



Республика Молдова

ПРАВИТЕЛЬСТВО

ПОСТАНОВЛЕНИЕ № HG346/2025 от 11.06.2025

об утверждении некоторых положений о загрязнителях в пищевых продуктах

Опубликован : 06.09.2025 в MONITORUL OFICIAL № 471-473 статья № 578 Data intrării în vigoare

UE

На основании статьи 18 части (2) Закона №82/2024 об официальном контроле в агропродовольственной сфере (Официальный монитор Республики Молдова, 2024 г., №199-201, ст. 265), с последующими изменениями, Правительство ПОСТАНОВЛЯЕТ:

1. Утвердить:

1.1. Положение об установлении мер по снижению и референтных уровней для сокращения содержания акриламида в пищевых продуктах, согласно приложению № 1;

1.2. Положение об установлении методов отбора проб и анализа для контроля уровней микотоксинов в пищевых продуктах, согласно приложению № 2;

1.3. Положение об установлении методов отбора проб и анализа для контроля уровней растительных токсинов в пищевых продуктах, согласно приложению № 3;

1.4. Положение об установлении норм проведения официального контроля в отношении загрязнителей в пищевых продуктах, согласно приложению № 4;

1.5. Методы анализа, которые должны использоваться лабораторией, и требования к официальному контролю содержания микотоксинов в пищевых продуктах, согласно приложению № 5.

2. Постановление Правительства № 208/2013 об утверждении Методов отбора проб для определения уровня микотоксинов в пищевых продуктах (Официальный монитор Республики Молдова, 2013 г., № 64-68, ст. 262) признать утратившим силу с даты вступления в силу настоящего постановления.

3. Контроль за исполнением настоящего постановления возложить на Национальное агентство по безопасности пищевых продуктов.

4. Настоящее постановление вступает в силу с даты вступления в силу Закона № 82/2024 об официальном контроле в агропродовольственной сфере и утрачивает силу

с даты присоединения Республики Молдова к Европейскому Союзу.

ПРЕМЬЕР-МИНИСТР Дорин РЕЧАН

Контрасигнует:

Министр сельского хозяйства

и пищевой промышленности Людмила Катлабуга

№ 346. Кишинэу, 11 июня 2025 г.

Приложение № 1

к Постановлению Правительства № 346/2025

ПОЛОЖЕНИЕ

об установлении мер по снижению и референтных

уровней для сокращения содержания акриламида

в пищевых продуктах

Настоящее Положение перелагает Регламент (UE) 2017/2158 Комиссии от 20 ноября 2017 года об установлении мер по снижению и референтных уровней для сокращения содержания акриламида в пищевых продуктах, CELEX: 32017R2158, опубликованный в Официальном журнале Европейского союза L 304/24 от 21 ноября 2017 года.

Глава I

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Операторы продовольственного сектора (в дальнейшем — *ОПС*), которые производят и вводят на рынок пищевые продукты, указанные в пункте 2, применяют, в соответствии с пунктами 3–6, меры по снижению содержания акриламида, предусмотренные в приложениях № 1 и 2, с целью достижения уровней наличия акриламида как можно более низких и находящихся ниже референтных уровней, установленных в приложении № 4.

2. Настоящее Положение применяется к следующим пищевым продуктам:

2.1. жареный картофель, другие нарезанные продукты (жареные методом погружения в масло) и тонкие ломтики картофеля (чипсы) из свежего картофеля;

2.2. картофельные чипсы, снеки, крекеры и другие продукты из картофеля, изготовленные из картофельного теста;

2.3. хлеб;

2.4. сухие завтраки (за исключением каши);

2.5. мелкие хлебобулочные изделия: пирожные, печенье, сухари, злаковые батончики, пампушки, рожки, вафли, пончики и пряники, а также крекеры, хрустящие хлебцы и заменители хлеба. В данной категории крекер – сухое печенье (хлебобулочное изделие на основе муки из злаков);

2.6. кофе:

2.6.1. обжаренный кофе;

2.6.2. быстрорастворимый (сублимированный) кофе;

2.6.3. заменители кофе;

2.7. пищевые продукты, предназначенные для младенцев, и переработанные злаковые пищевые продукты, предназначенные для детей раннего возраста.

3. ОПС, которые производят и вводят на рынок пищевые продукты, указанные в пункте 2, применяют меры по снижению, предусмотренные в приложении № 1.

4. В качестве исключения из пункта 3, ОПС, которые производят и выводят на рынок пищевые продукты, указанные в пункте 2, осуществляют розничную торговлю и/или напрямую снабжают только местные розничные торговые точки, применяют меры по снижению, предусмотренные в разделе 1 приложения № 2

5. ОПС, указанные в пункте 4, которые осуществляют деятельность на предприятиях, находящихся под их прямым контролем и функционирующих под торговым наименованием либо на основании сертификата о регистрации в области безопасности пищевых продуктов — как часть более широкой взаимосвязанной деятельности или в режиме франшизы такой деятельности — и на основании инструкций ОПС, централизованно поставляющих пищевые продукты, указанные в пункте 2, применяют дополнительные меры по снижению, установленные в разделе 2 приложения № 2.

