

 Technical Specifications

TS4.2 - Laboratoria Reje- strowane

Wersja PL: 1 stycznia 2022



Indeks

1. WPROWADZENIE	3
1.1. ZAKRES DOKUMENTU	3
1.2. STOSOWANIE	3
2. WYMOGI DLA REJESTRACJI GMP+	4
3. PROCES REJESTRACJI	5
3.1. REJESTRACJA I OCENA	5
3.2. DECYZJA DOTYCZĄCA REJESTRACJI	6
3.3. INFORMOWANIE JEDNOSTKI CERTYFIKUJĄCEJ	6
4. KRYTERIA WYDAJNOŚCI DLA BADAŃ LABORATORYJNYCH	7
4.1. AFLATOKSYNA B1	7
4.2. SUMA DIOKSYN I DIOKSYNOPODOBNYCH PCB	8
4.3. DIOKSYNY	11
4.3.1. GRANICA OZNACZALNOŚCI (LOQ) BIOANALIZY	11
4.4. DIOKSYNOPODOBNE PCB	12
4.5. NIEDIOKSYNOPODOBNE PCB	12
4.6. METALE CIĘŻKIE I FLUOR	12
4.7. PESTYCYDY	14
5. DOSKONALENIE	17
5.1. INFORMACJE OGÓLNE	17
5.2. BADANIA BIEGŁOŚCI	17
5.3. PLANOWANIE	17
5.4. ADMINISTRACJA	17
5.5. INTERPRETACJA WYNIKÓW BADANIA BIEGŁOŚCI	18
APPENDIX 1 WYLICZENIA	19

1. Wprowadzenie

1.1. Zakres dokumentu

Niniejszy dokument zawiera wymogi oraz opis procesu rejestracji w celu uzyskania statusu laboratorium rejestrowanego GMP+

 **Wskazówka:**

Patrz F0.2 *Lista definicji*, gdzie znajdują się definicje niektórych terminów używanych w tym dokumencie.

1.2. Stosowanie

Dokument ten obowiązuje laboratoria rejestrowane GMP+, które przeprowadzają analizy prób pasz na następujące zanieczyszczenia krytyczne:

- a. aflatoksyna B1;
- b. suma dioksyn i dioksynopodobnych PCB / dioksyny / dioksynopodobne PCB / niedioksynopodobne PCB;
- c. metale ciężkie (arsen, ołów, kadm i rtęć) oraz fluor;
- d. pestycydy

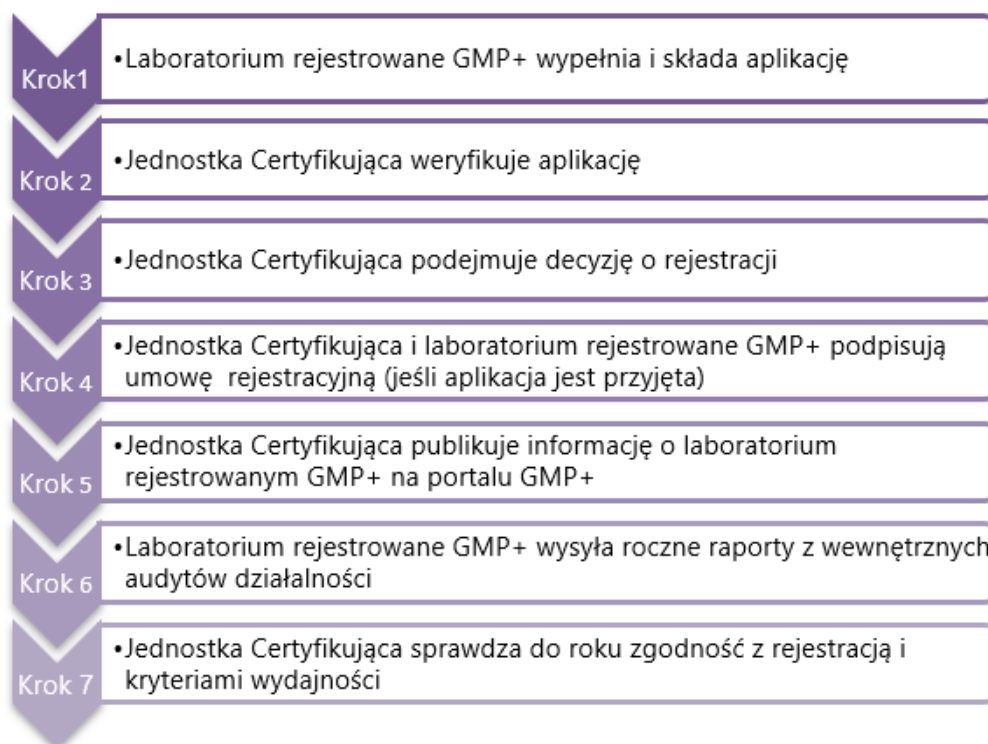
2. Wymogi dla rejestracji GMP+

Laboratorium zamierzające zostać laboratorium rejestrowanym GMP+ musi:

- a. Mieć wdrożony system zarządzania jakością, zweryfikowany przez stronę niezależną, który:
 1. Jest akceptowany¹ w GMP+ Feed Certification scheme oraz;
 2. przewiduje uczestniczenie w badaniach biegłości zgodnie z wymogami z Rozdziału 5 tego dokumentu; oraz
 3. przewiduje stałe doskonalenie jego wydajności (kryteria zawarte są w Rozdziale 5 tego dokumentu).
- b. Spełnia kryteria wydajności dla laboratoriów rejestrowanych GMP+ ustanowione w Rozdziale 4 tego dokumentu.

