



2023/2783

15.12.2023

**DURCHFÜHRUNGSVERORDNUNG (EU) 2023/2783 DER KOMMISSION**

**vom 14. Dezember 2023**

**zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln und zur Aufhebung der Verordnung (EU) 2015/705**

**(Text von Bedeutung für den EWR)**

DIE EUROPÄISCHE KOMMISSION —

gestützt auf den Vertrag über die Arbeitsweise der Europäischen Union,

gestützt auf die Verordnung (EU) 2017/625 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 15. März 2017 über amtliche Kontrollen und andere amtliche Tätigkeiten zur Gewährleistung der Anwendung des Lebens- und Futtermittelrechts und der Vorschriften über Tiergesundheit und Tierschutz, Pflanzengesundheit und Pflanzenschutzmittel, zur Änderung der Verordnungen (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 und (EU) 2016/2031 des Europäischen Parlaments und des Rates, der Verordnungen (EG) Nr. 1/2005 und (EG) Nr. 1099/2009 des Rates sowie der Richtlinien 98/58/EG, 1999/74/EG, 2007/43/EG, 2008/119/EG und 2008/120/EG des Rates und zur Aufhebung der Verordnungen (EG) Nr. 854/2004 und (EG) Nr. 882/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates, der Richtlinien 89/608/EWG, 89/662/EWG, 90/425/EWG, 91/496/EWG, 96/23/EG, 96/93/EG und 97/78/EG des Rates und des Beschlusses 92/438/EWG des Rates (Verordnung über amtliche Kontrollen) <sup>(1)</sup>, insbesondere auf Artikel 34 Absatz 6,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) Mit der Verordnung (EU) 2023/915 der Kommission <sup>(2)</sup> wurden Höchstgehalte für bestimmte Pflanzentoxine in Lebensmitteln festgesetzt.
- (2) Die Probenahme spielt eine entscheidende Rolle für die Präzision der Bestimmung des Pflanzentoxingehalts in einer bestimmten Partie, da Pflanzentoxine innerhalb einer Partie heterogen verteilt sein können. Es ist daher angezeigt, für die amtliche Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln Probenahmeverfahren festzulegen.
- (3) In der Durchführungsverordnung (EU) 2023/2782 der Kommission <sup>(3)</sup> sind die Probenahmeverfahren für die amtliche Kontrolle des Mykotoxingehalts in Lebensmitteln festgelegt. Da sowohl Pflanzentoxine als auch Mykotoxine innerhalb von Partien heterogen verteilt sind, sollten diese Probenahmeverfahren auch in Bezug auf Pflanzentoxine angewendet werden.
- (4) Es können auch amtliche Kontrollen bei Lebensmitteln durchgeführt werden, für die weder ein spezifischer Höchstgehalt für Pflanzentoxine noch ein spezifisches Probenahmeverfahren festgelegt wurden. Es ist daher angezeigt, Kriterien vorzusehen, anhand deren bestimmt werden kann, welches Probenahmeverfahren in solchen Fällen anzuwenden ist.
- (5) Außerdem müssen allgemeine Leistungskriterien festgelegt werden, denen die Analysemethoden genügen sollte, damit die Kontrolllabors Analysemethoden mit vergleichbarem Leistungsniveau anwenden. Da das Referenzlabor der Europäischen Union für Mykotoxine und Pflanzentoxine die Leistungskriterien für die Analyse von Pflanzentoxinen in Lebensmitteln auf der Grundlage der besten verfügbaren wissenschaftlichen Erkenntnisse festgelegt hat, ist es angezeigt, diese Kriterien in der vorliegenden Verordnung festzuhalten.

<sup>(1)</sup> ABl. L 95 vom 7.4.2017, S. 1.

<sup>(2)</sup> Verordnung (EU) 2023/915 der Kommission vom 25. April 2023 über Höchstgehalte für bestimmte Kontaminanten in Lebensmitteln und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 (ABl. L 119 vom 5.5.2023, S. 103).

<sup>(3)</sup> Durchführungsverordnung (EU) 2023/2782 der Kommission vom 14. Dezember 2023 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle des Mykotoxingehalts von Lebensmitteln und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 401/2006 (ABl. 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) In der Verordnung (EU) 2015/705 der Kommission <sup>(4)</sup> wurden Probenahmeverfahren und Leistungskriterien für die Analysemethoden festgelegt, die zur amtlichen Kontrolle des Erucasäuregehalts in Lebensmitteln verwendet werden. Da die in der vorliegenden Verordnung festgelegten Probenahmeverfahren und Analyseleistungskriterien sich auch für die Kontrolle auf das Pflanzentoxin Erucasäure bei Lebensmitteln eignen, ist es der Vereinfachung halber angezeigt, die Verordnung (EU) 2015/705 aufzuheben.
- (7) Den Kontrolllabors muss ausreichend Zeit eingeräumt werden, um die mit dieser Verordnung eingeführten neuen Anforderungen zu erfüllen. Daher sollte bis zur Anwendung dieser Verordnung eine angemessene Frist vorgesehen werden.
- (8) Damit die Kontinuität bei der Ausführung der amtlichen Kontrollen und anderer Regulierungstätigkeiten in Bezug auf Höchstgehalte für Pflanzentoxine gewährleistet ist und die Zeit für die Neuvalidierung der Analysemethoden ausreicht, ist es angezeigt festzulegen, dass die Analysemethoden, die vor dem Geltungsbeginn der vorliegenden Verordnung validiert wurden, für einen bestimmten Zeitraum weiter angewendet werden dürfen.
- (9) Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Ausschusses für Pflanzen, Tiere, Lebensmittel und Futtermittel —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

#### *Artikel 1*

Für die Zwecke dieser Verordnung gelten die Begriffsbestimmungen des Artikels 1 der Durchführungsverordnung (EU) 2023/2782.

