

**ΔΙΑΠΙΣΤΕΥΣΗ ΕΠΙΣΗΜΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΩΝ ΕΛΕΓΧΟΥ ΣΥΜΦΩΝΑ ΜΕ ΤΙΣ
ΝΟΜΟΘΕΤΙΚΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΤΗΣ Ε.Ε. ΣΤΟΝ ΤΟΜΕΑ ΤΩΝ ΤΡΟΦΙΜΩΝ ΚΑΙ
ΔΙΑΠΙΣΤΕΥΣΗ ΙΔΙΩΤΙΚΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΩΝ- ΜΙΑ ΠΡΟΚΛΗΣΗ**

ΕΛΕΝΗ ΙΩΑΝΝΟΥ-ΚΑΚΟΥΡΗ, ΠΟΠΗ ΖΙΓΚΛΕΡ

**Γενικό Χημείο του Κράτους, Κίμωνος 44, 1451 Λευκωσία, Κύπρος
e-mail: ekakouri@sgl.moh.gov.cy**

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στην παρούσα εργασία παρουσιάζονται οι νομοθετικές απαιτήσεις και τα κριτήρια απόδοσης που απαιτείται να πληρούν οι εφαρμοζόμενοι μέθοδοι ανάλυσης στον τομέα των τροφίμων και επιβάλλονται από την νομοθεσία της Ε.Ε. για τα επίσημα εργαστήρια ελέγχου. Γίνεται αναφορά στις γενικές και ειδικές απαιτήσεις σε ορισμένους τομείς της χημικής ασφάλειας τροφίμων (ρυπαντές, υπολείμματα φυτοφαρμάκων κ. α.) και συγκρίνονται αυτά με τις απαιτήσεις του προτύπου διαπίστευσης EN ISO IEC 17025:2005. Πιο συγκεκριμένα η διαπίστευση των επίσημων εργαστηρίων ελέγχου στον τομέα των τροφίμων σύμφωνα με το EN ISO IEC 17025:2005, επιβάλλεται από τον Κανονισμό (ΕΚ) Αρ. 882/2004 (Άρθρο 12). Επιπλέον οι εφαρμοζόμενοι μέθοδοι ανάλυσης πρέπει πληρούν τα κριτήρια που προδιαγράφονται στο άρθρο 11 και στο Παράρτημα ΙΙΙ του Κανονισμού (ΕΚ) 882/2004 και άλλα πιο εξειδικευμένα κριτήρια σε ειδικούς τομείς ασφάλειας τροφίμων. Τέλος γίνεται αναφορά στην ανάγκη που παρουσιάζεται μερικές φορές για αγορά υπηρεσιών του κρατικού τομέα για επίσημους ελέγχους από ιδιωτικά «διαπιστευμένα» εργαστήρια, στα προβλήματα που αντιμετωπίζονται και στην ανάγκη αξιολόγησης τους από τους φορείς διαπίστευσης σύμφωνα με τις νομοθετικές απαιτήσεις της νομοθεσίας της Ε.Ε. για τα επίσημα εργαστήρια ελέγχου τροφίμων ή και άλλων τομέων.

**ACCREDITATION OF OFFICIAL CONTROL LABORATORIES ACCORDING TO THE
REGULATORY REQUIREMENTS OF E.U. IN THE FOOD SECTOR AND
ACCREDITATION OF PRIVATE SECTOR LABORATORIES- A CHALLENGE**

ELENI IOANNOU-KAKOURI, POPI ZIEGLER

**State General Laboratory, 44 Kimonos street, 1451 Nicosia, Cyprus
e-mail: ekakouri@sgl.moh.gov.cy**

ABSTRACT

The regulatory requirements and the performance criteria to which the applied methods in the food sector have to comply, according to the E.U. legislation for official control laboratories, are presented. A detailed reference is done for the general and specific requirements for some sectors of food safety and these are compared to the requirements of the accreditation standard EN ISO IEC 17025:2005. More specifically the accreditation of official control laboratories according to the standard EN ISO IEC 17025:2005 is obligatory by the Regulation (EC) No. 882/2004 (article 12).

Furthermore the applied methods of analysis must comply with the criteria prescribed in article 11 and in the Appendix III of the Regulation (EC) No. 882/2004 and to more specific criteria for specific sectors of food safety (contaminants, pesticides residues etc). Finally a reference is done to the need of purchasing services from “accredited” laboratories of the private sector to perform official food controls, to the problems observed and the need to be assessed by the Accreditation Bodies according to the requested scope of accreditation and accreditation criteria of the above mentioned regulatory requirements of the E.U. legislation.