1. Patrz TS1.2 Zakupy, gdzie znajduje się lista akceptowanych systemów dla laboratoriów.

3. Proces rejestracji



3.1. Rejestracja i ocena

Laboratorium zamierzające zostać laboratorium rejestrowanym GMP+ musi złożyć aplikację do Jednostki Certyfikującej zatwierdzonej przez GMP+ International z wnioskiem o przeprowadzenie audytów dla zakresu „Laboratorium rejestrowane”.

Laboratorium rejestrowane GMP+ musi przesłać do Jednostki Certyfikującej następujące dokumenty:

- a. Wypełniony formularz aplikacji.
- b. Aktualny wyciąg z rejestru prowadzonego przez oficjalny organ rejestrujący przedsiębiorstwa.
- c. Kopię ważnego certyfikatu (jeśli dotyczy), który jest akceptowany przez GMP+ Feed Certification scheme oraz kopię aktualnego zakresu certyfikacji i/lub akredytacji.
- d. Listę rodzajów działalności i związanych z nimi matryc, które mieszczą się w zakresie odpowiednich akceptowanych systemów laboratoryjnych.
- e. Ostatni raport zatwierdzający dla każdej analizy, dla której laboratorium rejestrowane GMP+ chce być zarejestrowane.
- f. Wyniki ostatniego programu badania biegłości dla każdej analizy, dla której laboratorium rejestrowane GMP+ chce być zarejestrowane.
- g. W przypadku podzlecenia analizy laboratorium rejestrowanemu GMP+, dokumentację wykazującą, że wykonujące zlecenie laboratorium rejestrowane GMP+ jest zarejestrowane dla przedmiotowej analizy.

- h. W przypadku podzlecenia, kontrakt pomiędzy laboratorium rejestrowanym GMP+ i przyjmującym zlecenie laboratorium rejestrowanym GMP+, w którym określone są zasady ich współpracy.

Po złożeniu kompletnego wniosku oraz wszystkich wymaganych dokumentów, Jednostka Certyfikująca przeprowadzi jego ocenę.

3.2. Decyzja dotycząca rejestracji

Jednostka Certyfikująca, w ciągu 6 tygodni po otrzymaniu aplikacji, poinformuje laboratorium rejestrowane GMP+ pisemnie o (nie-) zgodności z wymogami z tego dokumentu.

Jeśli aplikacja jest przyjęta, należy zawrzeć umowę rejestracyjną, którą muszą podpisać Jednostka Certyfikująca i laboratorium rejestrowane GMP+.

Po otrzymaniu podpisanej przez obie strony umowy rejestracyjnej, Jednostka Certyfikująca publikuje wszystkie właściwe informacje o laboratorium rejestrowanym GMP+ w bazie danych GMP+ Company database i wystawia oświadczenie o spełnieniu wymogów laboratorium rejestrowanemu GMP+.

3.3. Informowanie Jednostki Certyfikującej

Laboratorium rejestrowane GMP+ musi aktualizować przekazane Jednostce Certyfikującej informacje i dowody wymagane w Rozdziale 2 oraz § 3.1 powyżej.

Przynajmniej raz w roku laboratorium rejestrowane GMP+ musi przesłać wyniki swojego audytu wewnętrznego do Jednostki Certyfikującej, aby umożliwić weryfikację, czy jego wydajność spełnia wymogi ustanowione w Rozdziałach 4 i 5 tego dokumentu.

4. Kryteria wydajności dla badań laboratoryjnych

Maksymalne limity dla kryteriów wydajności są podawane w:	
mg/kg (ppm)*	Aflatoksyna B1 Metale ciężkie Fluor Pestycydy
ng TEQ/kg*	Suma dioksyn i dioksynopochodnych PCB Dioksyne Dioksynopodobne PCB
µg/kg*	Niedioksynopodobne PCB

* Uzyskane dla wilgotności na poziomie 12% (88% suchej masy).

+ Wskazówka:

Patrz Appendix 1 z tego dokumentu, który należy stosować przy wyliczaniu kryteriów wydajności omawianych w tym dokumencie.