#### *Artikel 2*

- (1) Die Probenahmen zur Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln sind gemäß den in Anhang I dargelegten Methoden durchzuführen.
- (2) Handelt es sich um ein Lebensmittel, das nicht in eine Lebensmittelkategorie eingestuft werden kann, für die in Anhang I ein Probenahmeverfahren festgelegt ist, wird das Probenahmeverfahren unter Berücksichtigung der Partikelgröße dieses Lebensmittels oder der Ähnlichkeit dieses Lebensmittels mit einem Erzeugnis bestimmt, das in eine der Lebensmittelkategorien in Anhang I eingestuft werden kann.
- (3) Handelt es sich um ein Lebensmittel, das nicht in eine der in Anhang I aufgeführten Lebensmittelkategorien eingestuft werden kann, wird das Lebensmittel mithilfe des in Teil B des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 der Kommission <sup>(5)</sup> festgelegten Probenahmeverfahrens beprobt, sofern nachgewiesen werden kann, dass das Pflanzentoxin in einem solchen Lebensmittel homogen verteilt ist.

#### *Artikel 3*

Die Probenaufbereitung und die Analysemethoden, die zur Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln verwendet werden, müssen den in Anhang II aufgeführten Kriterien genügen.

#### *Artikel 4*

Die Verordnung (EU) 2015/705 wird aufgehoben. Bezugnahmen auf die aufgehobene Verordnung gelten als Bezugnahmen auf die vorliegende Durchführungsverordnung.

<sup>(4)</sup> Verordnung (EU) 2015/705 der Kommission vom 30. April 2015 zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Leistungskriterien für die Analysemethoden, die für die amtliche Kontrolle des Erucasäuregehalts in Lebensmitteln verwendet werden, und zur Aufhebung der Richtlinie 80/891/EWG der Kommission (ABl. L 113 vom 1.5.2015, S. 29).

<sup>(5)</sup> Verordnung (EG) Nr. 333/2007 der Kommission vom 28. März 2007 zur Festlegung der Probenahme- und Analysemethoden für die Kontrolle des Gehalts an Spurenelementen und Prozesskontaminanten in Lebensmitteln (ABl. L 88 vom 29.3.2007, S. 29).

*Artikel 5*

Diese Verordnung tritt am zwanzigsten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Sie gilt ab dem 1. April 2024. Analysemethoden, die vor dem Geltungsbeginn dieser Verordnung validiert wurden, dürfen jedoch bis zum 1. Juli 2028 weiter angewendet werden, auch wenn sie nicht alle spezifischen Anforderungen gemäß Anhang II Nummer 4.2 dieser Verordnung erfüllen.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 14. Dezember 2023

*Für die Kommission*  
*Die Präsidentin*  
Ursula VON DER LEYEN

## ANHANG I

**Probenahmeverfahren für die Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln**

## TEIL I

**ALLGEMEINE BESTIMMUNGEN****A.1. Allgemeine Bestimmungen***A.1.1. Personal*

Die Probenahme wird von einer durch die zuständige Behörde des betreffenden Mitgliedstaats bevollmächtigten Person vorgenommen.

*A.1.2. Zu beprobendes Material*

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben. Große Partien werden nach den für die verschiedenen Pflanzentoxine spezifischen Probenahmebestimmungen in Teilpartien aufgeteilt, die einzeln zu beproben sind.

*A.1.3. Vorsichtsmaßnahmen*

Bei der Entnahme und Aufbereitung der Proben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Änderungen zu verhindern, die

- sich auf den Pflanzentoxingehalt auswirken, die analytische Bestimmung beeinträchtigen oder die Repräsentativität der Sammelproben zunichtemachen würden;
- die Lebensmittelsicherheit der zu beprobenden Partien beeinträchtigen würden.

Außerdem sind alle erforderlichen Maßnahmen zu treffen, um die Sicherheit der die Proben entnehmenden Personen zu gewährleisten.

*A.1.4. Einzelproben*

Einzelproben sind — soweit möglich — an verschiedenen, über die gesamte Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von diesem Verfahren sind in dem Protokoll gemäß Nummer A.1.8 dieses Anhangs zu vermerken.

*A.1.5. Herstellung der Sammelprobe*

Die Sammelprobe ist durch Vereinigung der Einzelproben herzustellen.

*A.1.6. Parallelproben*

Die Parallelproben für Durchsetzungs-, Rechtfertigungs- und Referenzzwecke sind aus der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen, sofern dies nicht gegen die Vorschriften der Mitgliedstaaten über die Rechte des Lebensmittelunternehmers verstößt.

*A.1.7. Verpackung und Versand der Proben*

Jede Probe ist in einem sauberen, inerten Behältnis aufzubewahren, das angemessenen Schutz gegen Kontamination und Beschädigung beim Transport bietet. Es sind alle notwendigen Vorkehrungen zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Probe während des Transports oder der Lagerung verändert.

