine vegetale din produse alimentare**

## PARTEA I

**DISPOZIȚII GENERALE****A.1. Dispoziții generale***A.1.1. Personalul*

Eșantionarea se efectuează de către o persoană desemnată de autoritatea competentă a statului membru.

*A.1.2. Materialul de eșantionat*

Se eșantionează separat fiecare lot care urmează să fie examinat. În conformitate cu normele specifice de prelevare a eșantioanelor aplicabile diferitelor toxine vegetale, loturile mari sunt împărțite în subloturi din care se prelevă eșantioane separat.

*A.1.3. Măsurile de precauție*

În timpul prelevării și pregătirii eșantioanelor, se iau măsuri de precauție pentru a se evita orice modificare care ar putea afecta:

- conținutul de toxine vegetale, determinarea analitică sau reprezentativitatea eșantioanelor reunite;
- siguranța alimentară a loturilor de eșantionat.

Se iau, de asemenea, toate măsurile necesare pentru a se garanta siguranța persoanelor care efectuează eșantionarea.

*A.1.4. Eșantioanele-increment*

În măsura posibilului, eșantioanele-increment se prelevă în diferite puncte distribuite în întregul lot sau sublot. Orice derogare de la această normă se semnalează în procesul verbal prevăzut la punctul A.1.8. din prezenta anexă.

*A.1.5. Pregătirea eșantionului reunit*

Eșantionul reunit se obține prin amestecarea tuturor eșantioanelor-increment.

*A.1.6. Eșantioanele-duplicat*

Eșantioanele-duplicat utilizate în scop de asigurare a respectării legislației, de apărare și stabilire a unei referințe se prelevă din eșantionul reunit omogenizat, cu excepția cazului în care o astfel de procedură este contrară normelor statelor membre privind drepturile operatorilor din sectorul alimentar.

*A.1.7. Ambalarea și transportarea eșantioanelor*

Fiecare eșantion se introduce într-un recipient curat dintr-un material inert, care oferă o protecție adecvată împotriva contaminării și împotriva deteriorării în timpul transportului. Se iau toate măsurile de precauție necesare pentru a se evita orice schimbare a compoziției eșantionului, care ar putea surveni în timpul transportului sau al depozitării.

*A.1.8. Sigilarea și etichetarea eșantioanelor*

Fiecare eșantion prelevat în scop oficial se sigilează la locul prelevării și se identifică în conformitate cu normele statului membru.

Pentru fiecare eșantionare se păstrează o evidență care să permită identificarea neambiguă a fiecărui lot, menționându-se data și locul eșantionării, precum și orice altă informație suplimentară care ar putea să fie de ajutor analistului.

**A.2. Diferitele tipuri de loturi**

Produsele alimentare se pot comercializa în vrac, în recipiente sau în ambalaje individuale, precum sacii, pungile sau ambalajele pentru vânzarea cu amănuntul/individuale. Metoda de eșantionare poate fi aplicată pentru produse introduse pe piață în vrac, în recipiente sau în ambalaje individuale, precum sacii, pungile, ambalajele pentru vânzarea cu amănuntul/individuale sau orice altă formă diferită.

Fără a se aduce atingere dispozițiilor specifice privind eșantionarea prevăzute în alte părți din prezenta anexă, pentru calcularea frecvenței de eșantionare a loturilor introduse pe piață în ambalaje individuale, precum sacii, pungile sau ambalajele pentru vânzarea cu amănuntul/individuale se utilizează, ca ghid, următoarea formulă.

$$\text{Frecvența de eșantionare (FE) } n = \frac{\text{Greutatea lotului} \times \text{Greutatea eșantionului-increment}}{\text{Greutatea eșantionului reunit} \times \text{Greutatea ambalajului individual}}$$

— greutatea: în kg

— frecvența de eșantionare (FE): fiecare al n-lea ambalaj individual din care se prelevă un eșantion-increment (zecimalele se rotunjesc la numărul întreg cel mai apropiat).

**A.3. Eșantionarea produselor cu un raport volum/greutate mare**

Cu excepția produselor alimentare care intră sub incidența părții II părțile L și M din anexa I la Regulamentul de punere în aplicare (UE) 2023/2782, în cazul eșantionării produselor alimentare care au un volum mare în comparație cu greutatea lor [și anume, volumul (dm<sup>3</sup>)/greutatea (kg) > 5], cerințele privind greutatea pot fi înlocuite cu o cerință de volum echivalent (adică 1 kg înlocuit cu 1 dm<sup>3</sup>).