4.1. Aflatoksyna B1

Matryca	Granica oznaczalności (LOQ) (mg/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe	0,001	25%	15%	60%
Pasze uzupełniające i pełnoporcjowe, za wyjątkiem pasz dla:	0,005	25%	15%	60%
Bydła mlecznego i cieląt	0,001	25%	15%	60%
Owiec mlecznych i jagniąt	0,001	25%	15%	60%
Kóz mlecznych i kozłąt	0,001	25%	15%	60%
Prosiąt	0,001	25%	15%	60%
Młodego drobiu	0,001	25%	15%	60%
Mieszanki paszowe dla:				
Bydła (oprócz bydła mlecznego i cieląt)	0,004	25%	15%	60%

Owiec (oprócz owiec mlecznych i jagniąt)	0,004	25%	15%	60%
Kóz (oprócz kóz mlecznych koźląt)	0,004	25%	15%	60%
Świń (oprócz prosiąt)	0,004	25%	15%	60%
Drobie (oprócz młodych zwierząt)	0,004	25%	15%	60%

+ Wskazówka:

Do metod odpowiednich do analizy aflatoksyny B1 zazwyczaj zalicza się wysokosprawną chromatografię cieczową (HPLC) w połączeniu z detekcją fluorescencyjną lub spektrometrią mas (MS). Dozwolone są wszystkie analityczne metody ilościowe, o ile nie zostaną przekroczone zadane wartości graniczne. Jeśli czyszczenie odbywa się w kolumnie immunopowinowactwa, odzysk aflatoksyny B1 powinien przekraczać 80% i być regularnie sprawdzany dla analizowanych matryc. Ze względu na zdolność aflatoksyny do adsorbowania na szkło należy korzystać ze szkła laboratoryjnego płukanego kwasem.

+ Wskazówka:

Do celów przesiewowych można stosować metody półilościowe, na przykład chromatografię cienkowarstwową (TLC), testy ELISA itp., w takim jednak przypadku konieczne jest potwierdzenie podejrzenia niezgodności wyniku. Norma NEN-EN-ISO 6498 zawiera wytyczne dotyczące przygotowania próbek badawczych. W celu zbadania próbki laboratoryjnej na obecność mykotoksyn całą próbkę należy poddać zmieleniu. Norma NEN-ISO 14718 określa metodę stwierdzania obecności aflatoksyny B1 w paszy dla zwierząt z wykorzystaniem chromatografii HPLC z detekcją fluorescencji po derywatywacji postkolumnowej.

+ Wskazówka:

W trakcie całej procedury transportowania próby, przygotowywania próby oraz jej analizy, próbę należy w jak największym stopniu chronić przed działaniem promieni słonecznych, ponieważ aflatoksyna ulega stopniowemu rozkładowi pod wpływem promieniowania nadfioletowego. Ponieważ rozkład aflatoksyny w materiale jest wysoce niejednorodny, próby należy przygotowywać – a zwłaszcza homogenizować – z zachowaniem najwyższej staranności, np. metodą zawiesinową (ref).

4.2. Suma dioksyn i dioksynopodobnych PCB

Matryca	Granica oznaczalności (LOQ) (ng TEQ/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe	0,2*	15%	20%	50%
Dodatki paszowe i premiksy	0.3	15%	20%	50%

Mieszanki paszowe za wyjątkiem	0.30	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe dla zwierząt domowych i ryb	0.75	15%	20%	50%
* limitu z GMP+TS1.5				

+ Wskazówka:

Rozporządzenie Komisji UE nr 2017/644 ustanawiające metody pobierania i analizy prób do celów kontroli poziomów dioksyn i dioksynopodobnych polichlorowanych bifenyli (PCB) opisuje szczegółowo środki ostrożności, jakie powinny podejmować laboratoria badające próby na obecność dioksyn oraz wyznacza normy dla tego typu badań. W rozporządzeniu rozróżnia się metody przesiewowe i potwierdzające.

Metody przesiewowe są wykorzystywane do wybierania prób, w których poziomy dioksyn (PCDD/F) i dioksynopodobnych polichlorowanych bifenyli (PCB) przekraczają maksymalne dopuszczalne poziomy lub poziomy reagowania. Pozwalają one na względnie tanie i szybkie oznaczanie dużej liczby prób, zwiększając w ten sposób szansę wykrycia nowych przypadków z wysokim poziomem narażenia i ryzykiem dla zdrowia konsumentów. Metody przesiewowe powinny opierać się na metodach bioanalitycznych i metodach GC/MS.

Wyniki uzyskane dla prób przekraczających wartość odcięcia powinny zostać potwierdzone przez przeprowadzenie ponownej pełnej analizy przy zastosowaniu metody potwierdzającej w celu sprawdzenia ich zgodności z maksymalnym dopuszczalnym poziomem.

