



2023/2783

15.12.2023

ΕΚΤΕΛΕΣΤΙΚΟΣ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΕ) 2023/2783 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 14ης Δεκεμβρίου 2023

για τον καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον έλεγχο των επιπέδων φυτικών τοξινών στα τρόφιμα, και για την κατάργηση του κανονισμού (ΕΕ) 2015/705

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΥΡΩΠΑΪΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ,

Έχοντας υπόψη τη Συνθήκη για τη λειτουργία της Ευρωπαϊκής Ένωσης,

Έχοντας υπόψη τον κανονισμό (ΕΕ) 2017/625 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 15ης Μαρτίου 2017, για τους επίσημους ελέγχους και τις άλλες επίσημες δραστηριότητες που διενεργούνται με σκοπό την εξασφάλιση της εφαρμογής της νομοθεσίας για τα τρόφιμα και τις ζωοτροφές και των κανόνων για την υγεία και την καλή μεταχείριση των ζώων, την υγεία των φυτών και τα φυτοπροστατευτικά προϊόντα, για την τροποποίηση των κανονισμών του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΚ) αριθ. 999/2001, (ΕΚ) αριθ. 396/2005, (ΕΚ) αριθ. 1069/2009, (ΕΚ) αριθ. 1107/2009, (ΕΕ) αριθ. 1151/2012, (ΕΕ) αριθ. 652/2014, (ΕΕ) 2016/429 και (ΕΕ) 2016/2031, των κανονισμών του Συμβουλίου (ΕΚ) αριθ. 1/2005 και (ΕΚ) αριθ. 1099/2009 και των οδηγιών του Συμβουλίου 98/58/ΕΚ, 1999/74/ΕΚ, 2007/43/ΕΚ, 2008/119/ΕΚ και 2008/120/ΕΚ και για την κατάργηση των κανονισμών του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΚ) αριθ. 854/2004 και (ΕΚ) αριθ. 882/2004, των οδηγιών του Συμβουλίου 89/608/ΕΟΚ, 89/662/ΕΟΚ, 90/425/ΕΟΚ, 91/496/ΕΟΚ, 96/23/ΕΚ, 96/93/ΕΚ και 97/78/ΕΚ και της απόφασης 92/438/ΕΟΚ του Συμβουλίου (κανονισμός για τους επίσημους ελέγχους)⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 34 παράγραφος 6,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΕ) 2023/915 της Επιτροπής⁽²⁾ καθορίζει τα μέγιστα επίπεδα για ορισμένες φυτικές τοξίνες στα τρόφιμα.
- (2) Η δειγματοληψία διαδραματίζει πολύ σημαντικό ρόλο για τον ακριβή προσδιορισμό των φυτικών τοξινών, που εμφανίζονται με ιδιαίτερα ανομοιογενή τρόπο, σε μια παρτίδα. Ως εκ τούτου, είναι σκόπιμο να θεσπιστούν μέθοδοι δειγματοληψίας για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων φυτικών τοξινών στα τρόφιμα.
- (3) Ο εκτελεστικός κανονισμός (ΕΕ) 2023/2782 της Επιτροπής⁽³⁾ ορίζει τις μεθόδους δειγματοληψίας που πρέπει να χρησιμοποιούνται για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων μυκοτοξινών στα τρόφιμα. Δεδομένου ότι τόσο οι φυτικές τοξίνες όσο και οι μυκοτοξίνες κατανέμονται με ανομοιογενή τρόπο σε μια παρτίδα, είναι σκόπιμο οι εν λόγω μέθοδοι δειγματοληψίας να εφαρμόζονται και όσον αφορά τις φυτικές τοξίνες.
- (4) Επίσημοι έλεγχοι μπορούν να διενεργηθούν και σε τρόφιμα για τα οποία δεν έχει καθοριστεί συγκεκριμένο ανώτατο επίπεδο για τις φυτικές τοξίνες και για τα οποία δεν έχει θεσπιστεί συγκεκριμένη διαδικασία δειγματοληψίας. Ως εκ τούτου, είναι σκόπιμο να προβλεφθούν κριτήρια για τον καθορισμό της διαδικασίας δειγματοληψίας που θα πρέπει να εφαρμόζεται σε τέτοιες περιπτώσεις.
- (5) Είναι επίσης αναγκαίο να καθοριστούν τα κριτήρια γενικών επιδόσεων, με τα οποία πρέπει να συμμορφώνονται οι μέθοδοι ανάλυσης, ώστε να εξασφαλιστεί ότι τα εργαστήρια τα οποία είναι επιφορτισμένα με τη διενέργεια των ελέγχων χρησιμοποιούν μεθόδους ανάλυσης με συγκρίσιμα επίπεδα επιδόσεων. Δεδομένου ότι το εργαστήριο αναφοράς της Ευρωπαϊκής Ένωσης για τις μυκοτοξίνες και τις φυτικές τοξίνες έχει καθορίσει τα κριτήρια αναλυτικής επίδοσης για την ανάλυση των φυτικών τοξινών στα τρόφιμα με βάση τα βέλτιστα διαθέσιμα επιστημονικά στοιχεία, είναι σκόπιμο να καθοριστούν τα εν λόγω κριτήρια στον παρόντα κανονισμό.

⁽¹⁾ ΕΕ L 95 της 7.4.2017, σ. 1.

⁽²⁾ Κανονισμός (ΕΕ) 2023/915 της Επιτροπής, της 25ης Απριλίου 2023, σχετικά με μέγιστα επιτρεπτά επίπεδα για ορισμένες ουσίες οι οποίες επιμολύνουν τα τρόφιμα και για την κατάργηση του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 (ΕΕ L 119 της 5.5.2023, σ. 103).

⁽³⁾ Εκτελεστικός κανονισμός (ΕΕ) αριθ. 2023/2782 της Επιτροπής, της 14ης Δεκεμβρίου 2023, για τον καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον έλεγχο των επιπέδων μυκοτοξινών στα τρόφιμα, και για την κατάργηση του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 401/2006 (ΕΕ L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- (6) Ο κανονισμός (ΕΕ) 2015/705 της Επιτροπής (*) καθορίζει τις μεθόδους δειγματοληψίας και τα κριτήρια επίδοσης για τις μεθόδους ανάλυσης όσον αφορά τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων του ερουκικού οξέος στα τρόφιμα. Δεδομένου ότι οι μέθοδοι δειγματοληψίας και τα κριτήρια αναλυτικής επίδοσης που καθορίζονται στον παρόντα κανονισμό επαρκούν επίσης για τον έλεγχο της φυτικής τοξίνης ερουκικό οξύ στα τρόφιμα, είναι σκόπιμο, για λόγους απλούστευσης, να καταργηθεί ο κανονισμός (ΕΕ) 2015/705.
- (7) Είναι αναγκαίο να δοθεί επαρκής χρόνος στα εργαστήρια που είναι επιφορτισμένα με τη διενέργεια ελέγχων για να μπορέσουν να ανταποκριθούν στις νέες απαιτήσεις που εισάγονται με τον παρόντα κανονισμό. Ως εκ τούτου, είναι σκόπιμο να προβλεφθεί εύλογο χρονικό διάστημα έως την εφαρμογή του παρόντος κανονισμού.
- (8) Για να εξασφαλιστεί η συνέχεια στη διενέργεια επίσημων ελέγχων και άλλων κανονιστικών δραστηριοτήτων σχετικά με τα ανώτατα επίπεδα φυτικών τοξινών και να δοθεί επαρκής χρόνος για την εκ νέου επικύρωση των μεθόδων ανάλυσης, είναι σκόπιμο να προβλεφθεί ότι οι μέθοδοι ανάλυσης που έχουν επικυρωθεί πριν από την ημερομηνία εφαρμογής του παρόντος κανονισμού μπορούν να εξακολουθήσουν να χρησιμοποιούνται για καθορισμένο χρονικό διάστημα.
- (9) Τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της μόνιμης επιτροπής φυτών, ζώων, τροφίμων και ζωοτροφών,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού, ισχύουν οι ορισμοί του άρθρου 1 του εκτελεστικού κανονισμού (ΕΕ) 2023/2782.