**PARTEA II****METODELE DE EȘANTIONARE**

Se aplică metodele de eșantionare stabilite în partea II din anexa I la Regulamentul de punere în aplicare (UE) 2023/2782.

Totuși, pentru prelevarea de eșantioane din cartofi și din produse pe bază de cartofi (glicocalcoizi) și din miere (alcoizi pirolizidini), se aplică partea B din anexa la Regulamentul (CE) nr. 333/2007.

## ANEXA II

**Criterii pentru pregătirea eșantioanelor și pentru metodele de analiză utilizate în cadrul controlului nivelurilor de toxine vegetale din produse alimentare**

1. INTRODUCERE Precauții

Deoarece distribuția toxinelor vegetale este, în general, neomogenă, eșantioanele se pregătesc și, în special, se omogenizează, cu mare atenție.

Se omogenizează eșantionul complet, astfel cum a fost primit de laborator, în cazul în care omogenizarea are loc în laborator.
2. TRATAREA EȘANTIONULUI PRIMIT ÎN LABORATOR

Fiecare eșantion de laborator se amestecă temeinic printr-un procedeu, inclusiv măcinarea fină dacă este necesară, care a fost demonstrat că realizează o omogenizare completă

În cazul în care nivelul maxim se aplică materiei uscate, conținutul de materie uscată din produs se stabilește pe baza unei părți din eșantionul omogenizat, cu ajutorul unei metode demonstrate pentru calcularea exactă a conținutului de materie uscată.
3. EȘANTIOANELE-DUPLICAT

Eșantioanele-duplicat utilizate în scopuri de aplicare a legislației, de apărare și de referință se prelevă din materialul omogenizat, cu excepția cazului în care o astfel de procedură contravine normelor statelor membre în ceea ce privește drepturile operatorului din sectorul alimentar.
4. METODELE DE ANALIZĂ DE UTILIZAT DE CĂTRE LABORATOR ȘI CERINȚELE DE CONTROL PENTRU LABORATOR
  - 4.1. **Cerințe generale**

Metodele de confirmare a analizei utilizate pentru controlul alimentelor respectă dispozițiile de la punctele 1 și 2 din anexa III la Regulamentul (UE) 2017/625.

Ori de câte ori este posibil, veridicitatea metodei ar trebui verificată prin analizarea unui material de referință certificat și/sau prin participarea cu succes la teste de aptitudine în mod regulat.
  - 4.2. **Cerințe specifice**
    - 4.2.1. *Cerințe specifice pentru metodele de confirmare*
      - 4.2.1.1. Criterii de performanță

Pentru metodele de confirmare se aplică următoarele criterii de performanță:

**Recuperare:** recuperarea medie ar trebui să se situeze între 70 și 120 %.

Recuperarea medie este valoarea medie obținută din eșantioane-duplicat în cursul validării, când se determină parametrii de precizie RSD<sub>r</sub> și RSD<sub>wR</sub>. Criteriul se aplică tuturor concentrațiilor și tuturor toxinelor individuale.

În cazuri excepționale, se pot accepta recuperări medii cu valori care se situează în afara intervalului de mai sus, dar acestea trebuie să fie cuprinse între 50 % și 130 % și trebuie îndeplinite criteriile de precizie pentru RSD<sub>r</sub> și RSD<sub>wR</sub>.

**Precizia**

RSD<sub>r</sub> este de  $\leq 20$  %.

RSD<sub>wR</sub> este de  $\leq 20$  %.

RSDR este necesar să fie de  $\leq 25$  %.

Aceste criterii sunt valabile pentru toate concentrațiile.

În cazul în care un laborator dovedește îndeplinirea criteriului RSD<sub>wR</sub>, nu este necesar să se dovedească îndeplinirea criteriului RSD<sub>r</sub>, deoarece îndeplinirea criteriului RSD<sub>wR</sub> garantează îndeplinirea criteriului RSD<sub>r</sub>.

În cazul în care nivelul maxim se aplică unei sume de toxine, criteriile de precizie se aplică atât sumei, cât și toxinelor individuale.