*A.1.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben*

Jede amtliche Probe ist am Ort der Entnahme gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats zu versiegeln und zu kennzeichnen.

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität jeder Partie eindeutig hervorgeht und in dem Datum und Ort der Probenahme sowie alle zusätzlichen Informationen, die für das Laborpersonal von Nutzen sein können, vermerkt sind.

**A.2. Verschiedene Arten von Partien**

Die Lebensmittel können als Schüttgut, in Behältern oder in Einzelpackungen, z. B. in Säcken, Beuteln oder Einzelhandels- bzw. Einzelpackungen, gehandelt werden. Das Probenahmeverfahren kann auf Waren angewendet werden, die als Schüttgut, in Behältern oder in Einzelpackungen, z. B. in Säcken, Beuteln oder Einzelhandels- bzw. Einzelpackungen, oder in beliebigen sonstigen Aufmachungen in Verkehr gebracht werden.

Unbeschadet der spezifischen, in anderen Teilen dieses Anhangs genannten Probenahmebestimmungen ist folgende Formel als Richtschnur für die Berechnung der Häufigkeit der Probenahme bei Partien zu verwenden, die in Einzelpackungen, z. B. in Säcken, Beuteln oder Einzelhandels- bzw. Einzelpackungen, in Verkehr gebracht werden.

$$\text{Häufigkeit der Probenahme (HP) } n = \frac{\text{Gewicht der Partie} \times \text{Gewicht der Einzelprobe}}{\text{Gewicht der Sammelprobe} \times \text{Gewicht der Einzelpackung}}$$

— Gewicht: in kg.

— Häufigkeit der Probenahme (HP): Jeder n-ten Einzelpackung ist eine Einzelprobe zu entnehmen (Dezimalzahlen sollten auf die nächste ganze Zahl gerundet werden).

**A.3. Beprobung von Waren mit hohem Volumen-Gewicht-Verhältnis**

Außer wenn es sich um Lebensmittel handelt, die unter die Teile L und M in Anhang I Teil II der Durchführungsverordnung (EU) 2023/2782 fallen, können bei der Beprobung von Lebensmitteln, die im Verhältnis zu ihrem Gewicht ein hohes Volumen aufweisen (d. h. Volumen (dm<sup>3</sup>)/Gewicht (kg) > 5), die Gewichtsanforderungen durch äquivalente Volumenforderungen ersetzt werden (d. h. 1 kg wird ersetzt durch 1 dm<sup>3</sup>).

TEIL II

**PROBENAHMEVERFAHREN**

Es gelten die Probenahmeverfahren gemäß Anhang I Teil II der Durchführungsverordnung (EU) 2023/2782.

Für die Probenahme bei Kartoffeln und Kartoffelerzeugnissen (Glykoalkaloide) und Honig (Pyrrolizidinalkaloide) gilt jedoch Teil B des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 333/2007.

—

## ANHANG II

**Kriterien für die Probenaufbereitung und für die Analysemethoden zur Kontrolle des Pflanzentoxingehalts in Lebensmitteln**

1. **EINLEITUNG** Vorsichtsmaßnahmen  
Da die Verteilung von Pflanzentoxinen im Allgemeinen nicht homogen ist, müssen die Proben mit äußerster Sorgfalt aufbereitet und homogenisiert werden.  
Die gesamte im Labor eingegangene Probe ist zu homogenisieren, sofern die Homogenisierung vom Labor vorgenommen wird.
2. **BEHANDLUNG DER IM LABOR EINGEGANGENEN PROBE**  
Die einzelnen Laborproben sind mithilfe eines Verfahrens, mit dem nachweislich eine vollständige Homogenisierung erreicht wird, gründlich zu mischen, ggf. einschließlich Feinvermahlung.  
Sofern der Höchstgehalt (ML) für die Trockenmasse gilt, ist bei einem Teil der homogenisierten Probe mithilfe eines Verfahrens, mit dem die Trockenmasse nachweislich genau bestimmt werden kann, die Trockenmasse zu bestimmen.
3. **PARALLELPROBEN**  
Die Parallelproben für Durchsetzungs-, Rechtfertigungs- und Referenzzwecke sind aus dem homogenisierten Material zu entnehmen, sofern dies nicht gegen die Vorschriften der Mitgliedstaaten über die Rechte des Lebensmittelunternehmers verstößt.
4. **VOM LABOR ANZUWENDEnde ANALYSEMETHODE UND ANFORDERUNGEN AN DIE LABORKONTROLLE**
  - 4.1. **Allgemeine Anforderungen**  
Die für Zwecke der Lebensmittelkontrolle angewendeten Bestätigungsanalysemethoden müssen den Vorschriften in Anhang III Nummern 1 und 2 der Verordnung (EU) 2017/625 entsprechen.  
Wenn irgend möglich, sollte die Richtigkeit der Methode regelmäßig durch die Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials und/oder die erfolgreiche Teilnahme an Eignungsprüfungen überprüft werden.
  - 4.2. **Spezifische Anforderungen**
    - 4.2.1. *Spezifische Anforderungen an Bestätigungsmethoden*
      - 4.2.1.1. **Leistungskriterien**  
Für Bestätigungsmethoden gelten folgende Leistungskriterien:  
**Wiederfindung:** Die durchschnittliche Wiederfindungsrate sollte zwischen 70 und 120 % betragen.  
Die durchschnittliche Wiederfindungsrate ist der Durchschnittswert der Replikate, die während der Validierung erzielt werden, wenn die Präzisionsparameter RSD<sub>r</sub> und RSD<sub>w<sub>r</sub></sub> bestimmt werden. Das Kriterium gilt für alle Konzentrationen und alle einzelnen Toxine.  
In Ausnahmefällen können durchschnittliche Wiederfindungsraten außerhalb des oben genannten Bereichs akzeptiert werden, müssen dann aber innerhalb eines Bereichs von 50-130 % liegen, und die Präzisionskriterien für RSD<sub>r</sub> und RSD<sub>w<sub>r</sub></sub> müssen erfüllt sein.  
**Präzision**  
RSD<sub>r</sub> muss ≤ 20 % sein.  
RSD<sub>w<sub>r</sub></sub> muss ≤ 20 % sein.  
RSD<sub>r</sub> sollte ≤ 25 % sein.  
Diese Kriterien gelten für alle Konzentrationen.  
Falls ein Labor den Nachweis erbringt, dass das RSD<sub>w<sub>r</sub></sub>-Kriterium erfüllt ist, ist es nicht erforderlich, diesen Nachweis für das RSD<sub>r</sub>-Kriterium zu erbringen, da mit der Einhaltung des RSD<sub>w<sub>r</sub></sub>-Kriteriums die Einhaltung des RSD<sub>r</sub>-Kriteriums garantiert ist.  
Gilt der Höchstgehalt für eine Summe von Toxinen, so gelten die Präzisionskriterien sowohl für die Summe als auch für die einzelnen Toxine.

