

DIN CEN/TS 17455

ICS 65.120; 71.040.50

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Leistungskriterien für laborintern validierte und im Ringversuch
validierte Analysemethoden zur Bestimmung von Mykotoxinen;
Deutsche Fassung CEN/TS 17455:2020**

Animal feeding stuffs –

Methods of sampling and analysis –

Performance criteria for single laboratory validated and ring-trial validated methods of analysis for the determination of mycotoxins;

German version CEN/TS 17455:2020

Aliments des animaux –

Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –

Critères de performance des méthodes d'analyse des mycotoxines validées dans un seul laboratoire ou suite à un essai interlaboratoires;

Version allemande CEN/TS 17455:2020

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (CEN/TS 17455:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Zur vorliegenden Technischen Spezifikation wurde kein Entwurf veröffentlicht.

Dieses Dokument wurde im Rahmen des Mandates M/522 erarbeitet, welches die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Erfahrungen mit dieser Technischen Spezifikation sind erbeten:

— vorzugsweise als Datei per E-Mail an nal@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;

— oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10722 Berlin.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3534-1	siehe	DIN ISO 3534-1
ISO 5725-1:1994	siehe	DIN ISO 5725-1:1997-11
ISO 5725-6	siehe	DIN ISO 5725-6
ISO 24276:2006	siehe	DIN EN ISO 24276:2006-05
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO/IEC 17043:2010	siehe	DIN EN ISO/IEC 17043:2010-05

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN EN ISO/IEC 17043:2010-05, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen (ISO/IEC 17043:2010); Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17043:2010*

DIN ISO 24276:2006-05, *Lebensmittel — Verfahren zum Nachweis von gentechnisch modifizierten Organismen und ihren Produkten — Allgemeine Anforderungen und Definitionen (ISO 24276:2006); Deutsche Fassung EN ISO 24276:2006*

DIN ISO 3534-1, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe*

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 5725-6, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Futtermittel —
Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Leistungskriterien für laborintern validierte und
im Ringversuch validierte Analysemethoden zur
Bestimmung von Mykotoxinen**

Animal feeding stuffs —
Methods of sampling and analysis —
Performance criteria for single laboratory validated
and ring-trial validated methods of analysis for the
determination of mycotoxins

Aliments des animaux —
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Critères de performance des méthodes d'analyse des
mycotoxines validées dans un seul laboratoire ou suite
à un essai interlaboratoires

Diese Technische Spezifikation (CEN/TS) wurde vom CEN am 27. Januar 2020 als eine künftige Norm zur vorläufigen Anwendung angenommen.

Die Gültigkeitsdauer dieser CEN/TS ist zunächst auf drei Jahre begrenzt. Nach zwei Jahren werden die Mitglieder des CEN gebeten, ihre Stellungnahmen abzugeben, insbesondere über die Frage, ob die CEN/TS in eine Europäische Norm umgewandelt werden kann.