Metody potwierdzające dostarczają pełnych lub uzupełniających informacji, dzięki którym można jednoznacznie zidentyfikować związki PCDD/F i dioksynopodobne PCB oraz określić ich ilość w próbce przy najwyższych dopuszczalnych poziomach lub w razie konieczności przy poziomie reagowania. W metodach tych wykorzystuje się chromatografię gazową sprzężoną ze spektrometrią mas o wysokiej rozdzielczości (GC-HRMS) lub chromatografię gazową sprzężoną z potrójną kwadropolową spektrometrią mas (GC-MS/MS).

+ Wskazówka:

W ocenie kongenerów dioksyn w zakresie od tetra do okta należy opierać się na protokołach nr 1613 United States Environmental Protection Agency (Amerykańskiej Agencji Ochrony Środowiska) oraz zharmonizowanym protokole europejskim EN 16215:2012. Protokoły te opisują podstawy regulacji i kalibracji sprzętu oraz kryteria identyfikacji i oceny ilościowej w rozcieńczeniu izotopowym oraz procedury oceny jakościowej i kontroli jakości. W skład rutynowej procedury, np. oceny odzysku wzorców wewnętrznych, dokładności prób wzorcowych oraz ślepych, powinien wchodzić standardowy program zapewniania jakości (QA).

+ Wskazówka:

Do wyrażenia potencjału toksycznego mieszaniny dioksyn użyto współczynnika równoważnego toksyczności (TEF). Dioksynom przypisano wartość TEF, która odpowiada ich względnemu potencjałowi toksycznemu w odniesieniu do 2,3,7,8-TCDD, najbardziej toksycznego kongeneru pośród dioksyn, dla

którego wartość TEF wynosi 1,0. Wartość toksyczności kongeneru (ng TEQ/kg produktu) obliczano, mnożąc wartość TEF dla każdego z kongenerów przez stężenie tego kongeneru w ng/kg produktu. Łączną wartość TEQ dla każdej próbki wyznacza się, sumując wartości TEQ dla wszystkich kongenerów.

+ Wskazówka:

Ustawodawstwo europejskie dopuszcza stosowanie metod bioanalitycznych, na przykład oznaczenia CALUX (Chemically Activated Luciferase gene eXpression - aktywowanej chemicznie ekspresji genu lucyferazy) w badaniach przesiewowych prób paszy, w celu wskazania podwyższonych poziomów PCDD/F i DL-PCB. Wyniki badań przesiewowych porównuje się ze stężeniem odcięcia, dzięki czemu analityk może określić zgodność próby oraz zidentyfikować te z prób, które wymagają dalszego badania metodami analizy potwierdzającej. Ponadto wyniki badania przesiewowego mogą stanowić liczbowe wskazanie poziomów TEQ dla PCDD/F i dioksynopodobnych PCB w próbce. Wyrażenie wyników bioanalizy w postaci BEQ jest szczególnie przydatne dla analityka przeprowadzającego badanie kontrolne metodami potwierdzającymi, ale podczas wstępnego procesu walidacji jest obowiązkowe.

+ Wskazówka:

Laboratoria stosujące bioanalizę w ramach oficjalnej kontroli lub z innych wskazanych przepisami prawa przyczyn, muszą mieć akredytację zgodną z normą EN ISO/IEC 17025. Skutkiem tego stosowane metody muszą zostać zwalidowane w celu zapewnienia dowodu ich zgodności z wymogami prawnymi obowiązującymi w UE, zgodnie z rozporządzeniami Komisji (UE) 2017/644 i 152/2009 (wraz ze zmianami). Kompetencje laboratorium powinny zostać potwierdzone za pomocą wewnętrznych i zewnętrznych środków kontroli jakości. Stałe i efektywne uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych opartych na analizach PCDD/F i dioksynopodobnych PCB w odnośnych matrycach pasz / żywności jest obowiązkowe

+ Wskazówka:

Metoda przesiewowa z zasady klasyfikuje próbę jako zgodną lub podejrzaną o niezgodność. W tym celu wyliczony poziom BEQ jest porównywany z wartością odcięcia. Próby z BEQ poniżej wartości odcięcia są uznawane za zgodne, próbki, dla których BEQ jest równy lub wyższy wartości odcięcia, są podejrzewane o niezgodność i przekazywane do analizy metodą potwierdzającą.

Ustalone granice mają zastosowanie dla obu rodzajów metod. Metody potwierdzające należy stosować w przypadku, gdy wyniki przekraczają normy określone w dokumencie GMP+ TS1.5 *Szczegółowe limity bezpieczeństwa pasz*.

W przypadku ustalenia indywidualnych limitów dla dioksyn lub PCB laboratorium musi przedstawić dowody dotyczące różnych zestawów kryteriów wydajności.

Laboratorium dostarczy wartości TEQ odpowiadające brzegowi dolnemu i górnemu. Próbę, dla której ustalone przepisami prawa wartości graniczne zostały przekroczone, uznaje się za potwierdzoną, jeśli różnica między brzegiem dolnym a brzegiem górnym wartości TEQ jest < 20%. Lot jest niezgodny z poziomem maksymalnym ustanowionym w rozporządzeniu (WE) nr 1881/2006, jeśli wynik analityczny oparty na górnym brzegu został uzyskany metodą potwierdzającą i został potwierdzony powtórną analizą.