Άρθρο 2

1. Η δειγματοληψία για τον έλεγχο των επιπέδων φυτικών τοξινών στα τρόφιμα διεξάγεται σύμφωνα με τις μεθόδους που καθορίζονται στο παράρτημα I.
2. Στην περίπτωση τροφίμου που δεν μπορεί να ταξινομηθεί σε κατηγορία τροφίμων για την οποία έχει θεσπιστεί διαδικασία δειγματοληψίας στο παράρτημα I, η διαδικασία δειγματοληψίας καθορίζεται με βάση το μέγεθος των σωματιδίων του εν λόγω τροφίμου ή την ομοιότητα του εν λόγω τροφίμου με προϊόν που μπορεί να ταξινομηθεί σε μία από τις κατηγορίες τροφίμων του παραρτήματος I.
3. Στην περίπτωση τροφίμου που δεν μπορεί να ταξινομηθεί σε καμία από τις κατηγορίες τροφίμων που απαριθμούνται στο παράρτημα I και υπό τον όρο ότι υπάρχουν στοιχεία που αποδεικνύουν ότι η φυτική τοξίνη εμφανίζεται με ομοιογενή τρόπο στο τρόφιμο αυτό, το τρόφιμο υποβάλλεται σε δειγματοληψία με τη μέθοδο δειγματοληψίας που ορίζεται στο μέρος Β του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 333/2007 της Επιτροπής (*).

Άρθρο 3

Η προετοιμασία των δειγμάτων και οι μέθοδοι ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο των επιπέδων των φυτικών τοξινών στα τρόφιμα πρέπει να συμμορφώνονται με τα κριτήρια που καθορίζονται στο παράρτημα II.

Άρθρο 4

Ο κανονισμός (ΕΕ) 2015/705 καταργείται. Οι παραπομπές στον καταργούμενο κανονισμό θεωρούνται παραπομπές στον παρόντα εκτελεστικό κανονισμό.

(*) Κανονισμός (ΕΕ) 2015/705 της Επιτροπής, της 30ής Απριλίου 2015, για τον καθορισμό μεθόδων δειγματοληψίας και κριτηρίων επίδοσης για τις μεθόδους ανάλυσης όσον αφορά τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων του ερουκικού οξέος στις ζωοτροφές και για την κατάργηση της οδηγίας 80/891/ΕΟΚ (ΕΕ L 113 της 1.5.2015, σ. 29).

(*) Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 333/2007 της Επιτροπής, της 28ης Μαρτίου 2007, για τον καθορισμό μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον έλεγχο των επιπέδων ιχνοστοιχείων και ουσιών που επιμολύνουν τα τρόφιμα κατά την επεξεργασία τους (ΕΕ L 88 της 29.3.2007, σ. 29).

Άρθρο 5

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Εφαρμόζεται από την 1η Απριλίου 2024. Ωστόσο, οι μέθοδοι ανάλυσης που έχουν επικυρωθεί πριν από την έναρξη εφαρμογής του παρόντος κανονισμού μπορούν να εξακολουθήσουν να χρησιμοποιούνται έως την 1η Ιουλίου 2028, ακόμη και αν δεν συμμορφώνονται με όλες τις ειδικές απαιτήσεις που προβλέπονται στο σημείο 4.2 του παραρτήματος II του παρόντος κανονισμού.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 14 Δεκεμβρίου 2023.

Για την Επιτροπή
Η Πρόεδρος
Ursula VON DER LEYEN

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ I

Μέθοδοι δειγματοληψίας για τον έλεγχο των επιπέδων φυτικών τοξινών στα τρόφιμα

ΜΕΡΟΣ I

ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ

A.1. Γενικές διατάξεις

A.1.1 Προσωπικό

Η δειγματοληψία πρέπει να πραγματοποιείται από άτομο το οποίο ορίζεται από την αρμόδια αρχή του κράτους μέλους.

A.1.2. Υλικό από το οποίο λαμβάνεται δείγμα

Κάθε παρτίδα που πρόκειται να εξεταστεί αποτελεί αντικείμενο ξεχωριστής δειγματοληψίας. Σύμφωνα με τις ειδικές διατάξεις περί δειγματοληψίας για τις διάφορες φυτικές τοξίνες, οι μεγάλες παρτίδες υποδιαιρούνται σε υποπαρτίδες, στις οποίες διενεργείται ξεχωριστή δειγματοληψία.

A.1.3. Μέτρα προφύλαξης που πρέπει να λαμβάνονται

Στη διάρκεια της δειγματοληψίας και της προετοιμασίας των δειγμάτων, λαμβάνονται προφυλάξεις ώστε να αποφεύγονται τυχόν αλλοιώσεις, οι οποίες:

- επηρεάζουν την περιεκτικότητα σε φυτικές τοξίνες, επιδρούν αρνητικά στον αναλυτικό προσδιορισμό ή καθιστούν μη αντιπροσωπευτικά τα συνολικά δείγματα·
- επηρεάζουν την ασφάλεια τροφίμων των παρτίδων στις οποίες πρόκειται να διενεργηθεί δειγματοληψία.

Επίσης, λαμβάνονται όλα τα αναγκαία μέτρα για την ασφάλεια των προσώπων που λαμβάνουν τα δείγματα.

A.1.4. Στοιχειώδη δείγματα

Στο μέτρο του δυνατού, τα στοιχειώδη δείγματα λαμβάνονται από διαφορετικά σημεία της παρτίδας ή της υποπαρτίδας. Τυχόν παρέκκλιση από τη διαδικασία αυτή καταγράφεται στο αρχείο που ορίζεται στο σημείο A.1.8 του παρόντος παραρτήματος.

A.1.5. Παρασκευή του συνολικού δείγματος

Το συνολικό δείγμα λαμβάνεται με τη συνένωση των στοιχειωδών δειγμάτων.