**Limita de cuantificare**

În cazul în care în tabelul 1 de mai jos a fost stabilită o cerință specifică pentru LOQ a unei toxine vegetale, metoda are o LOQ mai mică sau egală cu această valoare.

Tabelul 1

**Cerințe privind LOQ pentru anumite toxine vegetale**

Toxină vegetală	Observații	Produse alimentare	Cerință privind LOQ (µg/kg) sau (µg/l)
Alcaloizi pirolizidinici	Cerință privind LOQ pentru alcaloizii pirolizidinici individuali	Produs uscat	≤ 10
		Produs lichid	≤ 0,15
Alcaloizi tropanici	Cerință privind LOQ pentru atropină și scopolamină separat	Preparate pe bază de cereale pentru sugari și copii mici	≤ 1
		Cereale și produse pe bază de cereale	≤ 2
		Infuzii de ierburi (produs uscat)	≤ 5
		Infuzii de ierburi (lichid)	≤ 0,05
Alcaloizi din opiu	Cerință privind LOQ pentru morfină și codeină separat	Produse de brutărie	≤ 500

În toate celelalte cazuri, se aplică următoarele:

LOQ: este de  $\leq 0,5 * ML$  și este preferabil să fie mai mică ( $\leq 0,2 * ML$ ).

În cazul în care nivelul maxim se aplică unei sume de toxine, LOQ a toxinelor individuale este  $\leq 0,5 * ML/n$ , unde n este numărul de toxine incluse în stabilirea ML.

**Identificare**

Pentru identificare se aplică criteriile prevăzute în Documentul de orientare privind identificarea micotoxinelor și a toxinelor vegetale din alimente și din hrana pentru animale <sup>(1)</sup>.

## 4.2.1.2. Extinderea domeniului de aplicare al metodei

## 4.2.1.2.1. Extinderea domeniului de aplicare la alte toxine vegetale:

Când se adaugă noi analiți în domeniul de aplicare al unei metode de confirmare existente, este necesară o validare completă pentru a se demonstra că metoda este adecvată.

## 4.2.1.2.2. Extinderea la alte produse:

Dacă se știe sau se anticipează că metoda de confirmare este aplicabilă altor produse, se verifică dacă aceasta este valabilă pentru respectivele alte produse. Câtă vreme noul produs face parte dintr-un grup de produse (a se vedea tabelul 2 din prezenta anexă) pentru care o validare inițială a fost deja realizată, o validare suplimentară limitată este suficientă.

## 4.2.2. Cerințe specifice pentru metodele semicantitative de screening

## 4.2.2.1. Domeniul de aplicare

Prezenta secțiune se aplică metodelor bioanalitice bazate pe imunorecunoaștere sau legarea la receptori (ELISA, dipstick-uri, dispozitive cu flux lateral, imunosenzori) și metodelor fizico-chimice bazate pe cromatografie sau pe detectarea directă prin spectrometrie de masă (de exemplu, SM ambientă). Alte metode (de exemplu, cromatografia în strat subțire) nu sunt excluse cu condiția ca semnalele generate să fie direct legate de toxinele vegetale de interes și să permită ca principiul descris mai jos să se aplice.

<sup>(1)</sup> Disponibil la: [https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs\\_contaminants\\_sampling\\_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf](https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf)

Cerințele specifice se aplică metodelor al căror rezultat al măsurătorii este o valoare numerică, de exemplu un răspuns (relativ) de la un lector de dipstick, un semnal de la CL (cromatografie în fază lichidă) și de la SM (spectrometria de masă), etc., și cărora li se aplică statisticile normale.

Cerințele nu se aplică metodelor care nu dau valori numerice (de exemplu, dau doar o linie care este prezentă sau absentă), care necesită abordări diferite de validare. Cerințele specifice pentru aceste metode sunt prezentate la punctul 4.2.3.

Prezentul document descrie procedurile de validare a metodelor de screening cu ajutorul unei validări interlaboratoare, de verificare a performanței unei metode validate prin intermediul unui exercițiu interlaboratoare și de validare a unei metode de screening de către laboratorul unic.

#### 4.2.2.2. Procedura de validare

Scopul validării este de a se demonstra caracterul adecvat al metodei de screening. Aceasta se realizează prin determinarea valorii-limită și a ratei de eșantioane fals negative și fals suspecte. Acești doi parametri înglobează caracteristici de performanță, precum capacitatea de detecție, selectivitatea și precizia.