Powtórna analiza jest wymagana, aby wykluczyć możliwość wewnętrznego zanieczyszczenia krzyżowego próbki lub przypadkowego zmieszania prób. Pierwsza analiza, uwzględniająca niepewność pomiaru, jest wykorzystywana do weryfikacji zgodności.

W przypadku analizy przeprowadzanej w ramach incydentu związanego z zanieczyszczeniem można pominąć potwierdzenie powtórnej analizą, jeśli próby wybrane do analizy zostały powiązane z incydemem związanym z zanieczyszczeniem dzięki identyfikowalności.

Kryteria wydajności podane w powyższych tabelach zostały oparte na łącznym brzegu górnym TEQ.

4.3. Dioksyne

Matryca	Granica oznaczalności (LOQ) (ng TEQ/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe	0,2* limitu z GMP+ TS6	15%	20%	50%
Dodatki paszowe i premiksy	0.2	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe za wyjątkiem:	0.15	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe dla zwierząt domowych i ryb	0.25	15%	20%	50%

+ Wskazówka:

Wskazówki 1 – 6 znajdujące się w § 4.2 mogą również być przydatne przy przeprowadzaniu analiz na dioksyne.

4.3.1. Granica oznaczalności (LOQ) bioanalizy

W przypadku bioanalitycznej metody przesiewowej ustanowienie granicy oznaczalności nie jest niezbędne, ale należy dowiedzieć, że metoda pozwala na rozróżnienie między ślepą próbą a wartością odcięcia. Podając poziom BEQ, należy ustalić poziom zgłaszania, aby uwzględnić próby wykazujące odpowiedź poniżej tego poziomu.

Poziom zgłaszania:

- musi być różny od procedury próby ślepej co najmniej o współczynnik 3, przy odpowiedzi poniżej zakresu roboczego,
- w związku z tym należy go obliczyć z prób zawierających związki docelowe w granicach wymaganego poziomu minimalnego, a nie ze stosunku S/N lub z próby ślepej.

Granica oznaczalności bioanalizy musi być jednak taka, że poziom BEQ odpowiadający 2/3 maksymalnego poziomu musi stanowić najbardziej odpowiednią wartość odjęcia, zapewniającą odsetek wyników fałszywie zgodnych poniżej 5% oraz akceptowalny odsetek wyników fałszywie niezgodnych.

4.4. Dioksynopodobne PCB

Matryca	Granica oznaczalności (LOQ) (ng TEQ/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe	0.4	15%	20%	50%
Dodatki paszowe i premiksy	0.4	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe za wyjątkiem:	0.15	20%	20%	50%
Mieszanki paszowe dla zwierząt domowych i ryb	0,5	10%	20%	45%

+ Wskazówka:

Wskazówki 1 – 6 znajdujące się w § 4.2 mogą również być przydatne przy przeprowadzaniu analiz na dioksynopodobne PCB.

4.5. Niedioksynopodobne PCB

Matryca	Granica oznaczalności (LOQ) ($\mu\text{g}/\text{kg}$ 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe	3.33	15%	20%	50%
Dodatki paszowe i premiksy	3.33	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe za wyjątkiem:	3.33	15%	20%	50%
Mieszanki paszowe dla zwierząt domowych i ryb	10	15%	20%	50%

4.6. Metale ciężkie i fluor

Matryca	Granica oznaczalności LOQ) (mg/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Materiały paszowe m.in minerały:				

Matryca	Granica oznaczalności LOQ) (mg/kg 88% suchej masy)	Odtwarzalność	Odchylenie	Niepewność rozszerzona pomiaru
Arsen (As) łącznie	0.4	25%	15%	60%
Ołów (Pb)	1.0	20%	15%	50%
Kadm (Cd)	0.2	20%	15%	50%
Rtęć (Hg)	0.02	25%	20%	65%
Fluor (F)	30	10%	15%	35%
Dodatki paszowe i premiksy¹:				
Arsen (As) łącznie	6.0	20%	10%	45%
Ołów (Pb)	6.0	15%	10%	40%
Kadm (Cd)	0.4	15%	10%	40%
Pasze uzupełniające i pełnoporcjowe:				
Arsen (As) łącznie	0.4	25%	10%	60%
Ołów (Pb)	1.0	20%	10%	45%
Kadm (Cd)	0.1	20%	10%	45%
Rtęć (Hg)	0.02	25%	20%	60%
Fluor (F)*	6.0	10%	15%	35%
* Chociaż nie jest to metal ciężki, LOQ dla fluoru są również brane pod uwagę.				