A.1.6. Πανομοιότυπα δείγματα

Από το ομοιογενποιημένο συνολικό δείγμα λαμβάνονται πανομοιότυπα δείγματα για σκοπούς επιβολής της νομοθεσίας, υπεράσπισης και διατησίας, υπό τον όρο ότι η διαδικασία αυτή δεν αντιβαίνει στους κανόνες που ισχύουν στο κράτος μέλος σχετικά με τα δικαιώματα των υπευθύνων επιχειρήσεων τροφίμων.

A.1.7. Συσκευασία και αποστολή των δειγμάτων

Κάθε δείγμα τοποθετείται σε καθαρό περιέκτη από αδρανή ύλη, ο οποίος παρέχει την κατάλληλη προστασία από επιμολύνσεις και βλάβες που είναι δυνατόν να προκύψουν κατά τη μεταφορά. Λαμβάνονται επίσης όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για να αποτραπεί τυχόν αλλοίωση της σύνθεσης του δείγματος, η οποία μπορεί να επέλθει κατά τη μεταφορά ή την αποθήκευση.

A.1.8. Σφράγιση και επισήμανση των δειγμάτων

Κάθε δείγμα που λαμβάνεται για επίσημη χρήση σφραγίζεται στον τόπο της δειγματοληψίας και ταυτοποιείται σύμφωνα με τους κανόνες που ισχύουν στο κράτος μέλος.

Για κάθε δειγματοληψία τηρείται αρχείο, το οποίο να επιτρέπει την αναμφισβήτητη ταυτοποίηση της εκάστοτε παρτίδας και στο οποίο αναγράφεται η ημερομηνία και ο τόπος δειγματοληψίας, καθώς και κάθε άλλη συμπληρωματική πληροφορία που ενδέχεται να αποβεί χρήσιμη για τον αναλυτή.

A.2. Διαφορετικοί τύποι παρτίδων

Τα τρόφιμα διατίθενται στο εμπόριο χύδην, σε περιέκτες ή σε μεμονωμένες συσκευασίες όπως σάκους, σακούλες, συσκευασίες λιανικής πώλησης/μεμονωμένες συσκευασίες κ.λπ. Η μέθοδος δειγματοληψίας μπορεί να εφαρμοστεί σε προϊόντα τα οποία διατίθενται στην αγορά χύδην, σε περιέκτες ή σε μεμονωμένες συσκευασίες όπως σάκους, σακούλες, συσκευασίες λιανικής πώλησης/μεμονωμένες συσκευασίες ή σε οποιαδήποτε άλλη μορφή συσκευασίας.

Με την επιφύλαξη των ειδικών διατάξεων για τη δειγματοληψία που προβλέπονται σε άλλα μέρη του παρόντος παραρτήματος, ο ακόλουθος τύπος χρησιμοποιείται ως οδηγός για τον υπολογισμό της συχνότητας δειγματοληψίας των παρτίδων που διατίθενται στην αγορά σε μεμονωμένες συσκευασίες όπως σάκους, σακούλες, συσκευασίες λιανικής πώλησης/μεμονωμένες συσκευασίες.

$$\text{Συχνότητα δειγματοληψίας (}\Sigma\Delta\text{) } n = \frac{\text{Βάρος παρτίδας} \times \text{Βάρος στοιχειώδους δείγματος}}{\text{Βάρος συνολικού δείγματος} \times \text{Βάρος μεμονωμένης συσκευασίας}}$$

— βάρος: σε kg

— συχνότητα δειγματοληψίας (ΣΔ): κάθε νιοστή (n) μεμονωμένη συσκευασία από την οποία λαμβάνεται στοιχειώδες δείγμα (τα δεκαδικά ψηφία στρογγυλοποιούνται στον πλησιέστερο ακέραιο αριθμό).

A.3. Δειγματοληψία εμπορευμάτων με υψηλή αναλογία όγκου/βάρους

Με εξαίρεση τα τρόφιμα που εμπίπτουν στο μέρος II τμήματα IA και IB του παραρτήματος I του εκτελεστικού κανονισμού (ΕΕ) 2023/2782, στην περίπτωση δειγματοληψίας τροφίμων που έχουν μεγάλο όγκο σε σχέση με το βάρος τους [δηλαδή όγκος (dm³)/βάρος (kg) > 5], οι απαιτήσεις για το βάρος μπορούν να αντικατασταθούν από ισοδύναμες απαιτήσεις για τον όγκο (δηλαδή το 1 kg αντικαθίσταται από 1 dm³).

ΜΕΡΟΣ II**ΜΕΘΟΔΟΙ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ**

Εφαρμόζονται οι μέθοδοι δειγματοληψίας που καθορίζονται στο παράρτημα I μέρος II του εκτελεστικού κανονισμού (ΕΕ) αριθ. 2023/2782.

Ωστόσο, για τη δειγματοληψία πατάτας και προϊόντων πατάτας (γλυκοαλκαλοειδή) και μελιού (αλκαλοειδή πυρρολιζιδίνης), εφαρμόζεται το μέρος Β του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 333/2007.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

Κριτήρια για την προετοιμασία του δείγματος και για τις μεθόδους ανάλυσης που εφαρμόζονται κατά τον έλεγχο των επιπέδων φυτικών τοξινών στα τρόφιμα**1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ Προφυλάξεις**

Δεδομένου ότι οι φυτικές τοξίνες παρουσιάζουν κατά κανόνα ανομοιογενή κατανομή, τα δείγματα προετοιμάζονται και ιδιαίτερα ομοιογενοποιούνται με τη μεγαλύτερη δυνατή επιμέλεια.

Το πλήρες δείγμα όπως παραλαμβάνεται από το εργαστήριο ομοιογενοποιείται, αν η ομοιογενοποίηση γίνεται από το εργαστήριο.

2. ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΟΠΩΣ ΠΑΡΑΛΑΜΒΑΝΕΤΑΙ ΣΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

Κάθε εργαστηριακό δείγμα αναμειγνύεται επιμελώς με διεργασία, συμπεριλαμβανομένης λεπτής άλεσης, εάν χρειάζεται, η οποία έχει αποδειχθεί ότι επιτυγχάνει πλήρη ομοιογενοποίηση.

Αν το ανώτατο επίπεδο εφαρμόζεται στην ξηρή ύλη, η περιεκτικότητα του προϊόντος σε ξηρή ύλη προσδιορίζεται σε τμήμα του ομοιογενοποιημένου δείγματος, με τη χρήση μεθόδου για την οποία έχει αποδειχθεί ότι επιτυγχάνει τον ακριβή προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε ξηρή ύλη.

3. ΠΑΝΟΜΟΙΟΥΤΥΠΑ ΔΕΙΓΜΑΤΑ

Από το ομοιογενοποιημένο υλικό λαμβάνονται πανομοιότυπα δείγματα για σκοπούς επιβολής της νομοθεσίας, υπεράσπισης και διαίτησας, υπό τον όρο ότι η διαδικασία αυτή δεν αντιβαίνει στους κανόνες που ισχύουν στο κράτος μέλος σχετικά με τα δικαιώματα των υπευθύνων επιχειρήσεων τροφίμων.

4. ΜΕΘΟΔΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΕΙΤΑΙ ΑΠΟ ΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΚΑΙ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΣΧΕΤΙΚΑ ΜΕ ΤΟΝ ΕΛΕΓΧΟ ΤΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ**4.1. Γενικές απαιτήσεις**

Οι επιβεβαιωτικές μέθοδοι ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο των τροφίμων συμμορφώνονται με τις διατάξεις των σημείων 1 και 2 του παραρτήματος III του κανονισμού (ΕΕ) 2017/625.

Όπου είναι δυνατόν, η αληθότητα της μεθόδου επαληθεύεται με ανάλυση πιστοποιημένου υλικού αναφοράς και/ή με επιτυχή συμμετοχή σε δοκιμές επάρκειας σε τακτική βάση.

4.2. Ειδικές απαιτήσεις**4.2.1. Ειδικές απαιτήσεις για επιβεβαιωτικές μεθόδους****4.2.1.1. Κριτήρια επίδοσης**

Για τις επιβεβαιωτικές μεθόδους εφαρμόζονται τα ακόλουθα κριτήρια επίδοσης:

Ανάκτηση: η μέση ανάκτηση θα πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 70 και 120 %.

Η μέση ανάκτηση είναι η μέση τιμή που προκύπτει από πανομοιότυπα δείγματα κατά την επικύρωση όταν προσδιορίζονται οι παράμετροι ακρίβειας RSD_r και RSD_{wR} . Το κριτήριο εφαρμόζεται για όλες τις συγκεντρώσεις και όλες τις επιμέρους τοξίνες.

Σε εξαιρετικές περιπτώσεις, οι μέσες ανακτήσεις εκτός του ανωτέρω εύρους μπορούν να είναι αποδεκτές, αλλά πρέπει να κυμαίνονται μεταξύ 50-130 % και μόνο όταν πληρούνται τα κριτήρια ακρίβειας για τις παραμέτρους RSD_r και RSD_{wR} .

Ακρίβεια

RSD_r είναι ≤ 20 %.

RSD_{wR} είναι ≤ 20 %.

$RSDR$ θα πρέπει να είναι ≤ 25 %.

Τα κριτήρια αυτά εφαρμόζονται σε όλες τις συγκεντρώσεις.

Αν ένα εργαστήριο παρέχει απόδειξη σχετικά με τη συμμόρφωση με το κριτήριο RSD_{wR} , δεν είναι απαραίτητο να παρέχει απόδειξη για τη συμμόρφωση με το κριτήριο RSD_r , αφού η συμμόρφωση με το κριτήριο RSD_{wR} εγγυάται τη συμμόρφωση με το κριτήριο RSD_r .

Στην περίπτωση που το ανώτατο επίπεδο ισχύει για ένα άθροισμα τοξινών, τότε τα κριτήρια ακρίβειας ισχύουν τόσο για το άθροισμα όσο και για τις επιμέρους τοξίνες.

Όριο ποσοτικού προσδιορισμού

Αν στον κατωτέρω πίνακα 1 καθορίζεται ειδική απαίτηση για το όριο ποσοτικού προσδιορισμού (LOQ) φυτικής τοξίνης, η μέθοδος έχει LOQ ίσο ή χαμηλότερο από την τιμή αυτή.

Πίνακας 1

Απαιτήσεις LOQ για ορισμένες φυτικές τοξίνες

Φυτική τοξίνη	Παρατηρήσεις	Τρόφιμο	Απαίτηση LOQ (μg/kg) ή (μg/l)
Αλκαλοειδή πυρρολιζιδίνης	Απαίτηση LOQ για μεμονωμένα αλκαλοειδή πυρρολιζιδίνης	Αποξηραμένο προϊόν Υγρό προϊόν	≤ 10 $\leq 0,15$
Αλκαλοειδή τροπανίου	Απαίτηση LOQ για την ατροπίνη και τη σκοπολαμίνη χωριστά	Μεταποιημένα τροφές με βάση δημητριακά για βρέφη και μικρά παιδιά Δημητριακά και προϊόντα δημητριακών Αφεψήματα βοτάνων (αποξηραμένο προϊόν) Αφεψήματα βοτάνων (υγρά)	≤ 1 ≤ 2 ≤ 5 $\leq 0,05$
Αλκαλοειδή του οπίου	Απαίτηση LOQ για τη μορφίνη και την κωδεΐνη χωριστά	Προϊόντα αρτοποιίας	≤ 500

Σε όλες τις άλλες περιπτώσεις, ισχύει το εξής:

LOQ: είναι $\leq 0,5 \cdot \text{ML}$ και θα πρέπει κατά προτίμηση να είναι χαμηλότερο ($\leq 0,2 \cdot \text{ML}$).

Αν το ανώτατο επίπεδο (ML) ισχύει για ένα άθροισμα τοξινών, τότε το LOQ των επιμέρους τοξινών είναι $\leq 0,5 \cdot \text{ML}/n$, όπου n είναι ο αριθμός των τοξινών που περιλαμβάνονται στον ορισμό του ML.

Ταυτοποίηση

Για την ταυτοποίηση, εφαρμόζονται τα κριτήρια που καθορίζονται στο έγγραφο καθοδήγησης για την ταυτοποίηση των μυκοτοξινών και των φυτικών τοξινών στα τρόφιμα και τις ζωοτροφές ⁽¹⁾.

4.2.1.2. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής της μεθόδου**4.2.1.2.1. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής σε άλλες φυτικές τοξίνες:**

Όταν προστίθενται προσδιοριζόμενες ουσίες στο πεδίο εφαρμογής μιας υφιστάμενης επιβεβαιωτικής μεθόδου, απαιτείται η πλήρης επικύρωση με την οποία αποδεικνύεται η καταλληλότητα της μεθόδου.

4.2.1.2.2. Επέκταση σε άλλα εμπορεύματα:

Αν η επιβεβαιωτική μέθοδος είναι γνωστό ή αναμένεται ότι θα μπορεί να εφαρμοστεί σε άλλα εμπορεύματα, επαληθεύεται η εγκυρότητα για τα εν λόγω άλλα εμπορεύματα. Εφόσον το νέο εμπορεύμα ανήκει σε ομάδα εμπορευμάτων (βλέπε πίνακα 2 του παρόντος παραρτήματος) για την οποία έχει ήδη πραγματοποιηθεί αρχική επικύρωση, αρκεί περιορισμένη πρόσθετη επικύρωση.