6. В случаях превышения референтных уровней ОПС пересматривают применяемые меры по снижению и корректируют процессы и контрольные мероприятия с целью достижения уровней акриламида как можно более низких и находящихся ниже референтных уровней, установленных в приложении № 4. При этом ОПС учитывают безопасность пищевых продуктов, специфические производственные и географические условия, а также характеристики продукта.

7. В контексте настоящего Положения применяются следующие понятия:

пищевой продукт, оператор продовольственного сектора, введение на рынок — в значении, установленном статьей 2 Закона № 306/2018 о безопасности пищевых продуктов;

розничная торговля — в значении, установленном статьей 3 Закона № 231/2010 о внутренней торговле;

конечный потребитель — последний потребитель пищевого продукта, который не использует этот продукт в рамках деятельности или операции, относящейся к сфере деятельности предприятия продовольственного профиля;

референтные уровни — показатели эффективности, используемые для проверки результативности мер по снижению и основанные на опыте и наличии вещества в обширных категориях пищевых продуктов.

Глава II ОТБОР ПРОБ И АНАЛИЗ

8. ОПС, указанные в пункте 3, разрабатывают собственную программу отбора проб и анализа уровней содержания акриламида в пищевых продуктах, указанных в пункте 2.

9. ОПС, указанные в пункте 3, ведут учет примененных мер по снижению, установленных в приложении № 1.

10. ОПС, указанные в пункте 5, ведут учет примененных мер по снижению, установленных в приложении № 2.

11. ОПС, указанные в пунктах 3 и 5, осуществляют отбор проб и проведение анализа для определения уровня содержания акриламида в пищевых продуктах в соответствии с требованиями, предусмотренными в приложении № 3, и фиксируют результаты отбора проб и анализа.

12. В случае если результаты отбора проб и анализа указывают на то, что уровни не ниже референтных уровней акриламида, установленных в приложении № 4, ОПС, указанные в пунктах 3 и 5, без промедления пересматривают меры по снижению в соответствии с пунктом 4.

13. Пункты 8-12 не применяются к ОПС, указанным в пункте 4. Указанные операторы представляют доказательства применения мер по снижению, предусмотренных в разделе 1 приложения № 2.

Глава III ПЕРЕСМОТР УРОВНЕЙ АКРИЛАМИДА

14. Референтные уровни содержания акриламида в пищевых продуктах, указанные в приложении № 4, пересматриваются Европейской комиссией каждые три года, а в первый раз в течение не менее трех лет со дня вступления в силу настоящего Положения.

15. Пересмотр референтных уровней корректируется с учетом научно-технического прогресса.

[приложение №1](#)

[приложение №2](#)

[приложение №3](#)

[приложение №4](#)

Приложение № 2

к Постановлению Правительства № 346/2025

ПОЛОЖЕНИЕ

об установлении методов отбора проб и анализа

для контроля уровней микотоксинов в пищевых

продуктах

Настоящее Положение перелагает Регламент (ЕС) 2023/2782 Комиссии от 14 декабря 2023 года об установлении методов отбора проб и анализа для контроля уровней содержания микотоксинов в пищевых продуктах и об отмене Регламента (ЕС) № 401/2006, CELEX: 32023R2782, опубликованный в Официальном журнале Европейского союза, серия L от 15 декабря 2023 года, в редакции последнего изменения, внесенного Регламентом (ЕС) 2024/885 Комиссии от 20 марта 2024 года.

1. В целях настоящего Положения используются следующие понятия:

целевая скрининговая концентрация (screening target concentration - STC) — концентрация, представляющая интерес для выявления микотоксинов в пробе. Когда целью является проверка соблюдения установленных предельных уровней, STC должна быть равна максимально допустимому уровню. В иных случаях или при отсутствии установленного предельного уровня, STC определяется лабораторией заранее;

относительное стандартное отклонение повторяемости (repeatability relative standard deviation - RSDr) — относительное стандартное отклонение (%), рассчитанное на основе результатов, полученных в условиях повторяемости (точность повторяемости): при использовании одного и того же метода для одной и той же пробы материала в одной лаборатории одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого промежутка времени (1 день или 1 серия);

относительное стандартное отклонение внутрилабораторной воспроизводимости (within-laboratory reproducibility relative standard deviation - RSDwR) — относительное стандартное отклонение (%), рассчитанное на основе результатов, полученных в условиях внутрилабораторной воспроизводимости (промежуточной точности): при использовании одного и того же метода для одной и той же пробы материала в одной лаборатории, но в разные дни (предпочтительно с

более длительными интервалами времени), а также при иных возможных условиях, таких как разные операторы и/или различное (эквивалентное) оборудование;

относительное стандартное отклонение воспроизводимости (reproducibility relative standard deviation - RSD_R) — относительное стандартное отклонение (%), рассчитанное на основе результатов, полученных в условиях воспроизводимости (межлабораторной точности), то есть когда один и тот же материал анализируется разными лабораториями. Значение RSD_R может быть получено, в частности, из совместных исследований и из квалификационных тестов;

систематическая погрешность — разница между измеренным значением и референтной концентрацией;

отрицательный контрольный образец — образец, про который известно, что он не содержит микотоксин, являющийся объектом скрининга, в результате предыдущего определения, проведенного методом подтверждающего анализа с достаточной чувствительностью, либо в результате применения другого метода, или, когда получение такого образца невозможно, материал с наименьшим возможным уровнем содержания, при условии, что это содержание позволяет сделать вывод о пригодности метода скрининга для поставленной цели;