+ Wskazówka:

Istnieje wiele odpowiednich metod analizy zawartości metali ciężkich regulowanych przepisami prawa — kadmu (Cd), arsenu (As), ołowiu (Pb) i rtęci (Hg) — takich jak: • Spektrometria atomowa emisyjna z indukcyjnie sprzężoną plazmą (ICP-OES) • spektroskopia mas z indukcyjnie sprzężoną plazmą (ICP-MS) • Atomowa spektrometria absorpcyjna z atomizacją w piecu grafitowym (GF-AAS). W przypadku wyników uzyskiwanych w ICP-OES granica oznaczalności zazwyczaj jest podawana w mg/kg, podczas gdy w przypadku GF-AAS lub ICP-MS dla większości metali ciężkich granice oznaczalności są znacznie niższe. Metody te można zasadniczo stosować do analizy niewielkich ilości próbek, które wymagają dobrej homogenizacji (< 0,5 mm²) i następującego po niej pełnego trawienia matrycy za pomocą np. HNO₃.

W przypadku ICP-MS zaleca się zdecydowanie korzystanie z tak zwanej technologii cel kolizyjno-reaktywnych w celu usunięcia interferencji wieloatomowych, na przykład pochodzących od ArCl⁺, których obecność mogłaby skutkować uzyskaniem wyników fałszywie dodatnich

+ Wskazówka:

1. Ze względu na brak limitów bezpieczeństwa pasz, nie ustanowiono żadnych kryteriów dla analizowania rtęci i fluoru w dodatkach paszowych i premiksach.

Obecność rtęci można wykrywać właściwymi do tego celu metodami na przykład: bazującymi na rozkładzie termicznym próbki, amalgamacji rtęci i wykrywaniu absorpcji atomowej. Granica oznaczalności przy zastosowaniu tej techniki jest bardzo niska. Ponieważ pobierane próby są niewielkie, zazwyczaj do 0,1 grama, również w przypadku tych metod próbę należy dobrze zhomogenizować (< 0,5 mm²). Z tak zhomogenizowanej próbki należy wytrawić w kwasie lub piecu muflowym podpróbę o masie zasadniczo od 0,1 do 1 grama.

Dozwolone są wszystkie analityczne metody ilościowe, o ile nie zostaną przekroczone zadane wartości graniczne. Granica wykrywalności metody dla każdej z metod oznaczania i dla każdego z pierwiastków zależy od matrycy próbek oraz od użytego sprzętu i wykorzystanej technologii.

+ Wskazówka:

Obecność fluoru może zostać oznaczona po przetworzeniu w kwasie solnym z użyciem spektroskopii lub elektrody jonoselektywnej.

+ Wskazówka:

W przypadku wyniku analizy powyżej lub w pobliżu maksymalnego limitu zaleca się powtórzenie analizy przy użyciu świeżych prób i kwantyfikacji opartej na „dodaniu wzorca” poprzez dodanie dwóch podpróbek na dwóch różnych poziomach, np. jeden tylko 0,5 * ML (maksymalnego limitu) i jeden 1,5 * ML. Dzięki zastosowaniu dodatku wzorca efekty matrycy specyficzne dla próby są zminimalizowane.

4.7. Pestycydy

Laboratorium musi wykazać spełnianie kryteriów wydajności dla analiz wszystkich parametrów pestycydów podanych w tabeli poniżej, aby mogło zostać zarejestrowane.

Parametry	LOQ (mg/kg 88% DM)	Odtwarzalność	Odchylenie ¹	Niepewność rozszerzona pomiaru
Aldryna	0.01	20%	70-120%	50%
Dieldryna	0.01	20%	70-120%	50%
Chlordan (suma izomerów cis- i trans- i oksychlordanu wyrażona jako chlordan)	0.01	20%	70-120%	50%
DDT (suma p,p'-DDT, o,p'-DDT, p-p'-DDE p,p'-TDE (DDD) wyrażana jako DDT)	0.05	20%	70-120%	50%
Endosulfan (suma izomerów alfa- i beta- oraz siarczanu endosulfanu wyrażona jako endosulfan)	0.01	20%	70-120%	50%
Endryna (suma endryny i delta-keto-endryny, wyrażona jako endryna)	0.01	20%	70-120%	50%
Heptachlor (suma heptachloru i epoksydu heptachloru, wyrażona jako heptachlor)	0.01	20%	70-120%	50%