1.Εισαγωγή

Η διαπίστευση των επισήμων εργαστηρίων ελέγχου στον τομέα των τροφίμων σύμφωνα με το EN ISO IEC 17025:2005, επιβάλλεται από την βασική νομοθεσία της Ε.Ε. για τον έλεγχο των τροφίμων και ζωοτροφών, τον Κανονισμό (ΕΚ) Αρ. 882/2004 (Άρθρο 12). Επιπλέον οι εφαρμοζόμενοι μέθοδοι ανάλυσης πρέπει πληρούν τα κριτήρια που προδιαγράφονται στο άρθρο 11 και στο Παράρτημα III του Κανονισμού (ΕΚ) 882/2004 ή και άλλα πιο εξειδικευμένα κριτήρια σε ειδικούς τομείς ασφάλειας τροφίμων. Πιο κάτω θα γίνει αναλυτική αναφορά στις γενικές απαιτήσεις του πιο πάνω άρθρου 11 και στις ειδικές νομοθετικές απαιτήσεις όπου υπάρχουν για ορισμένους τομείς της χημικής ασφάλειας τροφίμων (ρυπαντές, υπολείμματα φυτοφαρμάκων και κτηνιατρικών φαρμάκων) που συνήθως είναι πιο αυστηρές ή και πιο λεπτομερειακές από τις απαιτήσεις του προτύπου EN ISO IEC 17025:2005.

Έτσι τα επίσημα εργαστήρια ελέγχου τροφίμων και νερών, τα οποία είναι συνήθως κρατικά, αξιολογούνται από τους φορείς διαπίστευσης πέραν του πιο πάνω προτύπου και βάσει των πιο πάνω νομοθετικών απαιτήσεων στο τομέα των τροφίμων. Επιπλέον τα διαπιστευμένα εργαστήρια του ιδιωτικού τομέα στα οποία ανατίθεται μερικές φορές να εκτελέσουν αναλύσεις για σκοπούς επίσημου ελέγχου, πρέπει να αξιολογούνται βάσει αυτών των νομοθετικών απαιτήσεων.

2. Γενικές και ειδικές νομοθετικές απαιτήσεις του τομέα των τροφίμων

2.1 Γενικές νομοθετικές απαιτήσεις

Στο Άρθρο 11 του Κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004, περιγράφονται οι νομοθετικές απαιτήσεις και τα κριτήρια που πρέπει να πληρούν οι μέθοδοι ανάλυσης και δειγματοληψίας που πρέπει εφαρμόζονται στον επίσημο έλεγχο των τροφίμων. Συγκεκριμένα καθορίζονται τα εξής:

1. Οι μέθοδοι δειγματοληψίας και ανάλυσης που χρησιμοποιούνται στο πλαίσιο επισήμων ελέγχων πρέπει να είναι σύμφωνες με τους κοινοτικούς κανόνες, ή α) ελλείψει αυτών, με διεθνώς αναγνωρισμένους κανόνες ή πρωτόκολλα, ιδίως δε με εκείνους που έχει αποδεχθεί η Ευρωπαϊκή Επιτροπή Τυποποίησης (CEN), ή με εκείνους που περιέχονται στην εθνική νομοθεσία, ή β) ελλείψει αυτών, με άλλες μεθόδους που είναι κατάλληλες για τον επιδιωκόμενο σκοπό (*fit for purpose*) ή που έχουν αναπτυχθεί σύμφωνα με επιστημονικά πρωτόκολλα.
2. Όταν δεν εφαρμόζεται η παράγραφος 1, η επικύρωση των μεθόδων ανάλυσης μπορεί να γίνεται από ένα και μόνον εργαστήριο σύμφωνα με διεθνώς αποδεκτό πρωτόκολλο.
3. Εφόσον είναι δυνατόν, οι μέθοδοι ανάλυσης χαρακτηρίζονται με τα κατάλληλα κριτήρια που ορίζονται στο Παράρτημα III του Κανονισμού (ΕΚ) αριθ.882/2004, δηλαδή:
 - α) ορθότητα
 - β) ευκολία εφαρμογής (μήτρα και φάσμα συγκέντρωσης)
 - γ) όριο ανίχνευσης

- δ) όριο προσδιορισμού
- ε) ακρίβεια (precision)
- στ) επαναληψιμότητα
- ζ) αναπαραγωγιμότητα
- η) ανάκτηση
- θ) επιλεκτικότητα
- ι) ευαισθησία
- ια) γραμμικότητα
- ιβ) αβεβαιότητα των μετρήσεων
- ιγ) άλλα κριτήρια που μπορούν να επιλέγονται ανάλογα με τις ανάγκες.

Οι τιμές ακρίβειας (precision) που αναφέρονται πιο πάνω, λαμβάνονται από διεργαστηριακή δοκιμή, η οποία έχει διεξαχθεί σύμφωνα με διεθνώς αναγνωρισμένο πρωτόκολλο για τις δοκιμές αυτού του είδους (π.χ. ISO 5725:1994 ή το διεθνές εναρμονισμένο πρωτόκολλο της Διεθνούς Ένωσης Θεωρητικής και Εφαρμοσμένης Χημείας (IUPAC International Harmonised Protocol)² ή στην περίπτωση που έχουν καθοριστεί κριτήρια επιδόσεων για αναλυτικές μεθόδους, βασίζεται σε δοκιμές συμμόρφωσης προς τα κριτήρια αυτά.

Οι τιμές επαναληψιμότητας και αναπαραγωγιμότητας εκφράζονται σε διεθνώς αναγνωρισμένη μορφή (π.χ. ως διαστήματα εμπιστοσύνης 95%, όπως ορίζονται στο πρότυπο ISO 5725:1994 ή το πιο πάνω πρωτόκολλο IUPAC). Τα αποτελέσματα της διεργαστηριακής δοκιμής πρέπει να δημοσιεύονται.

