



2023/2783

15.12.2023

KOMMISSIONENS GENOMFÖRANDEFÖRORDNING (EU) 2023/2783

av den 14 december 2023

om provtagnings- och analysmetoder för kontroll av halten växttoxiner i livsmedel och om upphävande av förordning (EU) 2015/705

(Text av betydelse för EES)

EUROPEISKA KOMMISSIONEN HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av fördraget om Europeiska unionens funktionssätt,

med beaktande av Europaparlamentets och rådets förordning (EU) 2017/625 av den 15 mars 2017 om offentlig kontroll och annan offentlig verksamhet för att säkerställa tillämpningen av livsmedels- och foderlagstiftningen och av bestämmelser om djurs hälsa och djurskydd, växtskydd och växtskyddsmedel samt om ändring av Europaparlamentets och rådets förordningar (EG) nr 999/2001, (EG) nr 396/2005, (EG) nr 1069/2009, (EG) nr 1107/2009, (EU) nr 1151/2012, (EU) nr 652/2014, (EU) 2016/429 och (EU) 2016/2031, rådets förordningar (EG) nr 1/2005 och (EG) nr 1099/2009 och rådets direktiv 98/58/EG, 1999/74/EG, 2007/43/EG, 2008/119/EG och 2008/120/EG och om upphävande av Europaparlamentets och rådets förordningar (EG) nr 854/2004 och (EG) nr 882/2004, rådets direktiv 89/608/EEG, 89/662/EEG, 90/425/EEG, 91/496/EEG, 96/23/EG, 96/93/EG och 97/78/EG samt rådets beslut 92/438/EEG (förordningen om offentlig kontroll) ⁽¹⁾, särskilt artikel 34.6, och

av följande skäl:

- (1) I kommissionens förordning (EU) 2023/915 ⁽²⁾ fastställs gränsvärden för vissa växttoxiner i livsmedel.
- (2) Provtagning spelar en avgörande roll för precisionen vid bestämningen av halten växttoxiner i ett visst parti, eftersom växttoxiner i ett parti kan vara ojämnt fördelade. Därför är det lämpligt att fastställa provtagningsmetoder för offentlig kontroll av halten växttoxiner i livsmedel.
- (3) I kommissionens genomförandeförordning (EU) 2023/2782 ⁽³⁾ fastställs provtagningsmetoder för offentlig kontroll av halten mykotoxiner i livsmedel. Eftersom både växttoxiner och mykotoxiner är ojämnt fördelade i partier bör dessa provtagningsmetoder tillämpas även på växttoxiner.
- (4) Offentliga kontroller kan utföras på livsmedel som inte har något fastställt gränsvärde för växttoxiner och som inte har något särskilt provtagningsförfarande. Därför bör kriterier fastställas för att avgöra vilket provtagningsförfarande som bör tillämpas i sådana fall.
- (5) Det är också nödvändigt att fastställa allmänna prestandakriterier för analysmetoden för att säkerställa att laboratorier använder analysmetoder med jämförbar prestanda. Eftersom Europeiska unionens referenslaboratorium för mykotoxiner och växttoxiner har fastställt de analytiska prestandakriterierna för analys av växttoxiner i livsmedel på grundval av bästa tillgängliga vetenskapliga information bör dessa kriterier fastställas i denna förordning.

⁽¹⁾ EUT L 95, 7.4.2017, s. 1.

⁽²⁾ Kommissionens förordning (EU) 2023/915 av den 25 april 2023 om gränsvärden för vissa främmande ämnen i livsmedel och om upphävande av förordning (EG) nr 1881/2006 (EUT L 119, 5.5.2023, s. 103).