**Quantifizierungsgrenze**

Wurde in der nachstehenden Tabelle 1 eine spezifische Anforderung für die Quantifizierungsgrenze (Limit of Quantification — LOQ) eines Pflanzentoxins festgelegt, muss die Methode eine LOQ haben, die gleich diesem Wert oder kleiner als dieser Wert ist.

Tabelle 1

**LOQ-Anforderungen für bestimmte Pflanzentoxine**

Pflanzentoxine	Anmerkungen	Lebensmittel	LOQ-Anforderungen (µg/kg) oder (µg/l)
Pyrrolizidinalkaloide	LOQ-Anforderungen für einzelne Pyrrolizidinalkaloide	Getrocknetes Erzeugnis	≤ 10
		Flüssiges Erzeugnis	≤ 0,15
Tropanalkaloide	LOQ-Anforderung für Atropin bzw. Scopolamin	Verarbeitete Getreidebeikost für Säuglinge und Kleinkinder	≤ 1
		Getreide und Getreideerzeugnisse	≤ 2
		Kräutertees (getrocknetes Erzeugnis)	≤ 5
		Kräutertees (flüssig)	≤ 0,05
Opiumalkaloide	LOQ-Anforderung für Morphin bzw. Codein	Backwaren	≤ 500

In allen anderen Fällen gilt Folgendes:

LOQ: muss ≤ 0,5\*ML sein und sollte vorzugsweise ≤ 0,2\*ML sein.

Gilt der Höchstgehalt für eine Summe von Toxinen, muss die LOQ der einzelnen Toxine ≤ 0,5\*ML/n sein, wobei n die Anzahl der in der ML-Definition enthaltenen Toxine ist.

**Identifizierung**

Für die Identifizierung gelten die im Leitfaden zur Identifizierung von Mykotoxinen und Pflanzentoxinen in Lebens- und Futtermitteln <sup>(1)</sup> festgelegten Kriterien.

4.2.1.2. Erweiterung des Anwendungsbereichs der Methode

4.2.1.2.1. Erweiterung des Anwendungsbereichs auf andere Pflanzentoxine:

Werden zusätzliche Analyten in den Anwendungsbereich einer bestehenden Bestätigungsmethode aufgenommen, so ist eine vollständige Validierung zum Nachweis der Eignung der Methode vorzunehmen.

4.2.1.2.2. Erweiterung auf andere Waren:

Kann die Bestätigungsmethode bekanntermaßen oder aller Voraussicht nach bei anderen Waren angewendet werden, so ist die Gültigkeit für diese anderen Waren zu überprüfen. Sofern die neue Ware einer Warengruppe (siehe Tabelle 2 in diesem Anhang) angehört, für die bereits eine Erstvalidierung durchgeführt wurde, so ist eine eingeschränkte Zusatzvalidierung ausreichend.

4.2.2. Spezifische Anforderungen an semiquantitative Screening-Methoden

4.2.2.1. Geltungsbereich

Die Anforderungen in diesem Abschnitt gelten für bioanalytische Methoden, die auf Immunerkennung oder Rezeptorenbindung basieren (z. B. ELISA, Teststreifen, Seitenstrom-Vorrichtungen, Immunsensoren), und physikalisch-chemische Methoden, die auf Chromatografie oder dem direkten Nachweis durch Massenspektrometrie (z. B. umweltanalytische Massenspektrometrie) basieren. Andere Methoden (z. B. Dünnschichtchromatografie) werden nicht ausgeschlossen, sofern sich die erzeugten Signale unmittelbar auf die betreffenden Pflanzentoxine beziehen und die Anwendung des hier beschriebenen Prinzips gestatten.