положительный контрольный образец — образец, содержащий микотоксин в целевой скрининговой концентрации, например аттестованный референтный материал, материал с известным содержанием (например, тестовый материал, полученный из квалификационных тестов), либо материал, который был достаточно охарактеризован методом подтверждающего анализа. При отсутствии любого из вышеуказанных вариантов может быть использована смесь образцов с различными уровнями загрязнения или обогащенный образец, приготовленный в лаборатории и достаточно охарактеризованный, при условии, что уровень загрязнения был проверен;

лабораторная проба — часть или репрезентативное количество объединенной пробы, предназначенной для лаборатории;

проба, заведомо не содержащее аналита — проба, в которой количество аналита не превышает 1/5 от STC. Если количество может быть определено с помощью подтверждающего метода, уровень учитывается при проведении оценки валидации;

ложноотрицательная проба — проба, содержание микотоксинов в которой превышает $> STC$, но которая была признана отрицательной;

ложноподозрительная проба — отрицательная проба, которая была признана подозрительной;

инкрементная проба — количество материала, отобранное из одного места партии или подпартии;

отрицательная проба — проба, содержание микотоксинов в которой $< STC$ с вероятностью 95 % (то есть вероятность того, что проба будет ошибочно признана отрицательной, составляет 5 %);

объединенная проба — общий объем, составленный из всех инкрементных проб, отобранных из партии или подпартии;

подозрительная проба (положительная при скрининге) — проба, превышающая предельное значение и содержание микотоксина в которой может быть выше STC;

предел количественного определения (limit of quantification - LOQ) — наименьшее содержание аналита, которое может быть измерено с разумной статистической достоверностью. В контексте настоящего Положения этот предел означает наименьший уровень, успешно прошедший валидацию: наименьшую концентрацию аналита, испытанную в пробе материала, для которой было доказано, что выполнены критерии восстановления, точности и идентификации. Для оценки рисков используемые LOQ, как правило, ниже, чем это требуется в рамках официального контроля для проверки соблюдения максимального предела, поскольку цель состоит в том, чтобы получить числовые данные по большинству проанализированных проб (то есть избежать данных, цензурированных слева), чтобы можно было провести точные оценки воздействия. Для целей мониторинга может быть также принято указание уровней ниже LOQ, определенного в контексте настоящего Положения;

подтверждающие методы — методы, которые предоставляют полную или дополнительную информацию, позволяющую однозначно идентифицировать и количественно определить микотоксин на уровне, представляющем интерес;

метод скрининга — метод, используемый для отбора проб, уровни микотоксинов в которых превышают целевую скрининговую концентрацию (STC) с определенной степенью достоверности. В целях скрининга, направленного на выявление микотоксинов, считается приемлемой достоверность 95 %. Результат анализа при скрининге бывает либо «отрицательным», либо «подозрительным». Методы скрининга обеспечивают высокую пропускную способность анализа проб при экономичной стоимости, что повышает вероятность выявления новых случаев с высоким уровнем воздействия и рисками для здоровья потребителей. Эти методы основаны на биоаналитических методах, жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией (ЖХ-МС) или высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Результаты, полученные для проб, превышающих предельное значение, проверяются путем полного повторного анализа исходной пробы с использованием подтверждающего метода;

восстановление (Rec, %) — процент, полученный по формуле $x/x_{ref} \times 100 \%$, где:

x = измеренная концентрация (скорректированная, в случае обогащенных проб, на фоновую концентрацию, если пробы не являются контрольными);

x_{ref} = референтная концентрация [концентрация аттестованного референтного материала (Certified Reference Material - CRM), тестового материала из испытания на квалификацию или обогащенной пробы];

субпроба — количество материала, отобранное из объединенной пробы для

контроля спорыньевых склероциев посредством визуального осмотра;

предельное значение — отклик, сигнал или концентрация, полученные методом скрининга, выше которых проба считается «подозрительной». Предельное значение устанавливается в ходе валидации и учитывает изменчивость измерений.

2. Отбор проб для контроля уровней микотоксинов в пищевых продуктах осуществляется в соответствии с методами, предусмотренными в приложении № 1.

3. В случае пищевого продукта, который не может быть отнесен к категории пищевых продуктов, для которой установлена процедура отбора проб в приложении № 1, процедура отбора проб определяется с учетом гранулометрического состава данного пищевого продукта или его сходства с пищевым продуктом, который может быть отнесен к одной из категорий пищевых продуктов, указанных в том же приложении.

4. В случае пищевого продукта, который не может быть отнесен ни к одной из категорий пищевых продуктов, перечисленных в приложении № 1, и в котором, согласно имеющимся данным, микотоксин распределен равномерно, отбор проб осуществляется по процедуре отбора проб, установленной в Методиках отбора проб и анализа для контроля уровней микроэлементов и загрязнителей, образующихся в результате переработки пищевых продуктов, утвержденных Приказом Министра сельского хозяйства и пищевой промышленности № 75/2024.

5. Подготовка проб и методы анализа, используемые для контроля уровней микотоксинов в пищевых продуктах, соответствуют критериям, предусмотренным в приложении № 2.