⁽³⁾ Kommissionens genomförandeförordning (EU) 2023/2782 av den 14 december 2023 om provtagnings- och analysmetoder för kontroll av halten mykotoxiner i livsmedel och om upphävande av förordning (EG) nr 401/2006 (EUT L 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- (6) I kommissionens förordning (EU) 2015/705 ⁽⁴⁾ fastställs provtagningsmetoder och prestandakriterier för analysmetoderna vid offentlig kontroll av halten av erukasyra i livsmedel. Eftersom de provtagningsmetoder och analytiska prestandakriterier som fastställs i den här förordningen också är lämpliga för kontroll av växttoxinet erukasyra i livsmedel är det för enkelhetens skull lämpligt att upphäva förordning (EU) 2015/705.
- (7) Kontrolllaboratorierna behöver få tillräckligt med tid för att uppfylla de nya krav som införs genom denna förordning. Därför bör det föreskrivas en rimlig tidsperiod innan denna förordning börjar tillämpas.
- (8) För att säkerställa kontinuitet i utförandet av offentliga kontroller och annan tillsynsverksamhet med avseende på gränsvärden för växttoxiner och för att ge tillräckligt med tid för att analysmetoderna ska kunna valideras på nytt, är det lämpligt att föreskriva att analysmetoder som har validerats före den dag då denna förordning börjar tillämpas får fortsätta att användas under en viss tidsperiod.
- (9) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från ständiga kommittén för växter, djur, livsmedel och foder.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

I denna förordning ska definitionerna i artikel 1 i genomförandeförordning (EU) 2023/2782 gälla.

Artikel 2

1. Provtagning för kontroll av halten växttoxiner i livsmedel ska utföras med hjälp av de metoder som fastställs i bilaga I.
2. Om ett livsmedel inte kan klassificeras i en livsmedelskategori för vilken ett provtagningsförfarande har fastställts i bilaga I, ska provtagningsförfarandet fastställas med beaktande av livsmedlets partikelstorlek eller likheten mellan livsmedlet och en produkt som kan klassificeras i någon av livsmedelskategorierna i bilaga I.
- (3) Om ett livsmedel inte kan klassificeras i någon av livsmedelskategorierna i bilaga I och förutsatt att det finns belägg för att växttoxinet är jämnt fördelat i livsmedlet, ska livsmedlet provtas enligt provtagningsmetoden i del B i bilagan till kommissionens förordning (EG) nr 333/2007 ⁽⁵⁾.

Artikel 3

Provberedning och analysmetoder för kontroll av halten växttoxiner i livsmedel ska uppfylla kriterierna i bilaga II.

Artikel 4

Förordning (EU) 2015/705 ska upphöra att gälla. Hänvisningar till den upphävda förordningen ska anses som hänvisningar till den här förordningen.

⁽⁴⁾ Kommissionens förordning (EU) 2015/705 av den 30 april 2015 om provtagningsmetoder och prestandakriterier för analysmetoderna vid offentlig kontroll av halten av erukasyra i livsmedel och om upphävande av kommissionens direktiv 80/891/EEG (EUT L 113, 1.5.2015, s. 29).

⁽⁵⁾ Kommissionens förordning (EG) nr 333/2007 av den 28 mars 2007 om provtagnings- och analysmetoder för kontroll av halterna av spårämnen och främmande ämnen från bearbetningen i livsmedel (EUT L 88, 29.3.2007, s. 29).

Artikel 5

Denna förordning träder i kraft den tjugonde dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Den ska tillämpas från och med den 1 april 2024. Analysmetoder som har validerats innan denna förordning börjar tillämpas får dock fortsätta att användas till och med den 1 juli 2028, även om de inte uppfyller alla särskilda krav i punkt 4.2 i bilaga II till denna förordning.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 14 december 2023.

På kommissionens vägnar
Ursula VON DER LEYEN
Ordförande

BILAGA I

Provtagningsmetoder för kontroll av halten växttoxiner i livsmedel

DEL I

ALLMÄNNA BESTÄMMELSER**A.1 Allmänna bestämmelser****A.1.1 Personal**

Provtagningen ska utföras av en person som utsetts för detta av den behöriga myndigheten i medlemsstaten.

A.1.2 Material som provtas

Varje parti som ska undersökas ska provtas separat. I enlighet med de särskilda provtagningsbestämmelserna för de olika växttoxiner ska stora partier delas upp i delpartier, som ska provtas separat.

A.1.3 Försiktighetsåtgärder

Under provtagningen och provberedningen ska åtgärder vidtas för att undvika sådana förändringar som kan påverka

- växttoxinhalten, analysresultatet eller samlingsprovernas representativitet,
- livsmedelssäkerheten hos de partier som ska provtas.

Dessutom ska alla nödvändiga åtgärder vidtas för att garantera säkerheten för dem som utför provtagningen.