<sup>(1)</sup> Abrufbar unter: [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).

Die spezifischen Anforderungen gelten für Methoden, bei denen das Messergebnis ein numerischer Wert ist, beispielsweise eine (relative) Response einer Teststreifen-Ablesevorrichtung oder ein Signal bei der Flüssigchromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung, und für die normale Statistikregeln gelten.

Die Anforderungen gelten nicht für Methoden, bei denen das Ergebnis kein numerischer Wert ist (z. B. nur eine Linie, die angezeigt wird oder fehlt), da solche Methoden andere Validierungsansätze erfordern. Die spezifischen Anforderungen an solche Methoden sind unter Nummer 4.2.3 dargelegt.

Das vorliegende Dokument beschreibt Verfahren zur Validierung von Screening-Methoden mittels einer laborübergreifenden Validierung, die Überprüfung der Leistung einer durch eine laborübergreifende Validierung validierten Methode sowie die Validierung einer Screening-Methode durch ein Einzellabor.

#### 4.2.2.2. Validierungsverfahren

Ziel der Validierung ist es, die Tauglichkeit der Screening-Methode nachzuweisen. Dies geschieht durch Bestimmung des Cut-off-Werts sowie durch Bestimmung der Quote der falsch negativen Proben und der falsch verdächtigen Proben. In diesen beiden Parametern sind Leistungsmerkmale wie Nachweisfähigkeit, Selektivität und Präzision enthalten.

Die Validierung von Screening-Methoden kann laborübergreifend oder durch ein Einzellabor erfolgen. Liegen für eine bestimmte Pflanzentoxin/Matrix/SZK-Kombination bereits Daten einer laborübergreifenden Validierung vor, so ist eine Überprüfung der Leistungsfähigkeit der Methode in einem Labor, das die Methode anwendet, ausreichend.

##### 4.2.2.2.1. Erstvalidierung durch ein Einzellabor

###### *Pflanzentoxine*

Die Validierung hat für jedes einzelne Pflanzentoxin zu erfolgen, das in den Geltungsbereich fällt. Für bioanalytische Methoden, deren Ergebnis eine kombinierte Response für eine bestimmte Pflanzentoxingruppe (z. B. Pyrrolizidinalkaloide) ist, ist die Anwendbarkeit nachzuweisen, und die Grenzen der Untersuchung sind im Geltungsbereich der Methode anzugeben. Bei einer unerwünschten Kreuzreaktivität wird davon ausgegangen, dass hinsichtlich der Zielpflanzentoxine die Quote der falsch negativen Proben nicht erhöht wird, möglicherweise aber die Quote der falsch verdächtigen Proben Dieser ungewollte Anstieg wird durch die Bestätigungsanalyse zur eindeutigen Identifizierung und Quantifizierung der Pflanzentoxine verringert.

###### *Matrizes*

Eine Erstvalidierung muss für jede Ware oder — wenn die Methode bekanntermaßen für mehrere Waren anwendbar ist — für jede Warengruppe erfolgen. In letzterem Fall ist eine repräsentative und relevante Ware aus dieser Gruppe (siehe Tabelle 2) auszuwählen.

###### *Probensatz*

Die für die Validierung erforderliche Mindestzahl verschiedener Proben beträgt 20 homogene negative Kontrollproben und 20 homogene positive Kontrollproben, die einen Pflanzentoxingehalt in Höhe der SZK aufweisen; die Analyse muss unter Intralabor-Vergleichsbedingungen ( $RSD_{w_R}$ -Bedingungen) an fünf separaten Tagen erfolgen. Zum Validierungssatz können zusätzliche Sätze à 20 Proben mit anderen Gehalten des Pflanzentoxins herangezogen werden, um zu prüfen, inwieweit die Methode Unterschiede zwischen verschiedenen Pflanzentoxinkonzentrationen aufzeigen kann.

###### *Konzentration*

Für jede zur Routine-Anwendung vorgesehene SZK muss eine Validierung vorgenommen werden.

##### 4.2.2.2.2. Erstvalidierung durch Ringversuche

Die Validierung durch Ringversuche erfolgt nach ISO 5725:1994 oder dem International Harmonised Protocol der IUPAC oder einem anderen international anerkannten Protokoll für Ringversuche, das die Berücksichtigung gültiger Daten aus mindestens acht verschiedenen Labors vorschreibt. Der einzige weitere Unterschied im Vergleich zu Einzellabor-Validierungen besteht darin, dass die  $\geq 20$  Proben je Ware/Gehalt gleichmäßig auf die teilnehmenden Labors verteilt werden können, wobei auf jedes Labor mindestens zwei Proben entfallen.



4.2.2.3. Bestimmung des Cut-off-Werts und der Quote falsch verdächtiger Ergebnisse bei Leerproben

Die (relativen) Responses bei den negativen und den positiven Kontrollproben dienen als Grundlage für die Berechnung der erforderlichen Parameter.