4.2.2. Ειδικές απαιτήσεις για ημιποσοτικές μεθόδους διαλογής**4.2.2.1. Πεδίο εφαρμογής**

Το τμήμα αυτό εφαρμόζεται στις βιοαναλυτικές μεθόδους με βάση την ανοσοανίχνευση ή τη δέσμευση σε υποδοχείς (όπως ELISA, ταινίες εμβάπτισης, συσκευές πλευρικής ροής, ανοσοαισθητήρες) και τις φυσικοχημικές μεθόδους που βασίζονται σε χρωματογραφία ή άμεση ανίχνευση με φασματομετρία μάζας (π.χ. φασματομετρία μάζας στο περιβάλλον των δειγμάτων). Άλλες μέθοδοι (π.χ. χρωματογραφία λεπτής στιβάδας) δεν εξαιρούνται με την προϋπόθεση ότι τα σήματα που παράγουν συνδέονται άμεσα με τις φυτικές τοξίνες ενδιαφέροντος και επιτρέπουν την εφαρμογή της αρχής που περιγράφεται παρακάτω.

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

Οι ειδικές απαιτήσεις ισχύουν για τις μεθόδους των οποίων το αποτέλεσμα της μέτρησης είναι αριθμητική τιμή, για παράδειγμα η (σχετική) απόκριση αναγνώστη ταινιών εμβάπτισης, το σήμα LC-MS κ.λπ., και εφαρμόζονται οι συνήθεις στατιστικές μέθοδοι.

Οι απαιτήσεις δεν ισχύουν για τις μεθόδους που δεν παρέχουν αριθμητικές τιμές (π.χ. μόνο μια γραμμή που μπορεί να εμφανίζεται ή να μην εμφανίζεται), οι οποίες απαιτούν διαφορετικές προσεγγίσεις επικύρωσης. Ειδικές απαιτήσεις για τις μεθόδους αυτές αναφέρονται στο σημείο 4.2.3.

Το παρόν έγγραφο περιγράφει διαδικασίες για την επικύρωση των μεθόδων διαλογής, μέσω διεργαστηριακής επικύρωσης, την επαλήθευση των επιδόσεων της μεθόδου που επικυρώνεται μέσω διεργαστηριακής άσκησης και την ενδοεργαστηριακή επικύρωση μιας μεθόδου διαλογής.

4.2.2.2. Διαδικασία επικύρωσης

Στόχος της επικύρωσης είναι να αποδειχθεί η καταλληλότητα χρήσης της μεθόδου διαλογής. Αυτό γίνεται με τον καθορισμό της τιμής αποκοπής και τον προσδιορισμό του ποσοστού ψευδώς αρνητικών και ψευδώς ύποπτων δειγμάτων. Στις δύο αυτές παραμέτρους συμπεριλαμβάνονται χαρακτηριστικά της επίδοσης όπως η ικανότητα ανίχνευσης, η εκλεκτικότητα και η ακρίβεια.

Οι μέθοδοι διαλογής επικυρώνονται είτε με διεργαστηριακή είτε με ενδοεργαστηριακή επικύρωση. Αν τα στοιχεία της διεργαστηριακής επικύρωσης είναι ήδη διαθέσιμα για συγκεκριμένο συνδυασμό φυτικής τοξίνης/μήτρας/STC, αρκεί η επαλήθευση των επιδόσεων της μεθόδου σε ένα εργαστήριο που εφαρμόζει τη μέθοδο.

4.2.2.2.1. Αρχική επικύρωση με ενδοεργαστηριακή επικύρωση

Φυτικές τοξίνες

Η επικύρωση πρέπει να πραγματοποιείται για κάθε επιμέρους φυτική τοξίνη που εξετάζεται. Σε περίπτωση βιοαναλυτικών μεθόδων που δίνουν συνδυασμένη απόκριση για συγκεκριμένη ομάδα φυτικών τοξινών (π.χ. αλκαλοειδή πυρρολιζιδίνης) στο πεδίο εφαρμογής της μεθόδου πρέπει να αποδεικνύονται η εφαρμοσιμότητα και να αναφέρονται οι περιορισμοί της δοκιμής. Η ανεπιθύμητη διασταυρούμενη αντιδραστικότητα δεν θεωρείται ότι αυξάνει το ψευδώς αρνητικό ποσοστό των φυτικών τοξινών-στόχων, αλλά μπορεί να αυξήσει το ποσοστό των ψευδώς ύποπτων. Αυτή η ανεπιθύμητη αύξηση ελαττώνεται μέσω επιβεβαιωτικής ανάλυσης για τη σαφή ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση των φυτικών τοξινών.

Μήτρες

Πραγματοποιείται αρχική επικύρωση για κάθε εμπόρευμα, ή, όταν είναι γνωστό ότι η μέθοδος εφαρμόζεται σε πολλαπλά εμπορεύματα, για κάθε ομάδα εμπορευμάτων. Στην τελευταία περίπτωση, επιλέγεται ένα αντιπροσωπευτικό και χαρακτηριστικό εμπόρευμα από την εν λόγω ομάδα (βλέπε πίνακα 2).

Ομάδα δειγμάτων

Ο ελάχιστος αριθμός διαφορετικών δειγμάτων που απαιτούνται για την επικύρωση είναι 20 ομοιογενή δείγματα αρνητικού ελέγχου και 20 ομοιογενή δείγματα θετικού ελέγχου που περιέχουν τη φυτική τοξίνη στην STC, που αναλύθηκαν υπό συνθήκες ενδοεργαστηριακής αναπαραγωγιμότητας (RSD_{w_R}) κατά τη διάρκεια 5 διαφορετικών ημερών. Πρόσθετες ομάδες των 20 δειγμάτων που περιέχουν τη φυτική τοξίνη σε άλλα επίπεδα μπορούν να προστεθούν στην ομάδα επικύρωσης προκειμένου να γίνει εμφανές σε ποιο βαθμό η μέθοδος μπορεί να διακρίνει διαφορετικές συγκεντρώσεις φυτικών τοξινών.

Συγκέντρωση

Για κάθε STC που πρέπει να χρησιμοποιείται κατά τη συνήθη χρήση, πρέπει να πραγματοποιείται επικύρωση.

4.2.2.2.2. Αρχική επικύρωση μέσω διεργαστηριακών δοκιμών

Η επικύρωση με διεργαστηριακές δοκιμές πραγματοποιείται σύμφωνα με το πρότυπο ISO 5725:1994 ή το διεθνές εναρμονισμένο πρωτόκολλο της IUPAC ή άλλο διεθνώς αναγνωρισμένο πρωτόκολλο για τις διεργαστηριακές δοκιμές, το οποίο απαιτεί να περιλαμβάνονται έγκυρα στοιχεία από τουλάχιστον οκτώ διαφορετικά εργαστήρια. Ειδικότερα, η μόνη διαφορά σε σχέση με τις ενδοεργαστηριακές επικυρώσεις είναι ότι ≥ 20 δείγματα ανά εμπόρευμα/επίπεδο μπορούν να καταναλώνονται ομοιόμορφα στα συμμετέχοντα εργαστήρια, με δύο τουλάχιστον δείγματα ανά εργαστήριο.

4.2.2.3. Προσδιορισμός της τιμής αποκοπής και του ποσοστού των ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων των τυφλών δειγμάτων

Οι (σχετικές) αποκρίσεις για τα δείγματα αρνητικού και θετικού ελέγχου λαμβάνονται ως βάση για τον υπολογισμό των απαιτούμενων παραμέτρων.