A.1.4 Delprover

Så långt det är möjligt ska delproverna tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Avvikelser från detta förfarande ska anges i det protokoll som avses i punkt A.1.8 i denna bilaga.

A.1.5 Beredning av samlingsprov

Samlingsprovet erhålls genom att delproverna blandas.

A.1.6 Replikatprover

Replikatprover för tillsyn, överklagande och referensändamål ska tas från det homogeniserade samlingsprovet, såvida detta inte strider mot medlemsstaternas bestämmelser om livsmedelsföretagares rättigheter.

A.1.7 Emballering och transport av prover

Varje prov ska placeras i en ren behållare av inaktivt material som ger tillräckligt skydd mot föroreningar och skador under transporten. Alla nödvändiga åtgärder ska vidtas för att undvika att provets sammansättning förändras under transport eller lagring.

A.1.8 Försegling och märkning av prover

Varje prov som tas för offentlig kontroll ska förseglas på provtagningsstället samt identifieras enligt medlemsstaternas föreskrifter.

För varje provtagning ska ett protokoll upprättas, som gör det möjligt att entydigt identifiera varje parti. I protokollet ska datum och plats för provtagningen anges samt eventuell ytterligare information som kan vara till hjälp för den som utför analysen.

A.2 Olika typer av partier

Livsmedelsprodukter kan saluföras i bulk, i behållare eller i enhetsförpackningar, t.ex. säckar, påsar eller detaljhandelsförpackningar/enhetsförpackningar. Provtagningsmetoden kan tillämpas på varor som släpps ut på marknaden i bulk, i behållare eller i enhetsförpackningar, t.ex. säckar, påsar, detaljhandelsförpackningar/enhetsförpackningar eller någon annan form.

Utan att det påverkar de särskilda provtagningsbestämmelserna i andra delar av denna bilaga ska följande formel användas som vägledning för beräkning av provtagningsfrekvensen för partier som släpps ut på marknaden i enhetsförpackningar, t.ex. säckar, påsar eller detaljhandelsförpackningar/enhetsförpackningar.

$$\text{Provtagningsfrekvens } n = \frac{\text{Partiets vikt} \times \text{delprovets vikt}}{\text{Samlingsprovets vikt} \times \text{enhetsförpackningens vikt}}$$

— Vikt: i kg.

— Provtagningsfrekvens: var n:te enhetsförpackning från vilken ett delprov ska tas (decimaltal avrundas till närmaste helta).

A.3 Provtagning av varor med ett högt förhållande volym/vikt

Vid provtagning av livsmedel som har en hög volym i förhållande till vikten (dvs. volym (dm³)/vikt (kg) > 5) kan viktkraven ersättas med motsvarande volymkrav (dvs. 1 kg ersätts med 1 dm³), med undantag av de livsmedelsprodukter som omfattas av punkterna L och M i del II i bilaga I till genomförandeförordning (EU) 2023/2782.

DEL II

PROVTAGNINGSMETODER

Provtagningsmetoderna i del II i bilaga I till genomförandeförordning (EU) 2023/2782 ska tillämpas.

Vid provtagning av potatis och potatisprodukter (glykoalkaloider) och honung (pyrrolizidinalkaloider) ska dock del B i bilagan till förordning (EG) nr 333/2007 tillämpas.

BILAGA II

Kriterier för provberedning och för de analysmetoder som används vid kontroll av halten växttoxiner i livsmedel

1. INLEDNING

Eftersom fördelningen av växttoxiner i allmänhet inte är homogen bör proverna beredas, och i synnerhet homogeniseras, med allra största noggrannhet.

Det fullständiga laboratorieprovet ska homogeniseras, om homogeniseringen görs av laboratoriet.

2. BEHANDLING AV LABORATORIEPROVET

Varje laboratorieprov ska blandas noggrant med en metod, inklusive finmalning vid behov, som visat sig kunna uppnå fullständig homogenisering.

Om gränsvärdet gäller för torrsubstansen ska produktens torrsubstanshalt bestämmas på en del av det homogeniserade provet med en metod som visat sig kunna fastställa denna halt noggrant.