**Screening-Methoden, deren Response proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist**

Für Screening-Methoden, deren Response proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist, gilt Folgendes:

$$\text{Cut-off-Wert} = R_{\text{STC}} - t\text{-Wert}_{0,05} * SD_{\text{STC}}$$

$R_{\text{STC}}$  = mittlere Response der positiven Kontrollproben (in Höhe der SZK)

t-Wert: einseitiger t-Wert für eine Quote falsch negativer Ergebnisse von 5 % (siehe Tabelle 3)

$SD_{\text{STC}}$  = Standardabweichung

**Screening-Methoden, deren Response umgekehrt proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist**

In ähnlicher Weise wird für Screening-Methoden, deren Response umgekehrt proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist, der Cut-off-Wert wie folgt bestimmt:

$$\text{Cut-off-Wert} = R_{\text{STC}} + t\text{-Wert}_{0,05} * SD_{\text{STC}}$$

Bei Verwendung dieses spezifischen t-Werts zur Bestimmung des Cut-off-Werts wird die Quote falsch negativer Ergebnisse standardmäßig auf 5 % festgelegt.

**Bewertung der Tauglichkeit**

Die Ergebnisse der negativen Kontrollproben werden zur Schätzung der entsprechenden Quote falsch verdächtiger Ergebnisse verwendet. Der t-Wert wird entsprechend dem Fall berechnet, dass ein Ergebnis einer negativen Kontrollprobe über dem Cut-off-Wert liegt und somit fälschlicherweise als verdächtig eingestuft wird.

$$t\text{-Wert} = (\text{Cut-off-Wert} - \text{Mittelwert}_{\text{leer}}) / SD_{\text{leer}}$$

für Screening-Methoden, deren Response proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist

oder

$$t\text{-Wert} = (\text{Mittelwert}_{\text{leer}} - \text{Cut-off-Wert}) / SD_{\text{leer}}$$

für Screening-Methoden, deren Response umgekehrt proportional zur Pflanztoxinkonzentration ist

Anhand des erzielten t-Werts, basierend auf den aus der Anzahl der Versuche errechneten Freiheitsgraden, kann die Wahrscheinlichkeit falsch verdächtiger Proben bei einer einseitigen Verteilung entweder berechnet werden (z. B. mittels der Tabellenkalkulationsfunktion „TDIST“) oder einer Tabelle zur t-Verteilung entnommen werden (siehe Tabelle 3).

Der entsprechende Wert der einseitigen t-Verteilung bestimmt die Quote falsch verdächtiger Ergebnisse.

Eine detaillierte Beschreibung dieses Konzepts einschließlich eines Beispiels findet sich in „Analytical and Bioanalytical Chemistry“, DOI: 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Erweiterung des Anwendungsbereichs der Methode

4.2.2.4.1. Erweiterung des Anwendungsbereichs auf andere Pflanztoxine:

Werden neue Pflanztoxine in den Anwendungsbereich einer bestehenden Screening-Methode aufgenommen, so ist eine vollständige Validierung erforderlich, um die Eignung der Methode nachzuweisen.

#### 4.2.2.4.2. Erweiterung auf andere Waren:

Kann die Screening-Methode bekanntermaßen oder aller Voraussicht nach bei anderen Waren angewendet werden, so ist die Gültigkeit für diese anderen Waren zu überprüfen. Sofern die neue Ware einer Warengruppe (siehe Tabelle 2 in diesem Anhang) angehört, für die bereits eine Erstvalidierung durchgeführt wurde, so ist eine eingeschränkte Zusatzvalidierung ausreichend. Hierfür sind mindestens zehn homogene negative Kontrollproben und zehn homogene positive Kontrollproben (in Höhe der SZK) unter Intralabor-Vergleichsbedingungen zu analysieren. Alle positiven Kontrollproben müssen über dem Cut-off-Wert liegen. Wird dieses Kriterium nicht erfüllt, ist eine vollständige Validierung durchzuführen.

#### 4.2.2.5. Überprüfung von Methoden, die bereits durch Ringversuche validiert wurden

Bei Screening-Methoden, die bereits durch einen Ringversuch erfolgreich validiert wurden, muss die Leistungsfähigkeit der Methode überprüft werden. Hierfür sind mindestens sechs negative Kontrollproben und sechs positive Kontrollproben (in Höhe der SZK) zu analysieren. Alle positiven Kontrollproben müssen über dem Cut-off-Wert liegen. Wird dieses Kriterium nicht erfüllt, so ist vom Labor eine Ursachenanalyse vorzunehmen, um festzustellen, weshalb es die aus dem Ringversuch resultierende Spezifikation nicht einhalten kann. Erst nach Durchführung korrekativer Maßnahmen nimmt das Labor eine erneute Überprüfung der Leistungsfähigkeit der Methode in seinen Räumlichkeiten vor. Ist das Labor nicht in der Lage, die Ergebnisse des Ringversuchs zu überprüfen, muss es seinen eigenen Cut-off-Wert durch eine vollständige Einzellabor-Validierung festlegen.

#### 4.2.2.6. Kontinuierliche Methodenüberprüfung/laufende Methodendvalidierung

Nach der Erstvalidierung werden zusätzliche Validierungsdaten von mindestens zwei positiven Kontrollproben aus jeder Charge gescreenter Proben erfasst. Bei einer positiven Kontrollprobe muss es sich um eine bekannte Probe (z. B. eine für die Erstvalidierung verwendete Probe), bei der zweiten um eine andere Ware derselben Warengruppe handeln (falls nur eine Ware analysiert wird, ist stattdessen eine andere Probe dieser Ware zu verwenden). Fakultativ kann eine negative Kontrollprobe in die Analyse miteinbezogen werden. Die Ergebnisse der beiden positiven Kontrollproben werden dem bereits vorhandenen Validierungssatz hinzugefügt.