[приложение № 1](#)

[приложение № 2](#)

Приложение № 3

к Постановлению Правительства № 346/2025

ПОЛОЖЕНИЕ

об установлении методов отбора проб и анализа

для контроля уровней растительных токсинов в

пищевых продуктах

Настоящее Положение перелагает Имплементационный регламент (UE) 2023/2783 Комиссии от 14 декабря 2023 года об установлении методов отбора проб и методов анализа для контроля уровней растительных токсинов в пищевых продуктах и об отмене Регламента (UE) 2015/705, CELEX: 32023R2783, опубликованный в Официальном журнале Европейского союза, серия L, от 15 декабря 2023 года.

1. В целях настоящего Положения применяются определения, предусмотренные в пункте 1 приложения № 2 к настоящему постановлению.

2. Отбор проб для контроля уровней растительных токсинов в пищевых продуктах осуществляется в соответствии с методами, предусмотренными в приложении № 1.

3. В случае пищевого продукта, который не может быть отнесен к категории пищевых продуктов, для которой в приложении № 1 установлена процедура отбора проб, процедура отбора проб определяется с учетом размера частиц данного пищевого продукта или его сходства с продуктом, который может быть отнесен к одной из категорий пищевых продуктов, указанных в том же приложении.

4. В случае пищевого продукта, который не может быть отнесен ни к одной из категорий пищевых продуктов, перечисленных в приложении № 1, и при наличии доказательств того, что растительный токсин распределен в таком пищевом продукте однородно, применяется процедура отбора проб, предусмотренная Методами отбора проб и анализа для контроля уровней микроэлементов и загрязнителей, образующихся в результате переработки пищевых продуктов, утвержденными Приказом Министерства сельского хозяйства и пищевой промышленности № 75/2024.

5. Подготовка проб и методы анализа, используемые для контроля уровней растительных токсинов в пищевых продуктах, соответствуют критериям, установленным в приложении № 2.

[приложение № 1](#)

[приложение № 2](#)

Приложение № 4

к Постановлению Правительства №346/2025

ПОЛОЖЕНИЕ

об установлении норм проведения официального контроля

в отношении загрязнителей в пищевых продуктах

Настоящее Положение перелагает Делегированный регламент (UE) 2022/931 Комиссии от 23 марта 2022 года, дополняющий Регламент (UE) 2017/625 Европейского парламента и Совета, устанавливающий нормы проведения официального контроля в отношении загрязнителей в пищевых продуктах, CELEX: 32022R0931, опубликованный в Официальном журнале Европейского Союза L 162/7 от 17 июня 2022 года.

1. В целях настоящего Положения используется понятие *загрязнитель*, определенное в Законе № 306/2018 о безопасности пищевых продуктов. Данное определение не распространяется на посторонние вещества, такие как остатки

насекомых, шерсть животных и другие.

2. Компетентный орган:

2.1. проверяет наличие загрязнителей в пищевых продуктах в соответствии с приложением № 1;

2.2. применяет процедуру отбора проб в соответствии с критериями, установленными в приложении № 2.

[приложение № 1](#)

[приложение № 2](#)

Приложение № 5

К Постановлению Праительства №346/2025

Методы анализа, которые должны использоваться лабораторией, и требования к официальному контролю содержания микотоксинов в пищевых продуктах

Настоящие Методы перелагают подпункт 4.3 приложения II к Регламенту (ЕС) № 401/2006 Комиссии от 23 февраля 2006 года, устанавливающему процедуры отбора проб и методы анализа для официального контроля содержания микотоксинов в пищевых продуктах, CELEX: 32006R0401, опубликованному в Официальном журнале Европейского Союза L 070/12 от 09 марта 2006 года, с учетом последнего изменения Регламентом (ЕС) № 519/2014 Комиссии от 16 мая 2014 года.

Глава I

СПЕЦИФИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Раздел 1

Специфические требования к подтверждающим методам

Подраздел 1

Критерии результативности

1. Используются полностью валидированные подтверждающие методы (например, валидированные посредством межлабораторных испытаний для соответствующей матрицы), если такие методы доступны. Другие валидированные и надлежащие подтверждающие методы (например, методы, валидированные внутри лаборатории на соответствующих матрицах, относящихся к рассматриваемой товарной группе) также могут применяться при условии, что они соответствуют критериям

результативности, предусмотренным в таблицах 1-8.

2. По возможности валидация методов, валидированных внутри лаборатории, должна включать аттестованный референтный материал.

Таблица 1

Критерии результативности для афлатоксинов

Критерий	Диапазон концентраций	Рекомендуемое значение	Максимально допустимое значение
Бланковый пробы	Все	Не принимается в расчет	—
Восстановление — Афлатоксин М1	0,01-0,05 мкг/кг	60-120 %	
	> 0,05 мкг/кг	70-110 %	
Восстановление — Афлатоксины В ₁ , В ₂ , G ₁ , G ₂	> 1,0 мкг/кг	50-120 %	
	1-10 мкг/кг	70-110 %	
	> 10 мкг/кг	80-110 %	
Воспроизводимость DSR _R	Все	Выведено из уравнения Горвица ^{1,2}	2 × значение, выведенное из уравнения Горвица ^{1,2}
Повторяемость DSR _r может быть рассчитана путем умножения значения воспроизводимости DSR _R при соответствующей концентрации на 0,66.			
Примечание: Значения, которые применяются как к В ₁ , так и к сумме В ₁ + В ₂ + G ₁ + G ₂ . В случае, если требуется указать сумму отдельных афлатоксинов В ₁ + В ₂ + G ₁ + G ₂ , отклик каждого из них в аналитической системе должен быть известным или эквивалентным.			