3. REPLIKATPROVER

Replikatprover för tillsyn, överklagande och referensändamål ska tas från det homogeniserade materialet, såvida detta inte strider mot medlemsstaternas bestämmelser om livsmedelsföretagares rättigheter.

4. KRAV PÅ LABORATORIETS ANALYSMETOD OCH VERIFIERING

4.1 Allmänna krav

Konfirmerande analysmetoder som används för kontroll av livsmedel ska uppfylla kraven i punkterna 1 och 2 i bilaga III till förordning (EU) 2017/625.

När så är möjligt bör metodens riktighet verifieras genom analys av ett certifierat referensmaterial och/eller genom regelbunden medverkan i kompetensprövningar.

4.2 Särskilda krav

4.2.1 Särskilda krav för konfirmeringsmetoder

4.2.1.1 Prestandakriterier

För konfirmeringsmetoder gäller följande prestandakriterier:

Utbyte: Det genomsnittliga utbytet bör ligga mellan 70 och 120 %.

Det genomsnittliga utbytet är det medelvärde av replikaten som erhålls under validering vid bestämning av precisionsparametrarna RSD_r och RSD_{w_R}. Kriteriet gäller alla koncentrationer och alla enskilda toxiner.

I undantagsfall kan genomsnittliga utbyten utanför ovanstående intervall godtas, men de ska ligga inom 50–130 %, och endast om precisionskriterierna för RSD_r och RSD_{w_R} är uppfyllda.

Precision

RSD_r ska vara ≤ 20 %.

RSD_{w_R} ska vara ≤ 20 %.

RSD_R bör vara ≤ 25 %.

Dessa kriterier gäller för alla koncentrationer.

Om ett laboratorium lämnar belägg för att RSD_{w_R}-kriteriet är uppfyllt behöver inget liknande belägg lämnas för RSD_r-kriteriet eftersom uppfyllelse av RSD_{w_R} garanterar uppfyllelse av RSD_r-kriteriet.

Om gränsvärdet gäller för en summa toxiner gäller precisionskriterierna både summan och de enskilda toxiner.

Kvantifieringsgräns

När ett särskilt krav avseende kvantifieringsgräns för ett växttoxin har fastställts i tabell 1 ska metoden ha en kvantifieringsgräns lika med eller under detta värde.

Tabell 1

Krav avseende kvantifieringsgräns för vissa växttoxiner

Växttoxin	Anmärkningar	Livsmedel	Krav avseende kvantifieringsgräns (µg/kg) eller (µg/l)
Pyrrolizidinalkaloider	Krav avseende kvantifieringsgräns för enskilda pyrrolizidinalkaloider	Torkad produkt	≤ 10
		Flytande produkt	≤ 0,15
Tropanalkaloider	Krav avseende kvantifieringsgräns för atropin och skopolamin separat	Bearbetade spannmålsbaserade livsmedel för spädbarn och småbarn	≤ 1
		Spannmål och spannmålsprodukter	≤ 2
		Örtte (torkad produkt)	≤ 5
		Örtte (i flytande form)	≤ 0,05
Opiumalkaloider	Krav avseende kvantifieringsgräns för morfin och kodein separat	Bageriprodukter	≤ 500

I alla övriga fall gäller följande:

Kvantifieringsgränsen ska vara $\leq 0,5 \cdot \text{gränsvärdet}$ och bör helst vara lägre ($\leq 0,2 \cdot \text{gränsvärdet}$).

Om gränsvärdet gäller för en summa toxiner ska kvantifieringsgränsen för de enskilda toxinerna vara $\leq 0,5 \cdot \text{gränsvärdet}/n$, där n är antalet toxiner som ingår i gränsvärdesdefinitionen.

Identifiering

För identifiering ska kriterierna i vägledningen om identifiering av mykotoxiner och växttoxiner i livsmedel och foder ⁽¹⁾ tillämpas.

4.2.1.2 Utvidgning av tillämpningsområdet för metoden

4.2.1.2.1 Utvidgning av tillämpningsområdet till andra växttoxiner

När fler analyter läggs till i tillämpningsområdet för en befintlig konfirmeringsmetod krävs en fullständig validering för att demonstrera metodens lämplighet.