Mindestens einmal jährlich wird der Cut-off-Wert neu festgelegt und die Gültigkeit der Methode neu bewertet (Neubewertung der verfügbaren Daten zur Qualitätsbewertung und -kontrolle, die im letzten Jahr gewonnen wurden). Mit der kontinuierlichen Überprüfung der Methode werden mehrere Ziele verfolgt, nämlich:

- Qualitätskontrolle für die Charge der gescreenten Proben;
- Erfassung von Daten über die Robustheit der Methode unter den Bedingungen, die in dem Labor herrschen, das die Methode anwendet;
- Begründung für die Anwendbarkeit der Methode bei anderen Waren;
- mögliche Anpassung der Cut-off-Werte, falls im Lauf der Zeit allmählich Abweichungen auftreten.

#### 4.2.2.7. Validierungsbericht

Der Validierungsbericht muss Folgendes enthalten:

- eine Erklärung zur SZK;
- eine Erklärung zum festgelegten Cut-off-Wert;

*Hinweis:* Der Cut-off-Wert muss dieselbe Anzahl an signifikanten Ziffern aufweisen wie die SZK. Zur Berechnung des Cut-off-Werts verwendete numerische Werte müssen mindestens eine signifikante Ziffer mehr aufweisen als die SZK.

- eine Erklärung zur berechneten Quote falsch verdächtiger Proben;
- eine Erklärung dazu, wie die Quote falsch verdächtiger Proben generiert wurde.

*Hinweis:* Aus der Erklärung zur berechneten Quote falsch verdächtiger Proben geht hervor, ob die Methode tauglich ist, da sie eine Angabe zur Anzahl der Leerproben (oder Proben mit geringem Kontaminationsgehalt), die überprüft werden, enthält.

Tabelle 2

**Warengruppen für die Validierung von Bestätigungs- oder Screening-Methoden**

Warengruppen	Warenkategorien	Typische repräsentative Waren für die Kategorie
Hoher Wassergehalt	Getränke Obst und Gemüse Pürees auf Getreide- oder Obstbasis Frische Küchenkräuter	Kräutertees (flüssig), Borretschblätter, Kartoffeln, Breie für Säuglinge und Kleinkinder
Hoher Ölgehalt	Schalenfrüchte Ölsaaten und Erzeugnisse daraus Ölfrüchte und Erzeugnisse daraus	Mandeln, Aprikosenkerne, Rapssamen, Baumwollsaat, Leinsaat, Lupinensamen, Mohnsamen, Hanfsamen usw. Öle und Pasten
Hoher Stärke- und/oder Eiweißgehalt und geringer Wasser- und Fettgehalt	Getreidekorn und Erzeugnisse daraus Diätetische Erzeugnisse	Mais, Buchweizen, Milletter, Sorghumhirse, Maniok-Mehl, Kartoffelerzeugnisse, Brot, Backwaren, Cracker, Frühstückszerealien, Teigwaren Trockenpulver für die Zubereitung von Nahrung für Säuglinge und Kleinkinder
Hoher Säuregehalt und hoher Wassergehalt (*)	Zitrusfrüchteezeugnisse	
„Schwierige oder einzigartige Waren“ (**)		Pollen und Pollenerzeugnisse, Nahrungsergänzungsmittel, Kräutertees (getrocknetes Erzeugnis), Tee (getrocknetes Erzeugnis) Gewürze, Süßholz
Hoher Zuckergehalt und geringer Wassergehalt	Trockenfrüchte	Feigen, Rosinen, Korinthen, Sultaninen, Honig
Milch und Milch-erzeugnisse	Milch Käse Molkereiprodukte (z. B. Milchpulver)	Kuh-, Ziegen- und Büffelmilch Kuh- und Ziegenkäse Joghurt, Rahm

(\*) Wird zur Stabilisierung der pH-Änderungen in der Extraktionsstufe ein Puffer verwendet, so kann diese Warengruppe zu einer Warengruppe „Hoher Wassergehalt“ zusammengefasst werden.

(\*\*) „Schwierige oder einzigartige Waren“ brauchen nur dann vollständig validiert zu werden, wenn sie häufig analysiert werden. Wenn sie nur gelegentlich analysiert werden, kann die Validierung auf die Überprüfung der Meldewerte unter Verwendung dotierter Leereextrakte beschränkt werden.

Tabelle 3

**Einseitiger t-Wert für eine Quote falsch negativer Proben von 5 %**

Freiheitsgrade	Anzahl der Replikate	t-Wert (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. Anforderungen an qualitative Screening-Methoden (Methoden, bei denen das Ergebnis kein numerischer Wert ist)

Leitlinien für die Validierung binärer Prüfmethode werden derzeit von verschiedenen Normungsgremien (z. B. AOAC, ISO) entwickelt. Die AOAC hat ein Leitliniendokument zur Validierung binärer Prüfmethode erstellt. Es kann davon ausgegangen werden, dass dieses Dokument den aktuellen Stand auf dem Gebiet der Validierung binärer Prüfmethode wiedergibt. Daher sollten Methoden, bei denen binäre Ergebnisse erzielt werden (z. B. Sichtprüfung bei Teststreifentests), nach den internationalen AOAC-Leitlinien für die Validierung qualitativer binärer Methoden in der Chemie (AOAC International Guidelines for Validation of Qualitative Binary Chemistry Methods <sup>(2)</sup>) validiert werden.