Metodele de screening pot face obiectul unei validări interlaboratoare sau al unei validări realizate într-un singur laborator. În cazul în care există deja disponibile date de validare interlaboratoare pentru o anumită combinație toxină vegetală/matrice/STC, o verificare a performanței metodei este suficientă într-un laborator care pune în aplicare metoda.

##### 4.2.2.2.1. Validarea inițială într-un laborator unic

###### *Toxine vegetale*

Validarea se efectuează individual pentru fiecare toxină vegetală în cauză. În cazul metodelor bioanalitice care dau un răspuns combinat pentru un anumit grup de toxine vegetale (de exemplu, alcaloizi pirolizidinici), se demonstrează aplicabilitatea și se menționează limitările testului în domeniul de aplicare al metodei. Se consideră că reactivitatea încrucișată nedorită nu crește rata fals negativă a toxinelor vegetale vizate, dar poate crește rata falsurilor suspecte. Această creștere nedorită se diminuează prin analiza de confirmare pentru identificarea și cuantificarea neambiguă a toxinelor vegetale.

###### *Matrice*

Se efectuează o validare inițială pentru fiecare produs sau, în cazul în care se știe că metoda este aplicabilă mai multor produse, pentru fiecare grup de produse. În acest din urmă caz se selectează din grupul respectiv un produs reprezentativ și relevant (a se vedea tabelul 2).

###### *Seturi de eșantioane*

Numărul minim de eșantioane diferite necesar pentru validare este de 20 de eșantioane omogene de control negative și de 20 de eșantioane omogene de control pozitive care conțin toxina vegetală la STC, analizate în condiții de reproductibilitate intralaborator ( $RSD_{wR}$ ) în 5 zile diferite. În setul de validare se pot adăuga seturi suplimentare de 20 de eșantioane care conțin toxina vegetală la alte niveluri, pentru a se putea preconiza măsura în care metoda poate face distincția între diferite concentrații de toxină vegetală.

###### *Concentrație*

Pentru ca fiecare STC să fie utilizată în aplicarea de rutină trebuie să se efectueze o validare.

##### 4.2.2.2.2. Validarea inițială prin studii în colaborare

Validarea prin studii în colaborare se realizează în conformitate cu ISO 5725:1994, cu Protocolul internațional armonizat al IUPAC sau cu alt protocol recunoscut la nivel internațional referitor la studiile în colaborare, care prevede includerea de date valide provenite din cel puțin opt laboratoare diferite. Singura diferență rămasă față de validările efectuate într-un singur laborator este că numărul  $\geq 20$  de eșantioane pentru fiecare produs/nivel poate fi împărțit în mod egal între laboratoarele participante, cu un minimum de două eșantioane per laborator.



#### 4.2.2.3. Determinarea valorii-limită și a ratei de rezultate fals suspecte din eșantioanele de control negative

Răspunsurile (relative) privind eșantioanele de control negative și pozitive constituie baza de calculare a parametrilor necesari.

##### **Metodele de screening cu un răspuns proporțional cu concentrația de toxină vegetală**

În cazul metodelor de screening cu un răspuns proporțional cu concentrația de toxină vegetală se aplică cele de mai jos:

$$\text{Valoarea-limită} = R_{STC} - \text{valoarea } t_{0,05} * SD_{STC}$$

$R_{STC}$  = răspunsul mediu al eșantioanelor de control pozitive (la STC)

valoarea t: valoarea t unilaterală pentru o rată de rezultate fals negative de 5 % (a se vedea tabelul 3)

$SD_{STC}$  = deviația standard

##### **Metodele de screening cu un răspuns invers proporțional cu concentrația de toxină vegetală**

De asemenea, în cazul metodelor de screening cu un răspuns invers proporțional cu concentrația de toxină vegetală, valoarea-limită este stabilită ca:

$$\text{Valoarea-limită} = R_{STC} + \text{valoarea } t_{0,05} * SD_{STC}$$

Prin utilizarea acestei valori t specifice pentru determinarea valorii-limită, rata de rezultate fals negative este stabilită la valoarea implicită de 5 %.