Die CEN-Mitglieder sind verpflichtet, das Vorhandensein dieser CEN/TS in der gleichen Weise wie bei einer EN anzukündigen und die CEN/TS verfügbar zu machen. Es ist zulässig, entgegenstehende nationale Normen bis zur Entscheidung über eine mögliche Umwandlung der CEN/TS in eine EN (parallel zur CEN/TS) beizubehalten.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Beziehung zu anderen Definitionen in technischen Dokumenten oder Begriffen	13
4.1 Berichterstattung von Summenparametern	13
4.2 Anforderungen an Multi-Mykotoxin-Verfahren	13
4.3 Identifikationskriterien	14
4.4 Bestimmungsgrenze (Bestimmung) und Nachweisgrenze	14
5 Leistungskriterien für Analyseverfahren für Mykotoxine	14
5.1 Allgemeine Kriterien für Analyseverfahren für Mykotoxine	14
5.1.1 Gesamtkonzepte	14
5.1.2 Screening-Verfahren für Mykotoxine	15
5.1.3 Bestätigungsverfahren für Mykotoxine	15
5.2 Leistungsmerkmale	15
5.2.1 Allgemeines	15
5.2.2 Wiederfindung	15
5.2.3 RSD_R	16
5.2.4 RSD_r	18
5.2.5 RSD_{Ri}	18
5.2.6 Bestimmungsgrenze	19
5.2.7 Minimaler Anwendbarkeitsbereich	19
Literaturhinweise	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (CEN/TS 17455:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Technische Spezifikation anzukündigen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Das Europäische Komitee für Normung (CEN) wählt für organische Verunreinigungen Analyseverfahren aus und erarbeitet Analyseverfahren, die dann Europäische Normen werden. Diese Normen können auf solche Verunreinigungen angewendet werden, die der Regulierung unterliegen. Wenn eine Norm zu diesem Zweck verwendet wird, besteht ihre Hauptfunktion darin, die Futtermittelhersteller in die Lage zu versetzen, mit hinreichender Gewissheit festzustellen, ob eine Lieferung auf den Markt gebracht werden darf und die Regulierungsbehörden in die Lage zu versetzen, angemessen festzustellen, ob Futtermittel auf dem Markt die gesetzlichen oder empfohlenen Grenzen einhalten.

Die CEN/TC 327-Arbeitsgruppe (WG) 5 hat sich entschieden, einen Leitfaden zu Kriterien zu erstellen, um bei der Gebrauchstauglichkeit [1] von Analyseverfahren einen Leistungsvergleich vornehmen zu können. Die hierin dargelegten Leistungskriterien beruhen auf veröffentlichten Angaben, die aus amtlichen Berichten zu laborübergreifenden Studien [2] bis [12] gesammelt wurden.

Wo Leistungsmerkmale nicht oder nur begrenzt zur Verfügung stehen, wurden die Kriterien auf Grundlage der Erfahrung und Einschätzungen der Experten der CEN-Arbeitsgruppe geschätzt. Die Auswahlkriterien könnten in zukünftigen Überarbeitungen dieses Dokuments aktualisiert werden, wenn neuere oder genauere Angaben zu Leistungsmerkmalen von Verfahren verfügbar sind. Dieses Dokument listet relevante Leistungsparameter auf und gibt Informationen zu ihrer Festlegung. Des Weiteren beschreibt es, wie diese praktisch ermittelt werden können; es zeigt Richtwerte an, die die Gebrauchstauglichkeit demonstrieren. Folglich dienen diese Richtwerte als Maßstab für erfahrene Analyselaboratorien.

Dieses Dokument enthält möglicherweise ebenfalls hilfreiche Informationen für CEN-Mitglieder, die Europäische Kommission, das EFTA-Sekretariat, andere Behörden oder externe Stellen. Die Kriterien für diesen CEN-Bericht dienen als Leitfaden in der CEN/TC 327/WG 5. Allgemein werden Kriterien zur Leistungsfähigkeit von Verfahren für Laborvergleichsuntersuchungen oder für Validierungsstudien in Einzellaboratorien (en: single laboratory validation, SLV) generiert. Der erste Fall beschreibt, welche Ergebnisse ein Verfahren erzielt, wenn es in mehreren Laboratorien zum Einsatz kommt, so dass mit höherer Sicherheit ermittelt werden kann, ob ein Verfahren geeignet ist und mit der ermittelten Leistungsfähigkeit umgesetzt werden kann. Der zweite Fall zeigt lediglich, welche Ergebnisse ein Verfahren in einem bestimmten Laboratorium erzielt. Folglich sollte eine SLV sehr sorgfältig durchgeführt werden, um Fehlinterpretationen zu vermeiden. Dies ist wichtig, da eine Vergleichbarkeit (zwischen Abweichungen verschiedener Laboratorien) nur aus Laborvergleichsuntersuchungen abgeleitet werden kann. Darüber hinaus sind Leistungsparameter, wie z. B. Nachweisgrenze (LOD) und Bestimmungsgrenze (LOQ), laborspezifisch, da die quantitative Messkapazität stark von den in jedem Laboratorium verwendeten Gerätebedingungen abhängt.

