

## ПРЕДЛОГ

На основу члана 26. став 5. Закона о безбедности хране („Службени гласник РС”, бр. 41/09 и 17/19),

Министар пољопривреде, шумарства и водопривреде, уз сагласност министра здравља, доноси

### ПРАВИЛНИК О МЕТОДАМА УЗОРКОВАЊА И ИСПИТИВАЊА ХРАНЕ РАДИ УТВРЂИВАЊА ПРИСУСТВА И НИВОА ОДРЕЂЕНИХ КОНТАМИНЕНАТА

#### Члан 1.

Овим правилником прописују се методе узорковања и испитивања хране ради утврђивања присуства и нивоа олова, кадмијума, живе, неорганског калаја, РАН-а, 3-моноклорпропандиол и бензо (а) пирена, микотоксина, нитрата и диоксина.

Храна која се узоркује приликом спровођења службене контроле, ради утврђивања присуства и нивоа одређених контаминената из става 1. овог члана, прописана је посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминаната у храни.

#### Члан 2.

Методе узорковања, припрема узорака, методе испитивања узорака и извештавање и тумачење резултата ради утврђивања присуства и нивоа олова, кадмијума, живе, неорганског калаја, РАН-а, 3-моноклорпропандиол и бензо (а) пирена у храни дате су у Прилогу 1 – Методе узорковања, припрема узорака, методе испитивања узорака и извештавање и тумачење резултата ради утврђивања присуства и нивоа олова, кадмијума, живе, неорганског калаја, РАН-а, 3-моноклорпропандиола и бензо (а) пирена у храни, који је оштампан уз овај правилник и чини његов саставни део.

Методе узорковања, као и критеријуми за припрему узорака и за методе испитивања које се користе за службену контролу нивоа микотоксина у храни дате су у Прилогу 2 – Методе узорковања, као и критеријуми за припрему узорака и за методе испитивања које се користе за службену контролу нивоа микотоксина у храни, који је оштампан уз овај правилник и чини његов саставни део.

Методе узорковања, припрема узорака и методе испитивања узорака и извештавање и тумачење резултата ради утврђивања присуства и нивоа нитрата у храни дате су у Прилогу 3 – Методе узорковања, припрема узорака, методе испитивања узорака и извештавање и тумачење резултата ради утврђивања присуства и нивоа нитрата у храни, који је оштампан уз овај правилник и чини његов саставни део.

Методе узорковања, као и критеријуми за припрему узорака и за методе испитивања које се користе за службену контролу нивоа диоксина, РСВ-ија сличних диоксинима и РСВ-ија који нису слични диоксинима у храни дате су у Прилогу 4 – Методе узорковања, припрема узорака и захтеви за методе испитивања које се користе за службену контролу нивоа диоксина, РСВ-ија сличних диоксинима и РСВ-ија који нису слични диоксинима у храни, који је оштампан уз овај правилник и чини његов саставни део.

Збирни узорци узорковани у складу са ст. 1-4. овог члана сматрају се репрезентативним.

#### Члан 3.

Усклађеност узорака производних партија/подпартија хране узетих, припремљених и испитаних у складу са чланом 2. овог правилника са максималним концентрацијама, које су утврђене посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, оцењује се на основу концентрација контаминената које су одређене у лабораторијским узорацима.

#### Члан 4.

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у „Службеном гласнику Републике Србије”.