##### **Evaluarea adecvării pentru utilizare**

Rezultatele obținute din eșantioanele de control negative sunt utilizate pentru estimarea ratei corespunzătoare de rezultate fals suspecte. Valoarea t este calculată corespunzător cazului în care rezultatul unui eșantion de control negativ este mai mare decât valoarea-limită, fiind astfel, în mod eronat, clasificat ca suspect.

$$\text{valoarea } t \text{ (valoarea-limită - medie}_{\text{martor}}) / SD_{\text{martor}}$$

=

pentru metodele de screening cu un răspuns proporțional cu concentrația de toxină vegetală

sau

$$\text{valoarea } t \text{ (medie}_{\text{martor}} - \text{valoare-limită}) / SD_{\text{martor}}$$

=

pentru metodele de screening cu un răspuns invers proporțional cu concentrația de toxină vegetală

Pornind de la valoarea t obținută, pe baza gradelor de libertate calculate în funcție de numărul de experimente, probabilitatea eșantioanelor fals suspecte într-o distribuție unilaterală poate fi calculată (de exemplu, funcția „TDIST” din foaia de calcul) sau poate fi luată dintr-un tabel cu distribuția t (a se vedea tabelul 3).

Valoarea corespunzătoare unei distribuții unilaterale t indică rata reală de rezultate fals suspecte.

Acest concept este descris în detaliu cu un exemplu în „Analytical and Bioanalytical Chemistry” DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

#### 4.2.2.4. Extinderea domeniului de aplicare al metodei

##### 4.2.2.4.1. Extinderea domeniului de aplicare la alte toxine vegetale:

Când se adaugă noi toxine vegetale în domeniul de aplicare al unei metode de screening existente, este necesară o validare completă pentru a se demonstra că metoda este adecvată.

#### 4.2.2.4.2. Extinderea la alte produse:

Dacă se știe sau se anticipează că metoda de screening este aplicabilă altor produse, se verifică dacă ea este valabilă pentru respectivele alte produse. Câtă vreme noul produs face parte dintr-un grup de produse (a se vedea tabelul 2 din prezenta anexă) pentru care o validare inițială a fost deja realizată, o validare suplimentară limitată este suficientă. În acest sens, un număr minim de 10 eșantioane omogene de control negativ și 10 eșantioane omogene de control pozitiv (la STC) se analizează în condiții de reproductibilitate intralaborator. Toate eșantioanele de control pozitive se situează peste valoarea-limită. În cazul în care acest criteriu nu este îndeplinit, este necesară o validare completă.

#### 4.2.2.5. Verificarea metodelor deja validate prin studii în colaborare

Pentru metodele de screening care au fost deja validate prin intermediul unui studiu de laborator în colaborare, se verifică performanța metodei. În acest sens, se analizează un număr minim de 6 eșantioane de control negative și 6 eșantioane de control pozitive (la STC). Toate eșantioanele de control pozitive se situează peste valoarea-limită. În cazul în care acest criteriu nu este îndeplinit, laboratorul efectuează o analiză a cauzelor fundamentale pentru a identifica motivele pentru care nu poate respecta specificațiile obținute prin studii în colaborare. Numai după luarea măsurilor corective necesare se verifică din nou performanța metodei în laboratorul său. În cazul în care laboratorul nu are capacitatea de a verifica rezultatele studiului în colaborare, el va trebui să își determine propria valoare-limită printr-o validare completă într-un singur laborator.

#### 4.2.2.6. Verificarea/validarea continuă a metodei

După validarea inițială, se obțin date de validare suplimentare prin includerea a cel puțin două eșantioane de control pozitive în fiecare lot de eșantioane supuse screeningului. Un eșantion de control pozitiv este un eșantion cunoscut (de exemplu, unul utilizat în timpul validării inițiale), celălalt este dintr-un produs diferit din același grup de produse (în cazul în care un singur produs este analizat, se utilizează un alt eșantion din același produs). Includerea unui eșantion de control negativ este opțională. Rezultatele obținute pentru cele două eșantioane de control pozitive se adaugă la datele de validare existente.

Cel puțin o dată pe an, se redetermină valoarea-limită și se reevaluează validitatea metodei (reevaluarea datelor disponibile în materie de asigurare și control al calității obținute în ultimul an). Verificarea continuă a metodei are mai multe scopuri, printre care:

- controlul în materie de calitate pentru lotul de eșantioane supuse screeningului;
- furnizarea de informații privind soliditatea metodei în condițiile din laboratorul care aplică metoda;
- justificarea aplicabilității metodei la diferite produse;
- permiterea unei ajustări a valorilor-limită în cazul derivărilor treptate de-a lungul timpului.