Parametry	LOQ (mg/kg 88% DM)	Odtwarzalność	Odchylenie ¹	Niepewność rozszerzona pomiaru
Heksachlorobenzen (HCB)	0.01	20%	70-120%	50%
Heksachlorocykloheksan (HCH)			70-120%	50%
- izomery alfa	0.01	20%	70-120%	50%
- izomery beta	0.01	20%	70-120%	50%
- izomery gamma	0.01	20%	70-120%	50%
Fipronil (suma fipronilu + metabolit sulfonu (MB46136) wyrażona jako fipronil)	0.005	20%	70-120%	50%
Chlorpiryfos metylowy	0.01	20%	70-120%	50%
Pirymifos metylowy	0.01	20%	70-120%	50%
Cypermetyryna (cypermetyryna, w tym inne mieszaniny izomerów składowych (suma izomerów))	0.05	20%	70-120%	50%
Tebukonazol	0.02	20%	70-120%	50%
Deltametryna (cis-deltametryna)	0.02	20%	70-120%	50%
Chlorprofam	0.01	20%	70-120%	50%
Chlorpiryfos etylowy	0.01	20%	70-120%	50%
Difenyloamina	0.05	20%	70-120%	50%
Malation (suma malationu i malaoksonu wyrażona jako malation)	0.02	20%	70-120%	50%
Permetryna (suma izomerów)	0.05	20%	70-120%	50%

¹ W wyjątkowych wypadkach, wskaźniki średniego odzysku poza przedziałem 70-120% mogą być zaakceptowane, o ile są spójne (RSD ≤ 20 %) a ich podstawa jest dobrze ugruntowana (np. z uwagi na rozmieszczenie analitu w etapie podziału), ale średni odzysk nie może być niższy od 30% ani wyższy niż 140%.

+ Wskazówka:

Można skorzystać z dokumentu wsparcia S 9.13 Managing pesticide residues, aby ustalić prawidłowy MRL Dokument ten opisuje i odpowiada na pytania od firm certyfikowanych GMP+ dotyczące wymogów w GMP+ FC scheme odnośnie obowiązujących MRL dla pestycydów w paszach.

+ Wskazówka:

Kryteria wydajności ustanowione w tym rozdziale są oparte na dokumencie SANTE 12682/2019 (https://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmpl_article.asp?CntID=727).

+ Wskazówka:

Większość pestycydów, podlegających kontroli można analizować za pomocą tak zwanej metody QuEChERS (Quick Easy Cheap Effective Rugged Safe). Metoda ta bazuje na ekstrakcji za pomocą acetonitrylu w obecności wody, po której następuje separacja, kontrolowana za pomocą mieszanki MgSO₄ i NaCl, fazy wodnej. Następnie faza acetonitrylu może być analizowana przy użyciu GC-MS i LC-MS/MS obejmującej szeroki zakres pestycydów o różnych właściwościach fizycznych i chemicznych. Dla niektórych pestycydów potrzebna jest specjalna metoda (pojedynczy związek), np. ditiokarbamininy. Dla związków o dużej polarności metody oparte na tak zwanej QuPPE (Quick Polar Pesticides Method). Patrz również : http://www.crl-pesticides.eu/docs/public/tmpl_article.asp?CntID=887&LabID=200&Lang=EN

5. Doskonalenie

5.1. Informacje ogólne

Laboratorium rejestrowane GMP+ musi uczestniczyć w badaniach biegłości, aby potwierdzić swoje aktualne kompetencje. Badanie biegłości musi służyć monitorowaniu stałej wydajności laboratorium.

Badanie biegłości musi przynajmniej spełniać wymogi określone w § 5.2 – 5.5.

5.2. Badania biegłości

Raz w roku, laboratorium rejestrowane GMP+ musi wziąć udział w badaniu biegłości dla każdej analizy, dla której jest ono zarejestrowane. Laboratorium rejestrowane GMP+ musi upewnić się, że organizator badania biegłości przeprowadza badanie biegłości zgodnie z ** ISO 17043.

Jeżeli badanie biegłości nie jest dostępne, wydajność analiz musi być wykazana za pomocą:

- a. certyfikowanego materiału referencyjnego, lub
- b. gdy nie jest on dostępny:
 1. materiału referencyjnego z poprzednich badań biegłości lub
 2. próby wzorcowej.

*** Oznacza to, że organizator nie musi być akredytowany, lecz musi przeprowadzać badanie biegłości zgodnie z ISO 17043.*

5.3. Planowanie

Raz w roku laboratorium rejestrowane GMP+ musi sporządzić plan badań biegłości, w których będzie uczestniczyć. Plan ten musi być zachowany jako informacja udokumentowana.

5.4. Administracja

Wyniki badań biegłości laboratorium rejestrowanego GMP+ muszą być zachowywane jako informacje udokumentowane przez przynajmniej 3 lata.

Wynik laboratorium rejestrowanego GMP+ musi być wyrażony jako 'z-score'.

Wskazówka:

'Z-score' odzwierciedla:

- a. faktycznie osiągniętą dokładność (różnica pomiędzy wynikiem laboratorium, a przyjętą wartością prawdziwą lub uzgodnioną) oraz
- b. ocenę organizatora badania biegłości odnośnie zgodności stopnia dokładności z założonym celem.

5.5. Interpretacja wyników badania biegłości

Laboratorium rejestrowane GMP+ musi interpretować wyniki badania biegłości w oparciu o limity podane w tabeli poniżej.