Μέθοδοι διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών

Για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών ισχύουν τα εξής:

$$\text{Τιμή αποκοπής} = R_{STC} - \text{τιμή } t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = μέση απόκριση των δειγμάτων θετικού ελέγχου (στην STC)

τιμή t : τιμή t μονόπλευρου ελέγχου για ποσοστό ψευδώς αρνητικών αποτελεσμάτων 5 % (βλέπε πίνακα 3)

SD_{STC} = τυπική απόκλιση

Μέθοδοι διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών

Παρομοίως, για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών, η τιμή αποκοπής καθορίζεται ως εξής:

$$\text{Τιμή αποκοπής} = R_{STC} + \text{τιμή } t_{0,05} * SD_{STC}$$

Με αυτή τη συγκεκριμένη τιμή t για τον καθορισμό της τιμής αποκοπής, το ποσοστό των ψευδώς αρνητικών αποτελεσμάτων τίθεται αρχικά σε 5 %.

Αξιολόγηση της καταλληλότητας για συγκεκριμένη χρήση

Τα αποτελέσματα των δειγμάτων αρνητικού ελέγχου χρησιμοποιούνται για την εκτίμηση του αντίστοιχου ποσοστού ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων. Η τιμή t υπολογίζεται ανάλογα με την περίπτωση που ένα αποτέλεσμα δείγματος αρνητικού ελέγχου είναι υψηλότερο από την τιμή αποκοπής, και συνεπώς χαρακτηρίζεται εσφαλμένα ως ύποπτο.

$$\text{Τιμή } t = (\text{τιμή αποκοπής} - \text{μέση τιμή}_{\text{τυφλό}}) / SD_{\text{τυφλό}}$$

για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών

ή

$$\text{Τιμή } t = (\text{μέση τιμή}_{\text{τυφλό}} - \text{τιμή αποκοπής}) / SD_{\text{τυφλό}}$$

για τις μεθόδους διαλογής με απόκριση αντιστρόφως ανάλογη προς τη συγκέντρωση φυτικών τοξινών

Από τη ληφθείσα τιμή t , με βάση τους βαθμούς ελευθερίας που υπολογίζονται από τον αριθμό των πειραμάτων η πιθανότητα ψευδώς ύποπτων δειγμάτων για μονόπλευρη κατανομή μπορεί είτε να υπολογιστεί (π.χ. με τη συνάρτηση «TDIST» λογιστικού φύλλου) είτε να ληφθεί από τον πίνακα κατανομής t (βλέπε πίνακα 3).

Η αντίστοιχη τιμή της μονόπλευρης κατανομής t ορίζει το ποσοστό των ψευδώς ύποπτων αποτελεσμάτων.

Η έννοια αυτή περιγράφεται λεπτομερώς με ένα παράδειγμα στο Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής της μεθόδου

4.2.2.4.1. Επέκταση του πεδίου εφαρμογής σε άλλες φυτικές τοξίνες:

Όταν προστίθενται νέες φυτικές τοξίνες στο πεδίο εφαρμογής μιας υφιστάμενης μεθόδου διαλογής, απαιτείται η πλήρης επικύρωση με την οποία αποδεικνύεται η καταλληλότητα της μεθόδου.

4.2.2.4.2. Επέκταση σε άλλα εμπορεύματα:

Εάν η μέθοδος διαλογής είναι γνωστό ή αναμένεται ότι θα μπορεί να εφαρμοστεί σε άλλα εμπορεύματα, επαληθεύεται η εγκυρότητά της για τα εν λόγω άλλα εμπορεύματα. Εφόσον το νέο εμπόρευμα ανήκει σε ομάδα εμπορευμάτων (βλέπε πίνακα 2 του παρόντος παραρτήματος) για την οποία έχει ήδη πραγματοποιηθεί αρχική επικύρωση, αρκεί περιορισμένη πρόσθετη επικύρωση. Για τον σκοπό αυτόν αναλύονται τουλάχιστον 10 ομοιογενή δείγματα αρνητικού ελέγχου και 10 ομοιογενή δείγματα θετικού ελέγχου (στην STC) υπό συνθήκες ενδοεργαστηριακής αναπαραγωγιμότητας. Τα δείγματα θετικού ελέγχου βρίσκονται όλα πάνω από την τιμή αποκοπής. Σε περίπτωση που δεν πληρούνται αυτό το κριτήριο, απαιτείται πλήρης επικύρωση.

4.2.2.5. Επαλήθευση των μεθόδων που έχουν ήδη επικυρωθεί μέσω διεργαστηριακών δοκιμών

Για τις μεθόδους διαλογής που έχουν ήδη επικυρωθεί με επιτυχία μέσω συλλογικής εργαστηριακής δοκιμής, ελέγχεται η επίδοση των μεθόδων. Για τον σκοπό αυτόν αναλύονται τουλάχιστον 6 δείγματα αρνητικού ελέγχου και 6 δείγματα θετικού ελέγχου (στην STC). Τα δείγματα θετικού ελέγχου βρίσκονται όλα πάνω από την τιμή αποκοπής. Στην περίπτωση που το κριτήριο αυτό δεν πληρούται, το εργαστήριο διενεργεί ανάλυση των γενεσιουργών αιτιών για να προσδιορίσει τους λόγους για τους οποίους δεν μπορεί να ανταποκριθεί στις προδιαγραφές οι οποίες προέκυψαν από τη διεργαστηριακή δοκιμή. Η επίδοση της μεθόδου επαληθεύεται εκ νέου στο εν λόγω εργαστήριο μόνο μετά τη λήψη διορθωτικών μέτρων. Σε περίπτωση που το εργαστήριο δεν είναι σε θέση να επαληθεύσει τα αποτελέσματα της διεργαστηριακής δοκιμής, θα πρέπει να προσδιορίσει τη δική του τιμή αποκοπής στο πλαίσιο πλήρους ενδοεργαστηριακής επικύρωσης.

4.2.2.6. Συνεχής επαλήθευση μεθόδου/διαρκής επικύρωση μεθόδου

Μετά την αρχική επικύρωση, αποκτώνται πρόσθετα στοιχεία επικύρωσης με τη συμπερίληψη τουλάχιστον δύο δειγμάτων θετικού ελέγχου σε κάθε παρτίδα των ελεγχόμενων δειγμάτων. Το ένα δείγμα θετικού ελέγχου είναι ένα γνωστό δείγμα (π.χ. ένα δείγμα που χρησιμοποιήθηκε κατά την αρχική επικύρωση) και το άλλο είναι διαφορετικό εμπόρευμα από την ίδια ομάδα εμπορευμάτων (εάν αναλύεται ένα μόνο εμπόρευμα, χρησιμοποιείται διαφορετικό δείγμα αυτού του εμπορεύματος). Η συμπερίληψη δείγματος αρνητικού ελέγχου είναι προαιρετική. Τα αποτελέσματα που λαμβάνονται από τα δύο δείγματα θετικού ελέγχου προστίθενται στην υφιστάμενη σειρά επικύρωσης.