Таблица 2

Критерии результативности для охратоксина А

Уровень, мкг/кг	Охратоксин А		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление, %
< 1	≤ 40	≤ 60	50-120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70-110

Таблица 3

Критерии результативности для патулина

Уровень, мкг/кг	Патулин		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление, %
< 20	≤ 30	≤ 40	50-120
20 — 50	≤ 20	≤ 30	70-105
> 50	≤ 15	≤ 25	75-105

Таблица 4

Критерии результативности для дезоксиниваленола

Уровень, мкг/кг	Дезоксиниваленол		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление, %
> 100 — ≤ 500	≤ 20	≤ 40	60-110
> 500	≤ 20	≤ 40	70-120

Таблица 5

Критерии результативности для зеараленона

Уровень, мкг/кг	Зеараленон		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление %

≤ 50	≤ 40	≤ 50	60-120
> 50	≤ 25	≤ 40	70-120

Таблица 6

**Критерии результативности для
фумонизинов В₁ и В₂ по отдельности**

Уровень, мкг/кг	Фумонизины В ₁ и В ₂ по отдельности		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление, %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60-120
> 500	≤ 20	≤ 30	70-110

Таблица 7

**Критерии результативности для
токсина Т-2 и НТ-2 по отдельности**

Уровень, мкг/кг	Токсины Т-2 и НТ-2 по отдельности		
	DSR _r , %	DSR _R , %	Восстановление, %
15-250	≤ 30	≤ 50	60-130
> 250	≤ 25	≤ 40	60-130

Таблица 8

Критерии результативности для цитринина

Уровень, мкг/кг	Цитринин			
	DSR _r , %	DSR _R , % рекомендуемое	DSR _R , % максимально допустимое	Восстановление, %
Все	0,66 × DSR _R	Выведено из уравнения Горвица ^{1,2}	2 × значение, выведенное из уравнения Горвица ^{1,2}	70-120

3. Примечания к критериям результативности для микотоксинов

3.1. Пределы обнаружения используемых методов не указываются, поскольку значения показателей точности приведены для соответствующих концентраций.

3.2. Значения показателей точности рассчитываются по уравнению Горвица, в частности по исходному уравнению Горвица¹ (для концентраций $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) и по модифицированному уравнению Горвица² (для концентраций $C < 1,2 \times 10^{-7}$).

3.2.1. Уравнение Горвица для концентраций $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

$$DSR_R = 2^{(1-0,5\log C)}$$

3.2.2. Модифицированное уравнение Горвица для концентраций $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$DSR_R = 22 \%$$

где:

DSR_R – относительное стандартное отклонение, рассчитанное по результатам, полученным в условиях воспроизводимости $[(sR/) \times 100]$;

C – отношение концентрации (то есть $1 = 100 \text{ г}/100 \text{ г}$, $0,001 = 1000 \text{ мг}/\text{кг}$).

Это уравнение общей точности, которое, как установлено, не зависит от анализируемого продукта и матрицы, а зависит только от концентрации в большинстве методов рутинного анализа.

Подраздел 2

Подход «адекватный цели» (*Fitness-for-purpose*)

4. Для методов, валидированных внутри лаборатории, в качестве альтернативы оценке пригодности для официального контроля может использоваться подход «адекватный цели». Методы, пригодные для официального контроля, должны давать результаты со стандартной неопределенностью измерения (u), меньшей, чем максимальная стандартная неопределенность измерения, рассчитанная по приведенной ниже формуле:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha \times C)^2}$$

где:

U_f – максимальная стандартная неопределенность измерения (мкг/кг);

LOD – предел обнаружения метода (мкг/кг);

α – постоянный числовой коэффициент, который следует использовать в зависимости от значения C . Значения, подлежащие применению, указаны в таблице ниже;

C – целевая концентрация (мкг/кг).

5. В случае если аналитический метод приводит к получению результатов с мерами неопределенности, меньшими, чем максимальная стандартная неопределенность, метод считается столь же пригодным, как и метод, соответствующий критериям результативности, указанным в подразделе 1.

Таблица 9

Числовые значения, соответствующие постоянной

α в формуле, установленной в настоящем пункте,

в зависимости от концентрации, представляющей интерес

C (мкг/кг)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10\,000$	0,1

Специфические требования к полуколичественным методам скрининга

Подраздел 1

Область применения

6. Область применения охватывает биоаналитические методы, основанные на иммунном распознавании или связывании с рецепторами (ELISA, тест-полоски, устройства бокового потока, иммуносенсоры), и физико-химические методы, основанные на хроматографии или на прямом обнаружении с помощью масс-спектрометрии (например, МС в окружающей среде). Другие методы (например, тонкослойная хроматография) не исключаются при условии, что генерируемые сигналы напрямую связаны с микотоксинами, представляющими интерес, и позволяют применять описанный ниже принцип.