4.2.1.2.2 Utvidgning till andra varor

Om konfirmeringsmetoden är känd för att eller förväntas vara tillämplig på andra varor ska metodens giltighet för dessa andra varor verifieras. Så länge som den nya varan tillhör en varugrupp (se tabell 2 i denna bilaga) för vilken en inledande validering redan har utförts, räcker det med en begränsad ytterligare validering.

4.2.2 Särskilda krav för semikvantitativa screeningmetoder

4.2.2.1 Tillämpningsområde

Det här avsnittet omfattar bioanalytiska metoder baserade på antigenigenkänning eller receptorbindning (t.ex. ELISA, mätstickor, laterala flödestester, immunosensorer) och fysikalisk-kemiska metoder baserade på kromatografi eller direkt detektion med masspektrometri (t.ex. ambient MS). Även andra metoder (t.ex. tunnskikt-kromatografi) kan omfattas, förutsatt att de erhållna signalerna är direkt kopplade till de berörda växttoxinerna och gör det möjligt att tillämpa principen nedan.

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

De särskilda kraven gäller för de metoder som ger mätresultat i form av ett numeriskt värde, t.ex. en (relativ) respons från en läsare för mätstickor eller en LC-MS-signal, och där normal statistik kan användas.

Kraven gäller inte för de metoder som inte ger numeriska värden (t.ex. enbart en linje som antingen syns eller inte), utan de kräver andra valideringsmetoder. Särskilda krav för dessa metoder anges i punkt 4.2.3.

I detta dokument beskrivs förfaranden för validering av screeningmetoder genom interlaborativ avprövning, för verifiering av prestandan hos en metod som validerats genom interlaborativ avprövning och för validering av en screeningmetod genom intern validering.

4.2.2.2 Valideringsförfarande

Syftet med valideringen är att demonstrera screeningmetodens ändamålsenlighet. Detta görs genom bestämning av brytpunkten och andelen falskt negativa och falskt misstänkta prover. I dessa två parametrar ingår prestandaegenskaper såsom detektionsförmåga, selektivitet och precision.

Screeningmetoder kan valideras genom interlaborativ avprövning eller intern validering. Om data från en interlaborativ avprövning finns tillgängliga för en viss kombination av växttoxin/matris/STC räcker det att verifiera metodens prestanda i ett laboratorium som använder metoden.

4.2.2.2.1 Inledande validering genom intern validering

Växttoxiner

Valideringen ska utföras för varje enskilt växttoxin som omfattas av tillämpningsområdet. När det gäller bioanalytiska metoder som ger en kombinerad respons för en viss växttoxingroup (t.ex. pyrrolizidinalkaloider) ska metodens tillämplighet demonstreras och analysens begränsningar anges i metodens tillämpningsområde. Önskad korsreaktivitet anses inte öka andelen falskt negativa prover för målväxttoxiner, men kan öka andelen falskt misstänkta prover. Denna oönskade ökning ska minskas med konfirmerande analyser för entydig identifiering och kvantifiering av växttoxiner.

Matriser

En inledande validering ska utföras för varje vara eller, om det är känt att metoden är tillämplig på flera varor, för varje varugrupp. Om metoden är tillämplig på flera varor ska en representativ och relevant vara väljas från denna grupp (se tabell 2).

Provserie

Det minsta antalet olika prover som krävs för validering är 20 homogena negativa kontroller och 20 homogena positiva kontroller som innehåller växttoxinet vid målkoncentrationen för screeningen (STC) och som analyseras under förhållanden för reproducerbarhet inom laboratoriet (RSD_{w_R}) över fem olika dagar. Ytterligare serier med 20 prover innehållande växttoxinet vid andra halter kan läggas till valideringsserien för att få kunskap om i vilken utsträckning metoden kan skilja mellan olika växttoxinkoncentrationer.

Koncentration

För varje STC som ska användas rutinmässigt måste en validering utföras.

4.2.2.2.2 Inledande validering genom kollaborativ avprövning

Validering genom kollaborativ avprövning ska utföras i enlighet med ISO 5725:1994 eller IUPAC *International Harmonised Protocol* eller annat internationellt vedertaget protokoll för kollaborativ avprövning som kräver att giltiga data från minst åtta olika laboratorier ingår. Den enda skillnaden jämfört med interna valideringar är att de nödvändiga proverna per vara/halt (≥ 20) kan fördelas jämt över de deltagande laboratorierna, dock minst två prover per laboratorium.