Η τιμή αποκοπής επαναπροσδιορίζεται τουλάχιστον μία φορά τον χρόνο και επαναξιολογείται η εγκυρότητα της μεθόδου (επαναξιολόγηση των διαθέσιμων δεδομένων QA/QC που ελήφθησαν κατά το περασμένο έτος). Η συνεχής επαλήθευση μεθόδου εξυπηρετεί πολλούς σκοπούς, μεταξύ των οποίων:

- τον ποιοτικό έλεγχο της παρτίδας δειγμάτων που υποβάλλονται σε διαλογή,
- την παροχή πληροφοριών σχετικά με την ευρωστία της μεθόδου στις συνθήκες του εργαστηρίου που εφαρμόζει τη μέθοδο,
- την τεκμηρίωση της εφαρμοσιμότητας της μεθόδου σε διαφορετικά εμπορεύματα,
- την προσαρμογή των τιμών αποκοπής σε περίπτωση σταδιακών παρεκκλίσεων με την πάροδο του χρόνου.

4.2.2.7. Έκδοση επικύρωσης

Η έκδοση επικύρωσης περιλαμβάνει:

- δήλωση σχετικά με την STC·
- δήλωση σχετικά με την προσδιορισθείσα τιμή αποκοπής.

Σημείωση: Η τιμή αποκοπής έχει τον ίδιο αριθμό σημαντικών ψηφίων με την STC. Οι αριθμητικές τιμές που χρησιμοποιούνται για τον υπολογισμό της τιμής αποκοπής έχουν τουλάχιστον ένα παραπάνω σημαντικό αριθμητικό ψηφίο από την STC.

- δήλωση σχετικά με το υπολογισθέν ποσοστό ψευδώς ύποπτων
- δήλωση σχετικά με τον τρόπο υπολογισμού του ποσοστού ψευδώς ύποπτων.

Σημείωση: Η δήλωση σχετικά με το υπολογισθέν ποσοστό ψευδώς ύποπτων αναφέρει εάν η μέθοδος είναι κατάλληλη για τη χρήση, δεδομένου ότι αναφέρει τον αριθμό των τυφλών (ή χαμηλού επιπέδου επιμόλυνσης) δειγμάτων που θα υποβληθούν σε έλεγχο.

Πίνακας 2

Ομάδες εμπορευμάτων για την επικύρωση των επιβεβαιωτικών μεθόδων και των μεθόδων διαλογής

Ομάδες εμπορευμάτων	Κατηγορίες εμπορευμάτων	Τυπικά αντιπροσωπευτικά εμπορεύματα που περιλαμβάνονται στην κατηγορία
Υψηλή περιεκτικότητα σε νερό	Ποτά Φρούτα και λαχανικά Πολτοί με βάση δημητριακά ή φρούτα Νωπά αρτυματικά φυτά	Αφειγήματα βοτάνων (σε υγρή μορφή), φύλλα βόραγου, πατάτες, πολτοί που προορίζονται για βρέφη και μικρά παιδιά
Υψηλή περιεκτικότητα σε έλαιο	Καρποί με κέλυφος Ελαιούχοι σπόροι και τα προϊόντα τους Ελαιούχοι καρποί και τα προϊόντα τους	Αμύγδαλα, πυρήνες βερίκοκων, ελαιοκράμβη, βαμβάκοσπορος, λιναρόσπορος, σπόροι λούπινου, σπόροι παπαρούνας, σπόροι κάνναβης κ.λπ. Έλαια και πάστες
Υψηλή περιεκτικότητα σε άμυλο και/ή πρωτεΐνη και χαμηλή περιεκτικότητα σε νερό και λίπος	Σπόροι δημητριακών και τα προϊόντα τους Διαιτητικά προϊόντα	Καλαμπόκι, φαγόπυρο, κечρί, σόργο, αλεύρι μανιόκας, προϊόντα πατάτας, Ψωμί, προϊόντα αρτοποιίας, κράκερ, δημητριακά προγεύματος, ζυμαρικά Αποξηραμένες σκόνες για την παρασκευή τροφών για βρέφη και μικρά παιδιά
Υψηλή περιεκτικότητα σε οξέα και υψηλή περιεκτικότητα σε νερό (*)	Προϊόντα εσπεριδοειδών	
«Δύσκολα ή μοναδικά εμπορεύματα» (**)		Γύρη και προϊόντα γύρης, συμπληρώματα διατροφής, αφειγήματα βοτάνων (αποξηραμένο προϊόν), τσάι (αποξηραμένο προϊόν) Μπαχαρικά, γλυκόριζα
Υψηλή περιεκτικότητα σε σάκχαρα, χαμηλή περιεκτικότητα σε νερό	Αποξηραμένα φρούτα	Σύκα, σταφίδες, φραγκοστάφυλα, σουλτανίνα, μέλι
Γάλα και γαλακτοκομικά προϊόντα	Γάλα Τυρί Γαλακτοκομικά προϊόντα (π.χ. γάλα σε σκόνη)	Αγελαδινό, κατσικίσιο και βουβαλίσιο γάλα Αγελαδινό, κατσικίσιο τυρί Γιαούρτι, κρέμα γάλακτος

(*) Εάν ένα ρυθμιστικό διάλυμα χρησιμοποιείται για τη σταθεροποίηση των αλλαγών pH στο στάδιο της εκχυλίσσης, τότε αυτή η ομάδα εμπορευμάτων μπορεί να συγχωνευθεί σε μία ομάδα εμπορευμάτων «Υψηλής περιεκτικότητας σε νερό».

(**) «Δύσκολα ή μοναδικά εμπορεύματα» απαιτείται πλήρης επικύρωση αν αναλύονται συχνά. Αν αναλύονται μόνο περιστασιακά, η επικύρωση είναι δυνατόν να περιοριστεί στον απλό έλεγχο των αναφερόμενων επιπέδων με χρήση εμβολιασμένων τυφλών εκχυλισμάτων.

Πίνακας 3

Τιμή t μονόπλευρου ελέγχου για ποσοστό ψευδώς αρνητικών 5 %

Βαθμοί ελευθερίας	Αριθμός πανομοιότυπων δειγμάτων	Τιμή 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. Απαιτήσεις για ποιοτικές μεθόδους διαλογής (μέθοδοι που δεν δίνουν αριθμητικές τιμές)

Κατευθυντήριες γραμμές επικύρωσης για δίτιμες μεθόδους δοκιμών βρίσκονται υπό εκπόνηση επί του παρόντος από διάφορους φορείς τυποποίησης (π.χ. AOAC, ISO). Ο AOAC έχει καταρτίσει κατευθυντήριες γραμμές για την επικύρωση δίτιμων μεθόδων δοκιμών. Το παρόν έγγραφο μπορεί να θεωρηθεί ότι αποτυπώνει την υφιστάμενη κατάσταση στον τομέα της επικύρωσης των δίτιμων μεθόδων δοκιμών. Ως εκ τούτου, οι μέθοδοι που δίνουν δίτιμα αποτελέσματα (π.χ. μακροσκοπική εξέταση δοκιμών με ταινίες εμβάπτισης) θα πρέπει να επικυρώνονται σύμφωνα με τις διεθνείς κατευθυντήριες γραμμές του AOAC για την επικύρωση των ποιοτικών δίτιμων χημικών μεθόδων (AOAC International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods) ⁽²⁾.