Dieses Dokument bezieht sich auf die aktuelle EU-Gesetzgebung bezüglich der Leistungsanforderungen an Analyseverfahren für Mykotoxine in der Lebens- und Futtermittelkette, wie z. B. Verordnung (EG) Nr. 2017/625 über amtliche Kontrollen zur Gewährleistung der Anwendung des Futter- und Lebensmittelrechts und der Vorschriften über Tiergesundheit und Tierschutz [13], wie auch Verordnung (EU) Nr. 401/2006 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle des Mykotoxingehalts von Lebensmitteln [14]. Letztere bezieht sich auf Lebensmittel. Da die jüngste Gesetzgebung zu einigen Mykotoxinen die bestimmungsgemäße endgültige Verwendung, ob als Lebens- oder Futtermittel, jedoch nicht festlegt, wird eher angenommen, dass die Leistungsanforderungen an Rohware (Empfehlung der Kommission 2013/165/EU zum Vorhandensein von T-2- und HT-2-Toxin in Getreide und Getreideerzeugnissen) bei Analyseverfahren in Zukunft gleichwertig sind, unabhängig vom Bestimmungszweck der Ware.

Darüber hinaus bezieht sich dieses Dokument mit einem auf Kriterien beruhenden Ansatz auch auf bereits vorhandene Dokumente wie z. B. die ISO 5725-Reihe, CR 13505 [15] und CEN/TR 16059 [16].

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Leistungskriterien für die Auswahl von in Einzellaboratorien validierten oder in Laborvergleichsuntersuchungen validierten Analyseverfahren für Mykotoxine in Futtermitteln fest. Enthalten sind die Begriffe der relevanten Parameter für die Verfahrensvalidierung. Die Leistungsanforderungen und -merkmale werden zur Verfügung gestellt. Dieses Dokument könnte als Orientierung dienen für:

- die Beurteilung der Qualität neuer Europäischer Normverfahren während ihrer Validierung;
- die Überprüfung der Qualität vorangegangener Laborvergleichsuntersuchungen;
- die Bestätigung der Erweiterung des Anwendungsbereichs einer bereits veröffentlichten Europäischen Norm, die für andere Analytkonzentrationen oder Matrices angewendet wurde; oder
- die Evaluierung der Gebrauchseignung einfach validierter Verfahren.

Die Leistungskriterien können auf Verfahren zur Bestimmung von Mykotoxinen anwendbar sein.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/ui>

3.1

Genauigkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen einem Untersuchungsergebnis und dem anerkannten Referenzwert

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff Genauigkeit beinhaltet eine Kombination willkürlicher Komponenten und eine gemeinsame systematische Fehler- oder Abweichungskomponente, wenn er auf eine Reihe von Untersuchungsergebnissen angewendet wird.

Anmerkung 2 zum Begriff: Sie wird durch die Bestimmung von Richtigkeit und Präzision der Messung beurteilt.

[QUELLE: ISO 5725-1:1994, 3.6, siehe [17], modifiziert; 2002/657/EWG, siehe [18], modifiziert]

3.2

Anwendbarkeit

Anwendungsbereich des analytischen Verfahrens; Beschreibung der Analyten, Matrices und Konzentrationsbereiche (Massenanteile), für die ein Analyseverfahren zur Bestimmung der Einhaltung einer gegebenen Norm (d. h. CEN, ISO, CODEX) zufriedenstellend angewendet werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Zusätzlich zu einer Beschreibung des Kapazitätsbereichs für eine zufriedenstellende Leistung jedes Faktors enthält die Beschreibung der Anwendbarkeit (Anwendungsbereich) auch Warnungen zu bekannten Störungen durch andere Analyten oder zur Nichtanwendbarkeit bei bestimmten Matrices und Situationen.