4.2.2.3 Bestämning av brytpunkten och andelen falskt misstänkta resultat för blankprover

De (relativa) responserna för de negativa och positiva kontrollerna ska användas som grund för beräkningen av de nödvändiga parametrarna.

Screeningmetoder med en respons som är proportionell till växttoxinkoncentrationen

För screeningmetoder med en respons som är proportionell till växttoxinkoncentrationen gäller följande:

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

R_{STC} = medelrespons för de positiva kontrollerna (vid STC)

$t\text{-värde}$ = ensidigt t -värde för en andel av falskt negativa resultat på 5 % (se tabell 3)

SD_{STC} = standardavvikelse

Screeningmetoder med en respons som är omvänt proportionell till växttoxinkoncentrationen

För screeningmetoder med en respons som är omvänt proportionell till växttoxinkoncentrationen gäller följande:

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

Genom att använda detta specifika t -värde för att fastställa brytpunkten blir andelen falskt negativa resultat automatiskt 5 %.

Bedömning av ändamålsenligheten

Resultat från de negativa kontrollerna används för att uppskatta den motsvarande andelen falskt misstänkta resultat. T -värdet beräknas så att det motsvarar ett fall när en negativ kontroll är högre än brytpunkten och därmed felaktigt klassificeras som ett misstänkt prov:

$$t\text{-värde} = (\text{brytpunkt} - \text{medel}_{\text{blank}}) / SD_{\text{blank}}$$

för screeningmetoder med en respons som är proportionell till växttoxinkoncentrationen,

eller

$$t\text{-värde} = (\text{medel}_{\text{blank}} - \text{brytpunkt}) / SD_{\text{blank}}$$

för screeningmetoder med en respons som är omvänt proportionell till växttoxinkoncentrationen.

Från det erhållna t -värdet, som baserats på frihetsgraderna beräknade utifrån antalet experiment, kan sannolikheten för falskt misstänkta prover för en ensidig fördelning antingen beräknas (t.ex. med funktionen "TDIST" i ett kalkylprogram) eller fås från en tabell över t -fördelning (se tabell 3).

Motsvarande värde för den ensidiga t -fördelningen anger andelen falskt misstänkta resultat.

Denna princip beskrivs mer ingående med exempel i *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, DOI: 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4 Utvidgning av tillämpningsområdet för metoden

4.2.2.4.1 Utvidgning av tillämpningsområdet till andra växttoxiner

När nya växttoxiner läggs till i tillämpningsområdet för en befintlig screeningmetod krävs en fullständig validering för att demonstrera metodens lämplighet.

4.2.2.4.2 Utvidgning till andra varor

Om screeningmetoden är känd för att eller förväntas vara tillämplig på andra varor ska metodens giltighet för dessa andra varor verifieras. Så länge som den nya varan tillhör en varugrupp (se tabell 2 i denna bilaga) för vilken en inledande validering redan har utförts, räcker det med en begränsad ytterligare validering. För en sådan validering ska minst 10 homogena negativa kontroller och 10 homogena positiva kontroller (vid STC) analyseras under förhållanden för reproducerbarhet inom laboratoriet. Alla de positiva kontrollerna ska vara över brytpunkten. Om detta kriterium inte uppfylls krävs en fullständig validering.

4.2.2.5 Verifiering av metoder som redan validerats genom kollaborativ avprövning

För screeningmetoder som redan har validerats genom en kollaborativ avprövning ska metodens prestanda verifieras. För en sådan verifiering ska minst 6 negativa kontroller och 6 positiva kontroller (vid STC) analyseras. Alla de positiva kontrollerna ska vara över brytpunkten. Om detta kriterium inte uppfylls måste laboratoriet utföra en orsaksanalys för att ta reda på varför det inte kan upprepa resultaten från den kollaborativa avprövningen. Först efter att korrigerande åtgärder vidtagits ska laboratoriet återigen verifiera metodens prestanda i sitt laboratorium. Om laboratoriet inte lyckas verifiera resultaten från den kollaborativa avprövningen måste det fastställa sin egen brytpunkt i en fullständig intern validering.