#### 4.2.2.7. Raportul de validare

Raportul de validare conține:

- o declarație privind STC;
- o declarație privind determinarea valorii-limită.

*Notă:* Valoarea-limită are același număr de cifre semnificative ca și STC. Valorile numerice utilizate pentru a calcula valoarea-limită mai necesită cel puțin o cifră semnificativă în plus față de STC.

- o declarație privind rata calculată de eșantioane fals suspecte;
- o declarație privind modul în care a fost generată rata de eșantioane fals suspecte.

*Notă:* Prin declarația privind rata calculată de eșantioane fals suspecte se indică dacă metoda este adecvată utilizării, deoarece se indică numărul de eșantioane de control negative (sau cu un nivel mic de contaminare) care vor fi supuse verificării.

Tabelul 2

**Grupuri de produse pentru validarea metodelor de confirmare și de screening**

Grupuri de produse	Categoriile de produse	Produse reprezentative tipice incluse în categorie
Conținut mare de apă	Băuturi Fructe și legume Cereale sau piureuri pe bază de fructe Ierburi culinare proaspete	Infuzii de ierburi (lichide), frunze de limba-mielului, cartofi, piureuri destinate sugarilor și copiilor mici
Conținut mare de ulei	Fructe în coajă lemnoasă Semințe oleaginoase și produse derivate Fructe oleaginoase și produse derivate	Migdale, sămburi de caise, semințe de rapiță, semințe de bumbac, semințe de in, semințe de lupin, semințe de mac, semințe de cânepă etc. Uleiuri și paste
Conținut mare de amidon și/sau de proteine și conținut mic de apă și grăsimi	Boabe de cereale și produse derivate Produse dietetice	Porumb, hrișcă, mei, sorg, făină de cassava, produse din cartofi, Pâine, produse de panificație, produse crocante, cereale pentru micul dejun, paste făinoase Pudră uscată pentru prepararea produselor alimentare pentru sugari și copii mici
Conținut mare de acizi și conținut mare de apă (*)	Produse din citrice	
„Produse dificile sau unice” (**)		Polen și produse din polen, suplimente alimentare, infuzii de ierburi (produse uscate), ceai (produs uscat) Mirodenii, lemn dulce
Conținut mare de zahăr și conținut mic de apă	Fructe uscate	Smochine, stafide, coacăze, sultanine, miere
Lapte și produse lactate	Lapte Brânză Produse lactate (ex. lapte praf)	Lapte de vacă, capră și bivoliță Brânză de vacă și de capră Iaurt, smântână

(\*) În cazul în care se utilizează o soluție tampon pentru a stabili modificările pH-ului din etapa de extracție, atunci acest grup de produse poate fi fuziona într-un singur grup de produse „Conținut mare de apă”.

(\*\*) „Produsele dificile sau unice” necesită să fie pe deplin validate doar în cazul în care sunt analizate frecvent. Dacă ele sunt analizate doar ocazional, validarea poate fi redusă doar la verificarea nivelurilor de raportare cu ajutorul extractelor-martor îmbogățite.

Tabelul 3

**Valoare t unilaterală pentru o rată de eșantioane fals negative de 5 %**

Grade de libertate	Numărul replicilor	Valoare t (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. Cerințe pentru metodele de screening calitative (metode care nu dau valori numerice)

În prezent, dezvoltarea orientărilor de validare pentru metodele de testare binare este efectuată de diverse organisme de standardizare (AOAC, ISO). AOAC a elaborat un ghid privind validarea metodelor de testare binare. Acest document poate fi considerat standardul actual al tehnologiei în domeniul validării metodelor de testare binare. Prin urmare, metodele care dau rezultate binare (de exemplu, inspecția vizuală a testelor cu dipstick-uri) ar trebui să fie validate în conformitate cu Orientările AOAC Internaționale pentru validarea metodelor binare calitative în chimie <sup>(2)</sup>

Cu toate acestea, pot fi utilizate și alte orientări de validare recunoscute, cum ar fi abordarea prevăzută în Orientările ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 pentru validarea metodelor de screening calitativ pentru detectarea reziduurilor de medicamente de uz veterinar în lapte și în produse lactate.