Z-score	Ocena
$Z \leq 2$	Zadawalająca
$2 < Z < 3$	Wątpliwa
$Z \geq 3$	Niezadawalająca

W przypadku, gdy z-score jest oceniony jako wątpliwy lub niezadawalający, laboratorium rejestrowane GMP+ musi:

- przeprowadzić dochodzenie dotyczące prawdopodobnej przyczyny (przyczyn) odchylenia, oraz
- zastosować środki naprawcze oraz
- zweryfikować, czy środki naprawcze prowadzą do zadowalającej wydajności.

Appendix 1 Wyliczenia

Obowiązują następujące wyliczenia dotyczące kryteriów wydajności:

<u>Kryteria wydajności</u> ²	<u>Wyliczenie</u>
<u>Granica oznaczalności</u> (LOD)	$LOD = 3 \times s_R$
<u>Granica kwantyfikacji</u> (LOQ)	$LOQ = 6 \times s_R$
<u>Odtwarzalność</u>	$R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{i1} - x_{i2})^2}{2n}}$
<u>Odchylenie</u>	$\delta = \bar{x} - c_{ref}$
<u>Niepewność rozszerzona pomiaru</u>	$U = 2 \times \sqrt{s_R^2 + \delta^2}$
s_R	odchylenie standardowe w próbach ślepych w warunkach odtwarzalności
R	Odtwarzalność (wyrażona w tym standardzie jako poziom MRL)
δ	<u>Odchylenie</u>
U	niepewność rozszerzona pomiaru
n	<u>liczba analiz</u>
x	<u>stężenie komponentu</u>
\bar{x}	średnie stężenie komponentu analizowanego w materiale referencyjnym
c_{ref}	wartość przypisana komponentu w materiale referencyjnym

² Definicje i wyliczenia pochodzą z NEN 7777: *Prestatiekenmerken van meetmethoden* and NEN 7779: *Meetonzekerheid*

Średnie odchylenie metody jest otrzymywane z certyfikowanego materiału referencyjnego lub z materiału z badań biegłości z przypisaną wartością (konsensus). Odchylenie oparte na dodatku jest akceptowalne, gdy nie jest spodziewana interferencja z matrycą. Dodatek to przynajmniej osiem różnych matryc prób używanych przy wyliczeniu odchylenia z wyliczonego odzysku (dokładność).



Risk Management tools

To było dużo informacji do przyswojenia i można się zastanawiać, jaki jest następny krok? Na szczęście możemy zaoferować Wspólnocie GMP+ wsparcie w tych działaniach. Oferujemy pomoc w postaci różnych narzędzi i wskazówek, lecz ponieważ każda firma jest współodpowiedzialna za bezpieczeństwo pasz, nie możemy oferować dokładnie dopasowanych rozwiązań. Jednak pomagamy poprzez wyjaśnianie wymogów i dostarczanie podstawowych informacji na temat wymogów.

Opracowaliśmy szereg materiałów pomocniczych. Obejmują one różne narzędzia, od list FAQ (często zadawanych pytań,) do webinarów i wydarzeń.

Materiały pomocnicze dotyczące dokumentów normatywnych (Wskazówki i FAQ)

Udostępniliśmy dokumenty zawierające wskazówki odnośnie wymogów GMP+ ustanowionych w modułach GMP+ FSA i GMP+ FRA. Dokumenty te dostarczają przykładów, odpowiedzi na często zadawane pytania lub informacji podstawowych.

Gdzie można znaleźć więcej informacji o Risk Management tools od GMP+ International?

Arkusze informacyjne

Więcej informacji: [GMP+ Platform](#)

Lista produktów

Więcej informacji: [GMP+ Platform](#)

Oceny ryzyka

Więcej informacji: [GMP+ Platform](#)

GMP+ Monitoring database

Więcej informacji: [GMP+ Monitoring database](#)

Dokumenty pomocnicze

Więcej informacji: [Support documents](#)

We enable every company in the
feed chain to take responsibility for
safe and sustainable feed.

GMP+ International

Braillelaan 9

2289 CL Rijswijk

The Netherlands

t. +31 (0)70 – 307 41 20 (Office)

+31 (0)70 – 307 41 44 (Help Desk)

e. info@gmpplus.org

Klauzula odpowiedzialności:

Niniejsza publikacja została stworzona w języku angielskim i przetłumaczona na wiele języków.

W przypadku jakiegokolwiek konfliktu interpretacyjnego lub rozbieżności między językiem angielskim a jakimkolwiek innym językiem, pierwszeństwo ma język angielski publikacji.

© [GMP+ International B.V.](http://GMP+International.B.V)

Wszelkie prawa zastrzeżone. Informacje zawarte w tej publikacji mogą być przeglądane na ekranie, kopiowane oraz drukowane wyłącznie na użytek własny, niekomercyjny. Wszelkie inne użycie wymaga wcześniejszej pisemnej zgody GMP+ International B.V.