4.2.2.6 Kontinuerlig metodverifiering/löpande metodvalidering

Efter den inledande valideringen erhålls ytterligare valideringsdata genom att inkludera minst två positiva kontroller i varje provomgång som screenas. Den första positiva kontrollen ska vara ett känt prov (t.ex. ett prov som använts vid den inledande valideringen), medan den andra ska vara ett prov från en annan vara från samma varugrupp (om endast en vara analyseras används i stället ett annat prov av den varan). Det är frivilligt att ta med en negativ kontroll. Resultaten från de två positiva kontrollerna läggs till den befintliga valideringsserien.

Minst en gång om året ska brytpunkten fastställas på nytt och metodens validitet utvärderas på nytt (ny utvärdering av de data från kvalitetssäkring och kvalitetskontroll som erhållits under det senaste året). Den kontinuerliga metodverifieringen har flera olika syften, bland annat följande:

- Kvalitetskontroll för den provomgång som screenas.
- Ge information om metodens robusthet vid de förhållanden som gäller i det laboratorium som använder metoden.
- Motivera att metoden kan användas för olika varor.
- Möjliggöra anpassning av brytpunkterna om de förändras gradvis över tiden.

4.2.2.7 Valideringsrapport

Valideringsrapporten ska innehålla följande:

- Ett uttalande om STC.
- Ett uttalande om den fastställda brytpunkten.

Anm.: Brytpunkten ska ha samma antal signifikanta siffror som STC. Numeriska värden som används för att beräkna brytpunkten måste ha minst en signifikant siffra mer än STC.

- Ett uttalande om den beräknade andelen falskt misstänkta prover.
- Ett uttalande om hur andelen falskt misstänkta prover erhöles.

Anm.: Uttalandet om den beräknade andelen falskt misstänkta prover anger om metoden är ändamålsenlig eftersom den anger antalet blankprover (eller prover med låg föroreningshalt) som ska verifieras.

Tabell 2

Varugrupper för validering av konfirmeringsmetoder och screeningmetoder

Varugrupp	Varukategorier	Typiska representativa varor i kategorin
Hög vattenhalt	Drycker Frukt och grönsaker Puréeer baserade på sädeslag eller frukt och bär Färska kryddväxter	Örtte (i flytande form), gurkortsblad, potatis, puréeer avsedda för spädbarn och småbarn
Hög oljehalt	Trädnötter Oljeväxtfrön och produkter därav Oljeväxtfrukter och produkter därav	Mandlar, aprikoskärnor, raps, bomullsfrön, linfrön, lupinfrön, vallmofrön, hampfrön osv. Oljor och pastor
Hög stärkelsehalt och/eller hög proteinhalt och låg vatten- och fetthalt	Spannmål och produkter därav Dietprodukter	Majs, bovete, hirs, sorgum, maniokmjöl/kassavamjöl, potatisprodukter Bröd, bageriprodukter, kex, frukostflingor, pasta Torkade pulver för beredning av livsmedel för spädbarn och småbarn
Hög syrahalt och hög vattenhalt (*)	Citrusprodukter	
"Svåra eller unika varor" (**)		Pollen och pollenprodukter, kosttillskott, örtte (torkad produkt), te (torkad produkt) Kryddor, lakrits
Hög sockerhalt och låg vattenhalt	Torkad frukt	Fikon, russin, korinter, sultanrussin, honung
Mjölk och mjölkprodukter	Mjölk Ost Mjölkprodukter (t.ex. mjölkpulver)	Ko-, get- och buffelmjölk Ost, getost Yoghurt, grädde

(*) Om en buffert används för att stabilisera pH-värdet vid extraktionen kan denna varugrupp slås samman med varugruppen "Hög vattenhalt" till en varugrupp.

(**) "Svåra eller unika varor" behöver endast bli fullständigt validerade om de analyseras ofta. Om de endast analyseras ibland kan valideringen minskas till att bara omfatta kontroll av rapporteringshalterna för spikade blankextrakt.