#### 4.3. Estimarea incertitudinii de măsurare, calcularea nivelului de recuperare și raportarea rezultatelor <sup>(3)</sup>

##### 4.3.1. Metode de confirmare

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

<sup>(3)</sup> Mai multe detalii cu privire la procedurile privind estimarea incertitudinii de măsurare și evaluarea nivelului de recuperare sunt disponibile în raportul intitulat „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” (Raportul privind relația dintre rezultatul analizei, incertitudinea de măsurare, factorii de recuperare și dispozițiile legislației UE în materie de alimente și hrană pentru animale) [https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs\\_contaminants\\_sampling\\_analysis-report\\_2004\\_en.pdf](https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf)

Rezultatul analitic se raportează după cum urmează:

- (a) Corectat pentru recuperare, dacă este cazul și dacă este relevant, cu menționarea faptului că a fost corectat. Se indică rata de recuperare, cu excepția cazului în care corecția intrinsecă în caz de eroare sistematică face parte din procedură. Corectarea pentru recuperare nu este necesară în cazul în care rata de recuperare este de 90-110 %.
- (b) Ca  $x \pm U$ , unde  $x$  este rezultatul analitic și  $U$  este incertitudinea de măsurare analitică extinsă, folosindu-se un factor de acoperire de 2, care oferă un nivel de încredere de aproximativ 95 %.

Există și posibilitatea de a se raporta o incertitudine de măsurare extinsă implicită de 50 %, dacă laboratorul îndeplinește toate cerințele de precizie specificate la punctul 4.2. Un laborator individual poate demonstra că, prin îndeplinirea criteriilor de repetabilitate ( $RSD_r$ ) și reproductibilitatea intralaborator ( $RSD_{wR}$ ), completate de participarea cu succes la programe de testare a competenței (cu excepția cazului în care nu este disponibil niciun program adecvat de testare a competenței), ca un punctaj  $z$  mediu  $|z| \leq 2$  demonstrează că reproductibilitatea necesară ( $RSD_R$ ) este atinsă (pe baza unei deviații standard țintă de 25 %).

În cazul în care nivelul maxim a fost stabilit pentru suma toxinelor, se raportează rezultatele analitice ale tuturor toxinelor individuale.

Corecția pentru recuperare se efectuează, dacă este cazul, pentru fiecare dintre toxinele individuale înainte de însumarea concentrațiilor.

Pentru verificarea conformității cu suma-ML, se aplică o estimare inferioară, ceea ce înseamnă că rezultatele pentru toxinele individuale care sunt  $< LOQ$  se înlocuiesc cu zero pentru calcularea sumei.

Prezentele norme de interpretare a rezultatului analitic în vederea acceptării sau respingerii lotului sunt aplicabile rezultatului analizei eșantionului efectuate în scop de control oficial. În cazul analizei realizate în scop de apărare sau de stabilire a unei referințe, se aplică normele naționale. În particular, dacă:

rezultatul analitic al eșantionului supus controlului oficial indică o neconformitate indubitabilă, ținându-se seama de incertitudinea de măsurare extinsă și

rezultatul analitic al eșantionului de apărare indică o neconformitate, dar nu indubitabilă, cu o incertitudine de măsurare extinsă mai mare decât cea a controlului oficial,

atunci rezultatul analitic al eșantionului de apărare nu poate prima în raport cu neconformitatea stabilită pentru eșantionul de control oficial.

#### 4.3.2. Metode de screening

Rezultatul screeningului se declară drept „conform” sau „suspectat a fi neconform”.

„Suspectat a fi neconform” înseamnă că eșantionul depășește valoarea-limită și poate conține toxină vegetală la un nivel mai mare decât  $STC$ . Orice rezultat suspect declanșează o analiză de confirmare pentru identificarea neambiguă și cuantificarea toxinei vegetale.

„Conform” înseamnă că conținutul de toxine vegetale din eșantion este  $< STC$  cu o certitudine de 95 % (adică probabilitatea ca eșantionul să fie incorect declarat negativ este de 5 %). Rezultatul analitic se raportează ca „ $< STC$ ”, specificându-se nivelul de  $STC$ .

#### 4.4. Standarde în materie de calitate ale laboratoarelor

Laboratoarele respectă dispozițiile articolului 37 alineatele (4) și (5) din Regulamentul (UE) 2017/625.