4. Οι μέθοδοι ανάλυσης που μπορούν να εφαρμοστούν ομοιόμορφα σε διάφορες ομάδες προϊόντων πρέπει να προτιμώνται από τις μεθόδους που μπορούν να εφαρμοστούν μόνο σε συγκεκριμένα προϊόντα
5. Σε περιπτώσεις κατά τις οποίες οι μέθοδοι ανάλυσης μπορούν να επικυρωθούν σε ένα μόνον εργαστήριο, πρέπει να επικυρώνονται σύμφωνα με π.χ. τις εναρμονισμένες κατευθυντήριες γραμμές της διεθνούς ένωσης θεωρητικής και εφαρμοσμένης χημείας (IUPAC Harmonised Guidelines)³ ή στην περίπτωση που έχουν καθοριστεί κριτήρια επιδόσεων για αναλυτικές μεθόδους, να βασίζονται σε δοκιμές συμμόρφωσης προς τα κριτήρια αυτά.

2.1 Ειδικές νομοθετικές απαιτήσεις

Πιο πάνω αναφέρθηκε ότι ορίζονται και πιο εξειδικευμένα κριτήρια μεθόδων ανάλυσης τα οποία επιβάλλονται από ειδικούς Κανονισμούς και Νομοθετικές Απαιτήσεις (N.A. Regulatory Requirements, RR) της Ε.Ε. ή από Εθνικές Νομοθεσίες για να εφαρμόζονται από τα εργαστήρια που ορίζονται ή εξουσιοδοτούνται να εκτελούν επισήμους ελέγχους στα Κράτη Μέλη π.χ.

2.1.1 Ειδικές νομοθετικές απαιτήσεις για ρυπαντές τροφίμων

Στο τομέα των ρυπαντών τροφίμων προδιαγράφονται από τους εξής ειδικούς Κανονισμούς:

1. Κανονισμός (ΕΚ) αρ. 401/2006 για τις μεθόδους ανάλυσης και δειγματοληψίας για τον επίσημο έλεγχο των μυκοτοξινών σε τρόφιμα. Συγκεκριμένα στο Παράρτημα II καθορίζονται οι απαιτήσεις για την προετοιμασία του δείγματος και για τις μεθόδους ανάλυσης τους.
2. Κανονισμός (ΕΚ) αρ. 333/2007 για τα βαρέα μέταλλα Pd, Cd, Hg, Sn, και για 3-MCPD, Βενζο (α) πυρένιο σε τρόφιμα Συγκεκριμένα στο μέρος Γ του Παραρτήματος καθορίζονται οι απαιτήσεις για την προετοιμασία του δείγματος και για τις μεθόδους ανάλυσης τους.

3. Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1882/2006 για τις μεθόδους ανάλυσης και δειγματοληψίας για τον επίσημο έλεγχο νιτρικών σε ορισμένα τρόφιμα. Συγκεκριμένα στο μέρος Γ και Δ του Παραρτήματος καθορίζονται οι απαιτήσεις για την προετοιμασία του δείγματος και για τις μεθόδους ανάλυσης αντίστοιχα που πρέπει να εφαρμόζονται κατά τον επίσημο έλεγχο των νιτρικών.
4. Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1883/2006 για τις μεθόδους ανάλυσης και δειγματοληψίας για τον επίσημο έλεγχο επιπέδων των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs σε ορισμένα τρόφιμα

Τα πιο πάνω κριτήρια μεθόδων που απορρέουν από νομοθετικές απαιτήσεις (ΝΑ) είναι κατάλληλα για επίσημο έλεγχο των πιο πάνω ρυπαντών στα τρόφιμα και αναφέρονται στον σχετικό Κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 που καθορίζει τα μέγιστα επιτρεπόμενα όρια των ρυπαντών αυτών.

2.1.1.1 Ειδικές νομοθετικές απαιτήσεις για μυκοτοξίνες

Πιο συγκεκριμένα στο πεδίο των μυκοτοξινών στο Παράρτημα ΙΙ καθορίζονται τα εξής κριτήρια για:

1. Τη προετοιμασία του δείγματος, δεδομένου ότι οι μυκοτοξίνες είναι γενικά ανομοιογενώς κατανομημένες, τα δείγματα πρέπει να προετοιμάζονται και ιδιαίτερα να ομογενοποιούνται με ιδιαίτερη επιμέλεια ώστε να επιτυγχάνεται πλήρης ομογενοποίηση.
2. Ιδιαίτερα κατά την ανάλυση των αφλατοξινών, πρέπει να αποφεύγεται το φως της ημέρας, δεδομένου ότι οι αφλατοξίνες αποσυντίθενται προοδευτικά από την υπεριώδη ακτινοβολία.
3. Τον υπολογισμό της αναλογίας κελύφους/πυρήνα στους ολόκληρους καρπούς με κέλυφος.
4. Από το ομογενοποιημένο υλικό λαμβάνονται πανομοιότυπα δείγματα για σκοπούς εφαρμογής εκτελεστικών μέτρων, εμπορίου (υπεράσπισης) και διαιτησίας (διαιτητή), υπό τον όρο ότι η διαδικασία αυτή δεν αντιβαίνει στους κανόνες που ισχύουν στο κράτος μέλος.
5. Τις μεθόδους ανάλυσης, που χρησιμοποιούνται από το εργαστήριο.