7. Специфические требования применяются к методам, результат измерения которых представляет собой числовое значение, например относительный отклик от считывателя тест-полосок, сигнал от ЖХ (жидкостной хроматографии) или от МС (масс-спектрометрии) и т.п., к которым применяются стандартные статистические методы.

8. Требования не применяются к методам, которые не дают числовых значений (например, дают только линию, которая присутствует или отсутствует) и которые требуют иных подходов к валидации. Специфические требования для этих методов приведены в подпункте 1.3.

9. Настоящий документ описывает процедуры валидации методов скрининга с помощью межлабораторной валидации, проверки результативности метода, валидированного посредством межлабораторного испытания, и валидации метода скрининга одной лабораторией.

Подраздел 2

Терминология

Целевая скрининговая концентрация (STC) — концентрация, представляющая интерес для выявления микотоксинов в пробе. В случае если целью является проверка соблюдения установленных предельных уровней, STC равна максимально допустимому уровню. В иных случаях или если предельный уровень не установлен, STC определяется лабораторией заранее.

Метод скрининга — метод, используемый для отбора проб, уровни микотоксинов в которых превышают целевую скрининговую концентрацию (STC) с определенной степенью достоверности. В целях скрининга на микотоксины считается приемлемой достоверность 95 %. Результат анализа при скрининге бывает либо «отрицательным», либо «подозрительным». Методы скрининга обеспечивают высокую пропускную способность анализа проб при экономичной стоимости, что повышает вероятность

выявления новых случаев с высоким уровнем воздействия и значительными рисками для здоровья потребителей. Эти методы основаны на биоаналитических методах, жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией (ЖХ-МС) или высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Результаты проб, превышающих предельное значение, должны проверяться путем полного повторного анализа исходной пробы с использованием подтверждающего метода.

Отрицательная проба — содержание микотоксинов в пробе $< STC$ с вероятностью 95 % (то есть вероятность того, что проба будет ошибочно признана отрицательной, составляет 5 %).

Ложноотрицательная проба — содержание микотоксинов в пробе $> STC$, но проба была признана отрицательной.

Подозрительная проба (положительная при скрининге) — проба, превышающая предельное значение и содержание микотоксина в которой может быть выше уровня STC . Любой подозрительный результат инициирует проведение подтверждающего анализа для однозначной идентификации и количественного определения микотоксина.

Ложноподозрительная проба — отрицательная проба, которая была признана подозрительной.

Подтверждающие методы — методы, которые предоставляют полную или дополнительную информацию, позволяющую однозначно идентифицировать и количественно определить микотоксин на уровне, представляющем интерес.

Предельное значение — отклик, сигнал или концентрация, полученные методом скрининга, выше которых проба считается «подозрительной». Предельное значение устанавливается в ходе валидации и учитывает изменчивость измерений.

Отрицательный контрольный образец (контрольная матрица) — образец, про который известно, что он не содержит микотоксин, являющийся объектом скрининга, например в результате предыдущего определения с использованием подтверждающего метода с достаточной чувствительностью. В случае если контрольные образцы получить невозможно, может использоваться материал с наименьшим возможным уровнем содержания при условии, что это содержание позволяет сделать вывод о пригодности метода скрининга для поставленной цели.

Пробы считаются не содержащими аналита, если количество, присутствующее в пробе, не превышает $1/5$ от STC . В случае если содержание может быть количественно определено подтверждающим методом, оно должно учитываться при проведении оценки валидации.

Положительный контрольный образец — образец, содержащий микотоксин в целевой скрининговой концентрации, например аттестованный референтный материал, материал с известным содержанием (например, тестовый материал, полученный из квалификационных тестов), либо материал, который был достаточно охарактеризован методом подтверждающего анализа. При отсутствии любого из

вышеуказанных вариантов может быть использована смесь образцов с различными уровнями загрязнения или обогащенный образец, приготовленный в лаборатории и достаточно охарактеризованный, при условии, что уровень загрязнения был проверен.

Подраздел 3

Процедура валидации

10. Цель валидации заключается в демонстрации пригодности метода скрининга. Это осуществляется путем определения предельного значения и процента ложноотрицательных и ложноподозрительных проб. Характеристики производительности, такие как чувствительность, селективность и точность, являются неотъемлемыми для этих двух параметров.

10.1. Методы скрининга могут быть валидированы посредством межлабораторной валидации или валидации в одной лаборатории. В случае межлабораторной валидации, если уже имеются данные для конкретной комбинации микотоксин/матрица/STC, достаточно провести проверку характеристик метода в лаборатории, применяющей данный метод.

10.2. Первичная валидация посредством валидации в одной лаборатории:

10.3. Микотоксины:

Валидация проводится отдельно для каждого рассматриваемого микотоксина. В случае биоаналитических методов, которые дают суммарный отклик для определенной группы микотоксинов (например, афлатоксины B₁, B₂, G₁ и G₂; фумонизины B₁ и B₂), должна быть продемонстрирована применимость, а пределы испытания должны быть указаны в области применения метода. Нежелательная перекрестная реактивность (например, DON-3-гликозид, 3- или 15-ацетил-DON для методов иммунораспознавания DON) не рассматривается как фактор, увеличивающий процент ложноотрицательных проб для данного микотоксина, но может увеличить процент ложноподозрительных проб. Это нежелательное увеличение будет нивелировано с помощью подтверждающего анализа для однозначной идентификации и количественного определения микотоксинов.