Es können jedoch auch andere anerkannte Validierungsleitlinien verwendet werden, wie z. B. der Ansatz in ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 — Leitlinien für die Validierung qualitativer Screening-Methoden zur Detektion von Tierarzneimittelrückständen in Milch und Milcherzeugnissen.

### 4.3. Schätzung der Messunsicherheit, Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse <sup>(3)</sup>

#### 4.3.1. Bestätigungsmethoden

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

<sup>(3)</sup> Nähere Einzelheiten zu den Verfahren für die Schätzung der Messunsicherheit und für die Ermittlung der Wiederfindungsrate enthält der Bericht „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](https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf)

Das Analyseergebnis ist wie folgt festzuhalten:

- a) Berichtigung um die Wiederfindungsrate, wenn dies angebracht und sinnvoll ist; falls berichtigt, ist dies anzugeben. Die Wiederfindungsrate ist anzugeben, es sei denn, eine intrinsische Bias-Korrektur ist Teil des Verfahrens. Eine Berichtigung um die Wiederfindungsrate ist nicht erforderlich, wenn letztere 90-110 % beträgt;
- b) als „ $x \pm U$ “, wobei  $x$  das Analyseergebnis und  $U$  die erweiterte Analysemessunsicherheit bezeichnet und ein Erweiterungsfaktor von 2 verwendet wird, der zu einem Konfidenzniveau von ca. 95 % führt.

Es besteht die Möglichkeit, eine standardmäßige erweiterte Messunsicherheit von 50 % anzugeben, sofern das Labor alle Präzisionsanforderungen gemäß Nummer 4.2 erfüllt. Ein einzelnes Labor kann nachweisen, dass durch die Erfüllung der Kriterien für die Wiederholbarkeit ( $RSD_r$ ) und die Intralabor-Reproduzierbarkeit ( $RSD_{WR}$ ), ergänzt durch die erfolgreiche Teilnahme an Eignungsprüfungsprogrammen (es sei denn, es ist kein geeignetes Eignungsprüfungsprogramm verfügbar), da ein mittlerer z-Score-Wert  $|z| \leq 2$  ein Nachweis dafür ist, dass die geforderte Reproduzierbarkeit ( $RSD_R$ ) erfüllt ist (basierend auf einer Zielstandardabweichung von 25 %).

Wurde der Höchstgehalt für die Summe der Toxine festgelegt, sind die Analyseergebnisse aller einzelnen Toxine anzugeben.

Die Berichtigung um die Wiederfindungsrate ist gegebenenfalls vor der Summierung der Konzentrationen für jedes einzelne Toxin vorzunehmen.

Für die Konformitätsüberprüfung der ML-Summe wird ein „Lowerbound“-Ansatz (Untergrenzenansatz) angewendet, d. h. die Ergebnisse für einzelne Toxine, die  $< LOQ$  sind, werden bei der Berechnung der Summe durch Null ersetzt.

Diese Interpretationsregeln für das Analyseergebnis hinsichtlich Akzeptanz oder Zurückweisung der Partie gelten für das Analyseergebnis bei der für die amtliche Kontrolle entnommenen Probe. Im Falle einer Analyse zu Rechtfertigungs- oder Schiedszwecken gelten die nationalen Bestimmungen. Insbesondere dann, wenn

das Analyseergebnis der amtlichen Kontrollprobe unter Berücksichtigung der erweiterten Messunsicherheit zweifelsfrei auf eine Nichtkonformität hinweist und

das Analyseergebnis der Rechtfertigungsprobe auf eine Nichtkonformität hinweist, allerdings nicht zweifelsfrei, mit einer größeren erweiterten Messunsicherheit als bei der amtlichen Kontrolle,

kann das Analyseergebnis der Rechtfertigungsprobe die bei der amtlichen Kontrollprobe festgestellte Nichtkonformität nicht aufheben.

#### 4.3.2. *Screening-Methoden*

Das Ergebnis des Screenings ist anzugeben als „konform“ oder „vermutlich nicht konform“.

„Vermutlich nicht konform“ bedeutet, dass die Probe den Cut-off-Wert übersteigt und einen Pflanzentoxingehalt aufweisen kann, der über der SZK liegt. Jedes verdächtige Ergebnis zieht eine Bestätigungsanalyse zur eindeutigen Identifizierung und Quantifizierung des Pflanzentoxins nach sich.

„Konform“ bedeutet, dass der Pflanzentoxingehalt der Probe mit einem Konfidenzniveau von 95 % unter der SZK liegt (d. h., es besteht eine Wahrscheinlichkeit von 5 %, dass Proben fälschlicherweise als negativ erfasst werden). Das Analyseergebnis wird angegeben als „ $< SZK$ “, wobei die SZK zu benennen ist.

#### 4.4. **Laborqualitätsstandards**

Ein Labor muss die Bestimmungen gemäß Artikel 37 Absätze 4 und 5 der Verordnung (EU) 2017/625 erfüllen.