Τα εργαστήρια μπορούν να εφαρμόσουν τη μέθοδο της επιλογής τους υπό τον όρο ότι τηρούνται τα ακόλουθα κριτήρια:

Πίνακας 2. Κριτήρια απόδοσης για τις αφλατοξίνες

Κριτήριο	Συγκέντρωση	Συνιστώμενη τιμή	Μέγιστη επιτρεπόμενη τιμή
Λευκά	Όλες οι συγκεντρώσεις	Αμελητέα	-----
Ανάκτηση* αφλατοξίνης M1	0,01-0,05 µg/kg	60 to 120 %	-----
	> 0,05 µg/kg	70 to 110 %	-----
Ανάκτηση* αφλατοξίνης B1, B2, G1, G2	< 1,0 µg/kg	50 to 120 %	-----
	1-10 µg/kg	70 to 110 %	-----

	> 10 µg/kg	80 to 110 %	-----
Πιστότητα ⁺ RSD _R	Όλες οι συγκεντρώσεις	όπως παράγεται από την εξίσωση Horwitz+	2 x παράγωγη τιμή της εξίσωσης του Horwitz+

+ $RSD_R = 2^{(1-0,5\log C)}$ όπου:

RSD_R είναι η σχετική τυπική απόκλιση, η οποία υπολογίζεται με βάση τα αποτελέσματα που παράγονται υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας [$(S_R/x) \times 100$]

C είναι το ποσοστό συγκέντρωσης (ήτοι $1 = 100\text{g}/100\text{g}$, $0,001 = 1\ 000\ \text{mg}/\text{kg}$).

+ Η πιστότητα RSD_R μπορεί να υπολογιστεί με πολλαπλασιασμό της τιμής πιστότητας RSD_R επί 0,66 στην εκάστοτε συγκέντρωση που παρουσιάζει ενδιαφέρον.

*Οι τιμές ισχύουν τόσο για την αφλατοξίνη B1 όσο και για το άθροισμα B1 + B2 + G1 + G2.

Αν πρέπει να καταγραφούν τα αθροίσματα των μεμονωμένων αφλατοξινών B1 + B2 + G1 + G2 το ποσοστό ανάκτησης καθεμιάς από αυτές μέσω της μεθόδου ανάλυσης πρέπει να είναι είτε γνωστό είτε ισοδύναμο.

Δεν αναφέρονται τα όρια ανίχνευσης LOD των χρησιμοποιούμενων μεθόδων, δεδομένου ότι οι τιμές που αφορούν την πιστότητα παρέχονται μόνο για τις συγκεντρώσεις που παρουσιάζουν ενδιαφέρον.

Ανάλογα κριτήρια απόδοσης εφαρμόζονται και για τις άλλες μυκοτοξίνες όπως ωχρατοξίνη A, πατουλίνη, δεσοξυνιβαλενόνη, ζεαραλενόνη, φουμονισίνες και τοξίνες T-2 και HT-2, για την περιοχή συγκεντρώσεων από <1 έως >500 µg/kg.

2.1.1.3 Ειδικές απαιτήσεις στο τομέα των βαρέων μετάλλων Pd, Cd, Hg, Sn, της 3-MCPD, του Βενζο (α) πυρένιο των νιτρικών σε τρόφιμα

Απαιτήσεις αναλόγου φιλοσοφίας με τις μυκοτοξίνες εφαρμόζονται για τους πιο πάνω ρυπαντές όπως περιγράφονται στους Κανονισμούς της παραγράφου 2.1.1 πιο πάνω.

2.1.1.2. Προσέγγιση της «καταλληλότητας για τη σκοπούμενη χρήση»

Σε περίπτωση που υπάρχει περιορισμένος αριθμός πλήρως επικυρωμένων μεθόδων ανάλυσης, όπως συμβαίνει στη περίπτωση π.χ. των τοξινών T-2 και HT-2, ή των βαρέων μετάλλων Pd, Cd, Hg, Sn, και για 3-MCPD, Βενζο (α) πυρένιο σε τρόφιμα, μπορεί να χρησιμοποιηθεί εναλλακτικά μια προσέγγιση «καταλληλότητας για τη σκοπούμενη χρήση», η οποία να καθορίζει μία μόνο παράμετρο, μια συνάρτηση καταλληλότητας, για την αξιολόγηση του βαθμού αποδοχής των μεθόδων ανάλυσης. Η συνάρτηση καταλληλότητας είναι μια συνάρτηση αβεβαιότητας η οποία προσδιορίζει τα μέγιστα επίπεδα αβεβαιότητας από την άποψη της καταλληλότητας για τη σκοπούμενη χρήση. Το εργαστήριο μπορεί να χρησιμοποιήσει μια μέθοδο η οποία θα παράγει αποτελέσματα στο πλαίσιο της μέγιστης τυπικής αβεβαιότητας.

Η μέγιστη τυπική αβεβαιότητα μπορεί να υπολογιστεί χρησιμοποιώντας τον ακόλουθο τύπο:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (a \times C)^2}$$

όπου:

— Uf είναι η μέγιστη τυπική αβεβαιότητα (µg/kg).