10.4. Матрица:

Первичная валидация должна проводиться для каждого товара или, если известно, что данный метод применим к нескольким товарам, — для каждой группы товаров. В последнем случае из группы выбирается представительский и релевантный товар в соответствии с таблицей 10.

10.5. Наборы проб:

Минимальное количество различных проб, необходимых для валидации, составляет 20 однородных отрицательных контрольных проб и 20 однородных положительных контрольных проб, содержащих микотоксин на уровне STC, проанализированных в условиях, гарантирующих промежуточную точность (DSR_{Ri}) в

течение пяти дней. Дополнительно, по желанию, к набору для валидации могут быть добавлены дополнительные наборы из 20 проб, содержащих микотоксин на других уровнях, чтобы можно было прогнозировать, в какой степени метод способен различать различные концентрации микотоксина.

10.6. Концентрация:

Для того чтобы каждая целевая скрининговая концентрация (STC) могла использоваться в ходе рутинного применения, необходимо провести валидацию.

11. Первоначальная валидация посредством межлабораторных испытаний. Валидация посредством межлабораторных испытаний проводится в соответствии с признанным на международном уровне протоколом, касающимся межлабораторных испытаний (например, SM ISO 5725-1:2023 «Точность (правильность и прецизионность) методов измерений и результатов измерений. Часть 1: Общие принципы и определения» или Международный гармонизированный протокол IUPAC), который предусматривает включение достоверных данных как минимум от восьми различных лабораторий. Кроме того, единственным отличием от валидаций, проводимых одной лабораторией, является то, что более 20 проб для каждой продукции/содержания могут быть распределены поровну между участвующими лабораториями, при этом минимальное количество проб для одной лаборатории составляет две.

Подраздел 4

Установление предельного значения и процента

ложноподозрительных результатов по

контрольным пробам

12. Относительные отрицательные отклики по отрицательным и положительным контрольным пробам являются основой для расчета установленных параметров.

13. В случае методов скрининга с откликом, пропорциональным концентрации микотоксина, применяется формула:

$$\text{Предельное значение} = R_{STC} - \text{значение } t_{0,05} * SD_{STC}$$

где,

R_{STC} – отклик положительных контрольных образцов (при STC);

значение t – одностороннее значение t для процента ложноотрицательных результатов 5 %, в соответствии с таблицей 11;

SD_{STC} – стандартное отклонение;

14. В случае методов скрининга с откликом, обратно пропорциональным концентрации микотоксина, предельное значение устанавливается как:

$$\text{Предельное значение} = R_{STC} + \text{значение } t_{0,05} * SD_{STC}$$

Путем использования этого специфического значения t для установления предельного значения процент ложноотрицательных результатов устанавливается на уровне по умолчанию 5 %.

15. Оценка характера пригодности осуществляется на основании результатов, полученных из отрицательных контрольных образцов, которые используются для оценки соответствующего процента ложноподозрительных результатов. Рассчитанное значение t соответствует случаю, когда результат отрицательного контрольного образца превышает предельное значение и, таким образом, ошибочно классифицируется как подозрительный.

15.1. В случае методов скрининга с откликом, пропорциональным концентрации микотоксина:

$$\text{значение } t = (\text{предельное значение} - \text{medie}_{\text{martor (среднее контрольное значение)}}) / SD_{\text{martor (стандартное отклонение контрольного значения)}}$$

или

в случае методов скрининга с откликом, обратно пропорциональным концентрации микотоксина:

$$\text{значение } t = (\text{medie}_{\text{martor (среднее контрольное значение)}} - \text{предельное значение}) / SD_{\text{martor (стандартное отклонение контрольного значения)}}$$

15.2. Исходя из полученного значения t , на основе степеней свободы, рассчитанных в зависимости от числа экспериментов, вероятность ложноподозрительных проб при одностороннем распределении может быть рассчитана (например, с помощью функции «TDIST» в электронной таблице) либо взята из таблицы распределения t .

15.3. Соответствующее значение для одностороннего t -распределения указывает фактическую долю ложноподозрительных результатов. Этот концепт подробно описан с примером в публикации «Analytical and Bioanalytical Chemistry», DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

Подраздел 5

Расширение области применения метода

16. Расширение области применения на другие микотоксины осуществляется в случае добавления новых микотоксинов в область применения метода скрининга; при этом требуется полная валидация для подтверждения пригодности метода.

17. Расширение на другие товары применяется в случае, когда известно или предполагается, что метод скрининга применим к другим товарам; при этом его

пригодность должна быть проверена для этих товаров. Для товара, входящего в одну из групп товаров, указанных в таблице 10, для которой уже проведена первоначальная валидация, достаточно проведения ограниченной дополнительной валидации. Для этого анализируется минимальное количество — 10 однородных отрицательных контрольных проб и 10 однородных положительных контрольных проб (на уровне STC) — в условиях, обеспечивающих промежуточную точность. Все положительные контрольные пробы должны иметь значения выше предельного значения. Если этот критерий не выполнен, требуется полная валидация.