Tabell 3

Ensidigt t-värde för en andel av falskt negativa resultat på 5 %

Frihetsgrader	Antal replikat	t-värde (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 Krav för kvalitativa screeningmetoder (metoder som inte ger numeriska värden)

Utarbetandet av riktlinjer för validering av binära analysmetoder pågår för närvarande hos flera standardiseringsorgan (t.ex. AOAC, ISO). AOAC har utarbetat riktlinjer för validering av binära analysmetoder. Dessa kan ses som vetenskapens nuvarande ståndpunkt inom validering av binära analysmetoder. Metoder som ger binära resultat (t.ex. visuell avläsning av mätstickor) bör därför valideras enligt AOAC:s riktlinjer (*AOAC International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods*) ⁽²⁾.

Även andra erkända valideringsriktlinjer får användas, exempelvis den metod som beskrivs i ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 *Guidelines for the validation of qualitative screening methods for the detection of residues of veterinary drugs in milk and milk products*.

4.3 Beräkning av mätosäkerheten, beräkning av utbytet och rapportering av resultat ⁽³⁾

4.3.1 Konfirmeringsmetoder

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

⁽³⁾ Förfaranden beträffande uppskattning av mätosäkerheten och beträffande utvärdering av utbytet finns i rapporten "Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation", https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

Analysresultatet ska rapporteras på följande sätt:

- a) Korrigerat för utbyte, när så är lämpligt och relevant, vilket då ska anges. Utbytet ska anges såvida inte korrigering för systematiskt fel ingår i förfarandet. Korrigeringen för utbytet är inte nödvändig om utbytet är 90–110 %.
- b) Som $x \pm U$, där x är analysresultatet och U den utvidgade analytiska mätosäkerheten beräknad med en täckningsfaktor på 2, vilket ger en konfidensgrad på ca 95 %.

Ett standardvärde för utvidgad mätosäkerhet på 50 % kan rapporteras om laboratoriet uppfyller alla precisionskrav i punkt 4.2. Ett laboratorium kan visa detta genom att uppfylla kriterierna för repeterbarhet (RSD_r) och för reproducerbarhet inom laboratoriet (RSD_{WR}) och genom medverkan i kompetensprövningar (om det finns ett lämpligt program för kompetensprövning), eftersom ett genomsnittligt z -värde på $|z| \leq 2$ visar att kravet på reproducerbarhet (RSD_R) är uppfyllt (baserat på en målstandardavvikelse på 25 %).

Om gränsvärdet har fastställts för summan av toxiner ska analysresultaten för alla enskilda toxiner rapporteras.

Eventuell korrigering för utbyte ska göras för vart och ett av de enskilda toxinerna innan koncentrationerna summeras.

För verifiering av överensstämmelse med gränsvärdessumman (sum-ML) ska en nedre koncentrationsgräns tillämpas, vilket innebär att resultaten för enskilda toxiner som är under kvantifieringsgränsen ska ersättas med noll vid beräkningen av summan.

Dessa tolkningsregler gäller för det analysresultat som erhålls från provet för offentlig kontroll då det gäller att godkänna eller underkänna ett parti. När det gäller analyser för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler. I synnerhet gäller att om

analysresultatet från provet för offentlig kontroll tyder på bristande överensstämmelse utom rimligt tvivel, med beaktande av den utvidgade mätosäkerheten, och

analysresultatet från provet för överklagande tyder på bristande överensstämmelse, men inte utom rimligt tvivel, och med en större utvidgad mätosäkerhet än vid offentlig kontroll,

kan analysresultatet från provet för överklagande inte ha företräde framför den bristande överensstämmelse som fastställts för provet för officiell kontroll.

4.3.2 *Screeningmetoder*

Resultaten från screeningen ska anges som överensstämmande eller som misstänkt icke-överensstämmande.

Misstänkt icke-överensstämmande innebär att provet överskrider brytpunkten och kan innehålla växttoxinet i en halt som är högre än STC. Varje misstänkt resultat leder till en konfirmerande analys för en entydig identifiering och kvantifiering av växttoxinet.

Överensstämmande innebär att växttoxinhalten i provet är lägre än STC med en konfidensgrad på 95 % (dvs. det finns en 5 % risk att provet felaktigt kommer att redovisas som negativt). Analysresultatet rapporteras som "lägre halt än STC" och värdet på STC anges.

4.4 **Kvalitetsnormer för laboratorier**

Laboratorierna ska uppfylla kraven i artikel 37.4 och 37.5 i förordning (EU) 2017/625.