- LOD είναι το όριο ανίχνευσης της μεθόδου (μg/kg).
- α είναι μια σταθερά, που πρέπει να χρησιμοποιείται ανάλογα με την τιμή της C. Οι τιμές του α που πρέπει να χρησιμοποιούνται παρατίθενται στον Πίνακα 2.
- C είναι η συγκέντρωση ενδιαφέροντος (μg/kg).

Εάν μια αναλυτική μέθοδος παρέχει αποτελέσματα με μετρήσεις αβεβαιότητας μικρότερες από τη μέγιστη τυπική αβεβαιότητα, η μέθοδος θεωρείται ισοδύναμη με εκείνη που ανταποκρίνεται στα κριτήρια απόδοσης του Πίνακα 2 ή των αντίστοιχων κριτηρίων απόδοσης των πιο πάνω ρυπαντών.

Πίνακας 2: Αριθμητικές τιμές που πρέπει να χρησιμοποιούνται για το α ως σταθερά στον τύπο που παρατίθεται σε αυτό το σημείο, ανάλογα με τη συγκέντρωση ενδιαφέροντος

C (μg/kg)	α
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1000	0,15
1001 – 10000	0,12
> 10000	0,1

2.1.1.3 Εκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης, υπολογισμός του ποσοστού ανάκτησης και καταγραφή των αποτελεσμάτων⁴

Το αναλυτικό αποτέλεσμα καταγράφεται σε μορφή διορθωμένη ή μη προς ανάκτηση. Ο τρόπος καταγραφής και το ποσοστό ανάκτησης πρέπει να ανακοινώνονται. Το αναλυτικό αποτέλεσμα με μορφή διορθωμένη προς ανάκτηση χρησιμοποιείται για τον έλεγχο της συμμόρφωσης. Τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρονται ως $x \pm U$ όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U η διευρυμένη αβεβαιότητα της μέτρησης για συντελεστή κάλυψης 2 και επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %.

Για τρόφιμα ζωικής προέλευσης, η εκτίμηση της αβεβαιότητας των μετρήσεων μπορεί επίσης να γίνει μέσω του καθορισμού του ορίου απόφασης (CCα) σύμφωνα με την Απόφαση 2002/657/EK της Επιτροπής⁵ (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος – περίπτωση ουσιών με καθορισμένο επιτρεπόμενο όριο).

Τα πιο πάνω σε σχέση με τη καταγραφή του αποτελέσματος ως $x \pm U$ λαμβάνονται υπόψη για την αποδοχή ή την απόρριψη μιας παρτίδας. Αποδοχή εφόσον το εργαστηριακό δείγμα είναι σύμφωνο προς το μέγιστο όριο, λαμβανομένης υπόψη της διόρθωσης για ανάκτηση και της αβεβαιότητας της μέτρησης, απόρριψη εφόσον το εργαστηριακό δείγμα υπερβαίνει το μέγιστο όριο πέραν κάθε λογικής αμφιβολίας, λαμβανομένης υπόψη της διόρθωσης για ανάκτηση και της αβεβαιότητας της μέτρησης.

2.1.1.4. Πρότυπα Ποιότητας των Εργαστηρίων

Τα εργαστήρια πρέπει να συμμορφώνονται με τις διατάξεις του άρθρου 12 του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004 για τη διενέργεια επίσημων ελέγχων της συμμόρφωσης προς τη νομοθεσία περί ζωοτροφών και τροφίμων και προς τους κανόνες για την υγεία και την καλή διαβίωση των ζώων⁶.

2.1.2 Ειδικές απαιτήσεις για υπολείμματα φυτοφαρμάκων

Ιδιαίτερα όσον αφορά τα Υπολείμματα Φυτοφαρμάκων η Ε.Ε. πέραν των απαιτήσεων του άρθρου 28 του Κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 396/2005^{7α} εξέδωσε ειδικό έγγραφο (Guidance document No. SANCO/2007/3131)^{7β} το οποίο αφορά στα εργαστήρια που εφαρμόζουν επίσημους ελέγχους εντός της Ε.Ε. Το εγχειρίδιο περιγράφει την επικύρωση του αναλυτικού ποιοτικού ελέγχου για να ενισχύσει την αξιοπιστία των αποτελεσμάτων που χρησιμοποιούνται για σύγκριση με τα MRLs, με σκοπό τη λήψη μέτρων ή την εκτίμηση της έκθεσης των καταναλωτών στα φυτοφάρμακα.

Αυτό το έγγραφο είναι συμπληρωματικό του προτύπου. ISO/IEC 17025, και περιλαμβάνει ειδικές διατάξεις που πρέπει να πληροί και να ακολουθεί ο έλεγχος των προτύπων ουσιών. Περιλαμβάνει επίσης ειδικές οδηγίες που αφορούν στην:

1. Εκχύλιση
2. Προστασία των δειγμάτων από επιμόλυνση
3. Ύπαρξη των αναλυτών από φυσικές πηγές π.χ. CS₂ σε χαμηλά επίπεδα.
4. Τη σωστή βαθμονόμηση των συστημάτων ανίχνευσης και μέτρησης των υπολειμμάτων.
5. Ειδικές απαιτήσεις που αφορούν την καμπύλη βαθμονόμησης του συστήματος μέτρησης.
6. Στον αριθμό των αναλυτών/ενώσεων για τα οποία το αναλυτικό σύστημα μέτρησης (στην περίπτωση πολύ-υπολειμματικών μεθόδων) πρέπει να βαθμονομείται σε συσχέτιση πάντοτε με τον αριθμό των αναλυτών που περιλαμβάνονται στο πεδίο της μεθόδου.
7. Η συχνότητα βαθμονόμησης του αναλυτικού συστήματος μέτρησης.
8. Επιδράσεις υποστρώματος (Matrix) στον προσδιορισμό του αναλύτη.
9. Αλληλεπιδράσεις των αναλυτών και δυσκολίες στον ταυτόχρονο προσδιορισμό.
10. Ειδικά κριτήρια που αφορούν στην ανάκτηση επαναληψιμότητας και αναπαραγωγικότητα όσον αφορά την επικύρωση σε αναλύσεις ρουτίνας.
11. Κριτήρια για επιβεβαίωση των αποτελεσμάτων όσον αφορά τα διάφορα συστήματα προσδιορισμού όπως αέριας και υγρής χρωματογραφίας συνδεδεμένη με διάφορους ανιχνευτές.
12. Διατάξεις που αφορούν στον τρόπο έκφρασης των αποτελεσμάτων και στη λήψη απόφασης σε περιπτώσεις δειγμάτων που βρίσκονται πλησίον του MRL ή ξεπερνούν το MRL και τη χρήση της αβεβαιότητας των μεθόδων σε τέτοιες περιπτώσεις.
13. Απαιτήσεις για την %ανάκτηση 70-120%, την $RSDr \leq 20\%$ σε δύο επίπεδα συγκέντρωσης: στο LOQ της μεθόδου και στο επίπεδο του MRL και για όλες τις ενώσεις που περιέχονται στο πεδίο της μεθόδου. Για την ανάλυση ρουτίνας με πολυπολειμματικές μεθόδους γίνεται αποδεκτή η % ανάκτηση στην περιοχή 60-140%.
14. Απαιτήσεις για την χρήση εμβολιασμένων δειγμάτων και την χρήση εσωτερικού προτύπου για την αέρια και υγρή χρωματογραφία.
15. Πρόνοιες για την Φασματομετρία Μάζας MS.
16. Πρόνοιες για την έκφραση των αποτελεσμάτων και τη διευρυμένη αβεβαιότητα.

Από τα αποτελέσματα των διεργαστηριακών ελέγχων έχει φανεί ότι η διευρυμένη αβεβαιότητα 50% με βαθμό εμπιστοσύνης (confidence level) 95% καλύπτει τα ευρωπαϊκά εργαστήρια και

συστήνεται να χρησιμοποιείται στην έκδοση του αποτελέσματος, δεδομένου ότι το εργαστήριο έχει αποδείξει ότι η διευρυμένη αβεβαιότητά του δεν υπερβαίνει το 50%. Σε περιπτώσεις που παρουσιάζονται υπερβάσεις των MRL και την ίδια στιγμή παρουσιάζεται και υπέρβαση της ARfD, μπορεί να χρησιμοποιηθεί μια εκτεταμένη αβεβαιότητα με χαμηλότερο βαθμό εμπιστοσύνης, ως ένα μέτρο προφύλαξης.

2.1.3 Ειδικές απαιτήσεις για υπολείμματα κτηνιατρικών φυτοφαρμάκων

Στο τομέα των υπολειμμάτων κτηνιατρικών φυτοφαρμάκων που αφορά τρόφιμα ζωικής προέλευσης οι εξειδικευμένες απαιτήσεις προδιαγράφονται από την Απόφαση 2002/657/EK.

Η εκτίμηση της αβεβαιότητας των μετρήσεων γίνεται μέσω του καθορισμού του ορίου απόφασης (CCa) σύμφωνα με την απόφαση 2002/657/EK της Επιτροπής⁵ (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος – περίπτωση ουσιών με καθορισμένο επιτρεπόμενο όριο).

3. Συζήτηση

Πιο πάνω αναφέρθηκαν οι νομοθετικές απαιτήσεις και τα κριτήρια, είτε γενικά είτε ειδικά, που απαιτείται να πληρούν οι εφαρμοζόμενοι μέθοδοι ανάλυσης στον τομέα των τροφίμων και επιβάλλονται από την νομοθεσία της Ε.Ε. για τα επίσημα εργαστήρια ελέγχου. Οι γενικές απαιτήσεις είναι παρόμοιες σχεδόν με εκείνες του προτύπου διαπίστευσης EN ISO/IEC 17025:2005, οι ειδικές όμως απαιτήσεις είναι πιο εξειδικευμένες και πιο αυστηρές, ώστε να εξασφαλίζουν κατά το καλύτερο δυνατό τρόπο την απόδοση και αξιοπιστία των εφαρμοζόμενων μεθόδων.