Подраздел 6

Проверка методов, уже прошедших валидацию посредством межлабораторных исследований

18. Для методов скрининга, которые уже прошли валидацию посредством межлабораторного исследования, должна быть проверена их эффективность. В этом случае анализируется не менее 6 отрицательных контрольных проб и 6 положительных контрольных проб (на уровне STC).

19. Все положительные контрольные пробы должны быть выше предельного значения. Если этот критерий не выполняется, лаборатория должна провести анализ первопричин, чтобы выявить причины, по которым она не может соответствовать спецификациям, установленным по результатам межлабораторных исследований. Только после принятия необходимых корректирующих мер лаборатория проверяет эффективность метода в своих условиях.

20. В случае, если лаборатория не имеет возможности проверить результаты межлабораторного исследования, она должна установить собственное предельное значение посредством полной валидации в одной лаборатории.

Подраздел 7

Непрерывная проверка метода/непрерывная валидация метода

21. После первоначальной валидации дополнительные данные валидации получают путем включения не менее двух положительных контрольных проб в каждую партию проб, подвергаемую скринингу.

22. Одна положительная контрольная проба — это известная проба (например, использованная при первоначальной валидации), а другая — из другого товара того же товарного класса (если анализируется только один товар, используется другая проба из того же товара).

23. Включение отрицательной контрольной пробы является необязательным.

24. Результаты, полученные для двух положительных контрольных проб,

добавляются к имеющимся данным валидации.

25. По крайней мере один раз в год предельное значение пересматривается, а пригодность метода переоценивается. Непрерывная проверка метода служит нескольким целям:

25.1. контроль качества для партии проб, подвергнутых скринингу;

25.2. предоставление информации о надежности метода в условиях лаборатории, применяющей метод;

25.3. обоснование применимости метода к различным товарам;

25.4. позволение корректировки предельных значений в случае постепенных отклонений с течением времени.

Подраздел 8

Отчет о валидации

26. Отчет о валидации должен содержать:

26.1. заявление относительно STC;

26.2. заявление относительно полученного предельного значения.

26.3. заявление относительно рассчитанной доли ложноподозрительных проб;

26.4. заявление о том, каким образом была получена доля ложноподозрительных проб.

27. Предельное значение должно иметь то же количество значащих цифр, что и целевая скрининговая концентрация (STC). Числовые значения, используемые для расчета предельного значения, должны содержать как минимум на одну значащую цифру больше по сравнению с STC.

28. Заявление о рассчитанном проценте ложноподозрительных проб указывает, является ли метод пригодным, поскольку оно отражает количество контрольных проб (или проб с низким уровнем загрязнения), которые будут направлены на подтверждающий анализ.

Таблица 10

Группы товаров для валидации методов скрининга

Группы товаров	Категории товаров	Типичные репрезентативные товары, включенные в категорию
Высокое содержание воды	Фруктовый сок	Яблочный сок, виноградный сок
	Алкобольные напитки	Вино, пиво, сидр
	Корнеплоды и клубнеплоды	Свежий имбирь
	Злаки или фруктовые пюре	Пюре, предназначенные для младенцев и детей раннего возраста

Высокое содержание масла	Орехи	Грецкие орехи, фундук, каштаны
	Масличные семена и продукты из них	Семена рапса, подсолнечника, хлопчатника, сои, арахис, кунжут и др.
	Масличные плоды и продукты из них	Масла и пасты (например, арахисовое масло, тахини)
Высокое содержание крахмала и/или белка и низкое содержание воды и жиров	Зерновые семена и продукты из них	Пшеница, рожь, ячмень, кукуруза, рис, овес. Цельнозерновой хлеб, белый хлеб, соленое печенье, сухие завтраки, макаронные изделия
	Диетические продукты	Сухой порошок для приготовления пищевых продуктов для младенцев и детей раннего возраста
Высокое содержание кислот и высокое содержание воды ¹	Цитрусовые продукты	-
«Сложные или уникальные товары» ²	-	Какао-бобы и продукты из них, копра и продукты из нее, кофе, чай Специи, солодка
Содержание сахара — высокое, содержание воды — низкое	Сухофрукты	Инжир, изюм, коринка, султана
Молоко и молочные продукты	Молоко	Коровье, козье и буйволиное молоко
	Сыр	Коровий и козий сыр
	Молочные продукты (например, сухое молоко)	Йогурт, сливки
¹ В случае, если для стабилизации изменений pH на этапе экстракции используется буферный раствор, эта группа товаров может быть объединена в одну группу товаров — «высокое содержание воды».		
² «Сложные или уникальные товары» должны проходить полную валидацию в случае, если они анализируются часто. Если они анализируются только изредка, валидация может быть сведена к проверке уровней отчетности с использованием обогащенных контрольных экстрактов.		

Таблица 11

Одностороннее значение t для доли ложноотрицательных проб 5 %

Степени свободы	Количество реплик	Значение 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

Раздел 3

Требования к качественным методам скрининга

(методам, которые не дают числовых значений)

29. Разработка руководств по валидации для бинарных методов тестирования является предметом деятельности различных организаций по стандартизации (АОАС, ISO).

30. Методы, которые дают бинарные результаты (например, визуальный осмотр тестов с тест-полосками), должны быть валидированы в соответствии с руководством по валидации для бинарных методов тестирования, разработанным АОАС.