Ωστόσο, για την επικύρωση μπορούν να χρησιμοποιούνται και άλλες αναγνωρισμένες κατευθυντήριες γραμμές, όπως η προσέγγιση που προβλέπεται στο πρότυπο ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 Κατευθυντήριες γραμμές για την επικύρωση των ποιοτικών μεθόδων διαλογής σχετικά με την ανίχνευση καταλοίπων κτηνιατρικών φαρμάκων στο γάλα και τα γαλακτοκομικά προϊόντα (Guidelines for the validation of qualitative screening methods for the detection of residues of veterinary drugs in milk and milk products).

4.3. Εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης, υπολογισμός του ποσοστού ανάκτησης και καταγραφή των αποτελεσμάτων ⁽³⁾

4.3.1. Επιβεβαιωτικές μέθοδοι

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

⁽³⁾ Περισσότερες λεπτομέρειες σχετικά με τις διαδικασίες για την εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης και με τις διαδικασίες για την εκτίμηση του ποσοστού ανάκτησης περιέχονται στο έγγραφο με τίτλο «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation» (Έκθεση σχετικά με τη σχέση μεταξύ των αναλυτικών αποτελεσμάτων, της αβεβαιότητας των μετρήσεων, των παραγόντων ανάκτησης και των διατάξεων της νομοθεσίας της ΕΕ για τα τρόφιμα και τις ζωοτροφές).
https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης καταγράφεται ως εξής:

- α) Διορθωμένο ως προς την ανάκτηση, κατά περίπτωση, και όταν διορθώνεται αυτό δηλώνεται. Αναφέρεται το ποσοστό ανάκτησης, εκτός εάν η εγγενής διόρθωση για τη μεροληψία αποτελεί μέρος της διαδικασίας. Η διόρθωση για ανάκτηση δεν είναι απαραίτητη εάν το ποσοστό ανάκτησης κυμαίνεται μεταξύ 90 και 110 %.
- β) Ως « $x \pm U$ », όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U είναι η διευρυμένη αβεβαιότητα αναλυτικής μέτρησης, χρησιμοποιώντας τον συντελεστή κάλυψης 2 που παρέχει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %.

Υπάρχει δυνατότητα να αναφερθεί προκαθορισμένη διευρυμένη αβεβαιότητα μέτρησης της τάξης του 50 %, υπό την προϋπόθεση ότι το εργαστήριο πληροί όλες τις απαιτήσεις ακρίβειας που ορίζονται στο σημείο 4.2. Ένα μεμονωμένο εργαστήριο μπορεί να το αποδείξει αυτό με την επίτευξη των κριτηρίων για την επαναληψιμότητα (RSD_r) και την ενδοεργαστηριακή αναπαραγωγιμότητα (RSD_{WR}), σε συνδυασμό με την επιτυχή συμμετοχή σε προγράμματα δοκιμών επάρκειας (εκτός εάν δεν υπάρχει κατάλληλο πρόγραμμα δοκιμών επάρκειας), δεδομένου ότι μια μέση τιμή $|z| \leq 2$ αποδεικνύει ότι πληρούται η απαιτούμενη αναπαραγωγιμότητα (RSD_R) (με βάση στοχευόμενη τυπική απόκλιση 25 %).

Αν το ανώτατο επίπεδο έχει καθοριστεί για το άθροισμα των τοξινών, αναφέρονται τα αναλυτικά αποτελέσματα όλων των επιμέρους τοξινών.

Η διόρθωση ανάκτησης, κατά περίπτωση, πραγματοποιείται για καθεμία από τις επιμέρους τοξίνες πριν από την άθροιση των συγκεντρώσεων.

Για την επαλήθευση της συμμόρφωσης με το ML του αθροίσματος, εφαρμόζεται προσέγγιση χαμηλότερου ορίου, η οποία σημαίνει ότι τα αποτελέσματα για μεμονωμένες τοξίνες που είναι < LOQ αντικαθίστανται από το μηδέν για τον υπολογισμό του αθροίσματος.

Οι παρόντες ερμηνευτικοί κανόνες για το αποτέλεσμα των αναλύσεων ενόψει της αποδοχής ή της απόρριψης μιας παρτίδας εφαρμόζονται στα αποτελέσματα των αναλύσεων του δείγματος που υποβάλλεται για επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση ανάλυσης για λόγους επιβολής της νομοθεσίας, υπεράσπισης και διατησίας, εφαρμόζεται η εθνική νομοθεσία. Ειδικότερα, αν

το αναλυτικό αποτέλεσμα του δείγματος που υποβάλλεται για επίσημο έλεγχο δείχνει μη συμμόρφωση πέραν κάθε εύλογης αμφιβολίας, λαμβανομένης υπόψη της διευρυμένης αβεβαιότητας της μέτρησης, και

το αναλυτικό αποτέλεσμα του δείγματος που υποβάλλεται για λόγους υπεράσπισης δείχνει μη συμμόρφωση, αλλά όχι πέραν κάθε εύλογης αμφιβολίας, με μεγαλύτερη διευρυμένη αβεβαιότητα μέτρησης από εκείνη του επίσημου ελέγχου,

τότε, το αποτέλεσμα της ανάλυσης του δείγματος που υποβάλλεται για λόγους υπεράσπισης δεν υπερτερεί της μη συμμόρφωσης που διαπιστώθηκε για το δείγμα που υποβάλλεται για επίσημο έλεγχο.

4.3.2. Μέθοδοι διαλογής

Το αποτέλεσμα της διαλογής είναι συμμορφούμενο ή ύποπτο μη συμμόρφωσης.

«Υπόπτο μη συμμόρφωσης»: το δείγμα υπερβαίνει το επίπεδο τιμής αποκοπής και μπορεί να περιέχει τη φυτική τοξίνη σε επίπεδο υψηλότερο από την STC. Κάθε ύποπτο αποτέλεσμα συνεπάγεται επιβεβαιωτική ανάλυση για σαφή ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση της φυτικής τοξίνης.

«Συμμορφούμενο»: η περιεκτικότητα του δείγματος σε φυτικές τοξίνες είναι < STC με επίπεδο εμπιστοσύνης 95 % (δηλαδή υπάρχει 5 % πιθανότητα τα δείγματα να έχουν εσφαλμένα δηλωθεί ως αρνητικά). Το αποτέλεσμα της ανάλυσης αναφέρεται ως «< επίπεδο STC», με προσδιορισμό του επιπέδου STC.

4.4. Πρότυπα ποιότητας των εργαστηρίων

Τα εργαστήρια συμμορφώνονται με τις διατάξεις του άρθρου 37 παράγραφοι 4 και 5 του κανονισμού (ΕΕ) 2017/625.