Τα επίσημα εργαστήρια ελέγχου πρέπει να αξιολογούνται από τα Σώματα Διαπίστευσης βάσει αυτών των νομοθετικών απαιτήσεων και κριτηρίων, ανάλογα με το αιτούμενο πεδίο διαπίστευσης και παρομοίως πρέπει να αξιολογούνται και άλλα εργαστήρια του ιδιωτικού τομέα για να εξουσιοδοτηθούν να εκτελούν επισήμους ελέγχους στα κράτη μέλη. Επιπλέον με αυτά τα κριτήρια αξιολογούνται ή πρέπει να αξιολογούνται κατά της επιθεωρήσεις από την Ε.Ε.(π.χ. στο τομέα των τροφίμων από την DG SANCO, FVO) ή τις εθνικές αρχές.

Συγκεκριμένα σε μερικές περιπτώσεις παρουσιάζεται η ανάγκη αγοράς υπηρεσιών του κρατικού τομέα για επισήμους ελέγχους τροφίμων κ. α., σε συγκεκριμένα πεδία αναλύσεων, από ιδιωτικά «διαπιστευμένα» εργαστήρια, για τα οποία παρουσιάζονται προβλήματα στη ποιότητα και την αξιοπιστία των αποτελεσμάτων τους. Είτε διότι είναι διαπιστευμένα σε πολύ περιορισμένα πεδία αναλύσεων διαφορετικά από εκείνα των αναγκών αγοράς υπηρεσιών, είτε είναι διαπιστευμένα για μερικές μόνο ενώσεις/ παραμέτρους για περιορισμένα υποστρώματα, σε σύγκριση με εκείνα που απαιτούν οι ανάγκες αγοράς. Στην περίπτωση π.χ. των υπολειμμάτων φυτοφαρμάκων σε τρόφιμα, τα επίσημα πεδία τυχαίνει που αναφέρονται μόνο σε ελάχιστα προϊόντα (π. χ. 3 είδη/ κατηγορίες) για περιορισμένα φυτοφάρμακα, π. χ. 10 μόνο από τα 130 τουλάχιστον, που πρέπει να μπορεί ένα επίσημο εργαστήριο να αναλύει για να αποφανεί ότι συνάδουν με τη σχετική Νομοθεσία και είναι ασφαλή για τον καταναλωτή. Αυτό είναι αναγκαίο γιατί όλα τα δείγματα είναι αγνώστου ιστορικού, δηλαδή δεν γνωρίζουμε με τι έχουν ψεκαστεί.

Άλλο πρόβλημα που παρουσιάζεται λόγω και των πιο πάνω ανεπαρκειών, είναι η απουσία από τις εργαστηριακές εκθέσεις των εν λόγω εργαστηρίων, «Δήλωσης Συμμόρφωσης» στις σχετικές νομοθετικές απαιτήσεις.

Έτσι στην Κύπρο, για αντιμετώπιση των πιο πάνω προβλημάτων έγινε προσπάθεια τροποποίησης της Κυπριακής νομοθεσίας τροφίμων,⁸ ώστε να καθοριστούν οι συγκεκριμένες προδιαγραφές, κριτήρια και πρότυπα, που πρέπει να πληρούν τα ιδιωτικά εργαστήρια για να εκτελούν αναλύσεις/εξετάσεις επισήμου ελέγχου σε σχέση με συγκεκριμένη περιοχή αναλύσεων. Καθορίστηκε προς τούτο η έννοια του «εγκεκριμένου χημείου» ως εξής:

«Εγκεκριμένο χημείο» σημαίνει ιδιωτικό εργαστήριο από το οποίο ο κρατικός τομέας δύναται να αγοράζει υπηρεσίες για αναλύσεις επισήμου ελέγχου τροφίμων σε συγκεκριμένα πεδία και το οποίο ορίζεται από το Υπουργικό Συμβούλιο.

Τα δε κριτήρια, προδιαγραφές και πρότυπα που πρέπει να πληροί ένα εργαστήριο ή χημείο για να οριστεί ως «εγκεκριμένο» καθορίστηκαν ότι είναι τα ακόλουθα:

- (α) Να είναι διαπιστευμένο σύμφωνα με τις απαιτήσεις του προτύπου διαπίστευσης EN ISO/IEC 17025:2005, στα συγκεκριμένα πεδία αναλύσεων καθορισμένων τροφίμων για συγκεκριμένες παραμέτρους και καθορισμένα υποστρώματα για τα οποία θα γίνεται αγορά υπηρεσιών.
- (β) Κατά την επιθεώρηση και αξιολόγηση του για Διαπίστευση από το Φορέα Διαπίστευσης, πρέπει να έχει επιθεωρηθεί και αξιολογηθεί σύμφωνα με τα κριτήρια για τις μεθόδους ανάλυσης/ εξέτασης που καθορίζονται από την Κοινοτική Νομοθεσία για τρόφιμα και ζωοτροφές, άρθρο 11 Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 882/2004 και Παράρτημα III και οιαδήποτε σχετική ειδική Νομοθεσία της Ε.Ε., σε περίπτωση αγοράς υπηρεσιών για πεδία αναλύσεων τροφίμων που έχουν ειδική Νομοθεσία. Συγκεκριμένα π.χ. στα πεδία:
 - (i) Των προσμίξεων τροφίμων (Κανονισμός(ΕΚ) αριθ. 1881/2006) να έχει επιθεωρηθεί βάσει των κριτηρίων μεθόδων ανάλυσης που προδιαγράφονται από τους Κανονισμούς (ΕΚ) αριθ. 401/2006, αριθ. 337/2007 αριθ.1882/2006 και αριθ. 1883/2006.
 - (ii) Των υπολειμμάτων κτηνιατρικών φαρμάκων και φυτοφαρμάκων, να έχει επιθεωρηθεί βάσει των κριτηρίων μεθόδων ανάλυσης που προδιαγράφονται από την Απόφαση 2002/657/ΕΚ και τον Κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 396/2005 άρθρο 28 αντίστοιχα και οποιεσδήποτε τροποποιήσεις αυτών.
Στα επίσημα πεδία αναλύσεων του, να φαίνεται ξεκάθαρα ότι λαμβάνονται υπόψη οι πιο πάνω Νομοθετικές Απαιτήσεις της Κοινοτικής Νομοθεσίας.
- (γ) Να εκδίδει εργαστηριακές εκθέσεις (ή πιστοποιητικά ανάλυσης) που να πληρούν τις απαιτήσεις του προτύπου EN ISO/IEC 17025:2005. Η εργαστηριακή έκθεση πρέπει να περιλαμβάνει «δήλωση συμμόρφωσης» ή μη προς τις απαιτήσεις του «Νόμου» ή Διατάγματος ή Κανονισμών που εκδίδονται βάσει αυτού, ή υποχρεωτικού προτύπου ή Κοινοτικού Κανονισμού ή Κοινοτικής Απόφασης.
- (δ) Τα επίσημα κρατικά εργαστήρια ελέγχου, όπως είναι το Γενικό Χημείο του Κράτους της Κύπρου, θα μπορούν να επιθεωρούν το «εγκεκριμένο χημείο» στα συγκεκριμένα πεδία επισήμου ελέγχου τροφίμων για τα οποία έγινε αγορά υπηρεσιών και το «εγκεκριμένο χημείο» θα πρέπει να παρέχει όλες τις απαιτούμενες διευκολύνσεις και να καλύπτει όλες τις σχετικές δαπάνες.

Με τις πιο πάνω νομοθετικές κ.α. ρυθμίσεις οι οποίες πρέπει να προδιαγράφονται σαφώς κατά την προκήρυξη των προσφορών για αγορά των υπηρεσιών είναι δυνατό να λυθούν τα πιο πάνω προβλήματα, για καλύτερη διασφάλιση της ποιότητας και ασφάλειας των τροφίμων και της δημόσιας υγείας.

4. Βιβλιογραφία

1. Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου της 29ης Απριλίου 2004 για τη διενέργεια επισήμων ελέγχων της συμμόρφωσης προς τη νομοθεσία περί ζωοτροφών και τροφίμων και προς τους κανόνες για την υγεία και την καλή διαβίωση των ζώων, Ε.Ε. L. 191/1, 25.5.2004.
2. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 - 2144 (Also published in J. AOAC International, 1993, 76, 926).
3. IUPAC, Harmonised Quidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analyses, Edited by Michael Thomson, Stephen L.R. Ellison, and Roger Wood, Pure and Appl. Chan. 2002, Vol. 74, No. 5, 835-855.
4. Περισσότερες λεπτομέρειες σχετικά με τις διαδικασίες για την εκτίμηση της αβεβαιότητας μέτρησης και με τις διαδικασίες για την εκτίμηση του ποσοστού ανάκτησης περιέχονται στο έγγραφο με τίτλο «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation» (Εκθεση σχετικά με τη σχέση μεταξύ των αναλυτικών αποτελεσμάτων, της αβεβαιότητας μέτρησης, των παραγόντων ανάκτησης και των διατάξεων της ΕΕ για τα τρόφιμα και τις ζωοτροφές) — http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/report_samplng_analysis_2004_en.pdf
5. Απόφαση 2002/657/ΕΚ Ε.Ε.Λ. της 17.8.2002, σ. 8, απόφαση όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την απόφαση 2004/25/ΕΚ (ΕΕ L 6 της 10.1.2004, σ. 38).
6. Βλ. επίσης τις μεταβατικές ρυθμίσεις που προβλέπονται στο άρθρο 18 του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2076/2005 της Επιτροπής, της 5^{ης} Δεκεμβρίου 2005, για τη θέσπιση μεταβατικών διατάξεων σχετικά με την εφαρμογή των κανονισμών του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΚ) αριθ. 853/2004, (ΕΚ) αριθ. 854/2004 και (ΕΚ) αριθ. 882/2004 και για την τροποποίηση των κανονισμών (ΕΚ) αριθ. 853/2004 και (ΕΚ) αριθ. 854/2004 (ΕΕ L 338 της 22.12.2005, σ. 83).
7. (α) Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 396/2005 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου της 23ης Φεβρουαρίου 2005 για τα ανώτατα όρια καταλοίπων φυτοφαρμάκων μέσα η πάνω στα τρόφιμα και τις ζωοτροφές φυτικής και ζωικής προέλευσης και για την τροποποίηση της οδηγίας 91/414/ΕΟΚ του Συμβουλίου, ΕΕ L 70 της 16.3.2005, σ. 1. (β) E.C. Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed document No. SANCO /2007/3131.
8. Περί Τροφίμων (Ελεγχος και Πώλησης) Νόμων του 1996-2006, Ε.Ε. Ν.54(Ι)/1996 και τροποποιήσεις του.