Број: /2020-09

У Београду, децембра 2020. године

МИНИСТАР

Бранислав Недимовић

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА, ПРИПРЕМА УЗОРАКА, МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА  
УЗОРАКА И ИЗВЕШТАВАЊЕ И ТУМАЧЕЊЕ РЕЗУЛТАТА РАДИ  
УТВРЂИВАЊА ПРИСУСТВА И НИВОА ОЛОВА, КАДМИЈУМА, ЖИВЕ,  
НЕОРГАНСКОГ КАЛАЈА, РАН-а, 3-МОНОХЛОПРОПАНДИОЛА И БЕНЗО  
(а) ПИРЕНА У ХРАНИ<sup>1</sup>

А) ДЕФИНИЦИЈЕ<sup>2</sup>

1) *производна партија (серија или лот)* јесте количина хране у једној испоруци која има одређене заједничке карактеристике као што су порекло, сорта, врста паковања, лице које пакује, пошиљалац или друге ознаке, а у случају рибе, величина рибе мора бити упоредива/подједнака;

2) *производна подпартија (подсерија или подлот)* јесте одређен део веће производне партије из кога ће се узимати узорци. Свака подпартија треба да је физички одвојена и идентификована;

3) *појединачни узорак* јесте количина хране узета са једног места из производне партије односно подпартије;

4) *збирни узорак* јесте узорак састављен од свих појединачних узорака узетих из производне партије, односно подпартије. Збирни узорци сматрају се репрезентативним за производне партије или подпартије из којих су узети;

5) *лабораторијски узорак* јесте узорак намењен за лабораторијско испитивање.

Б) МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА

Б.1. Општа правила

*Б.1.1. Лице које обавља узорковање*

Узорковање обавља надлежни инспектор у складу са поделом надлежности утврђене прописом којим се уређује безбедност хране.

*Б.1.2. Храна која се узоркује*

Свака производна партија или подпартија хране предвиђена за испитивање узоркује се посебно.

*Б.1.3. Мере предострожности*

Током узорковања хране предузимају се мере предострожности како би се избегле било какве промене које би могле утицати на нивое контаминената у храни, негативно утицати на лабораторијско испитивање или би због тих промена збирни узорци постали нерепрезентативни.

<sup>1</sup> Овај прилог правилника усклађен је са Уредбом Комисије (ЕЗ) бр. 333/2007 од 28. марта 2007. године о утврђивању метода узорковања и испитивања за контролу нивоа тешких метала и контаминената процеса производње у храни (*Commission Regulation (EC) No 333/2007 of 28 March 2007 laying down the methods of sampling and analysis for the control of the levels of trace elements and processing contaminants in foodstuffs*).

<sup>2</sup> Дефиниције дате у овом прилогу, које се односе на значење појединих израза, примењују се и на остале прилоге који су одштампани уз овај правилник.

#### *Б.1.4. Појединачни узорци*

Када год је то могуће, појединачни узорци се узимају са различитих места у серији или подсерији.

Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из одељка Б), пододељак Б.1. тачка Б.1.8. овог прилога.

#### *Б.1.5. Припрема збирног узорка*

Збирни узорак се добија обједињавањем појединачних узорака.

#### *Б.1.6. Контролни узорци и узорци за суперанализу*

Контролни узорци и узорци за суперанализу узимају се из хомогенизованог збирног узорка.

#### *Б.1.7. Паковање и пренос (испорука) узорака*

Сваки узорак ставља се у чисту, инертну посуду/кесу/контејнер који пружа одговарајућу заштиту од контаминације, губитка анализата адсорпцијом на унутрашњим зидовима посуде/кесе/контејнера и оштећења приликом преноса и/или транспорта. Потребно је предузети све мере предострожности како би се избегла промена састава узорака до које би могло доћи током транспорта или складиштења.

У случају узимања узорака за испитивање РАН-а, ако је могуће, треба избегавати пластичне посуде јер могу да измене садржај РАН-а у узорку. Када год је то могуће користе се инертне, стаклене посуде без РАН-а, које на одговарајући начин штите узорак од светлости. Ако је то практично немогуће, треба избегавати директан контакт узорка са пластиком, нпр. у случају чврстих узорака умотавањем узорка у алуминијску фолију пре него што се ставе у посуде за узорковање.

#### *Б.1.8. Пломбирање и означавање узорака*

Сваки узорак који се узима за службену контролу се пломбира и означава на месту узорковања.

О сваком узорковању сачињава се записник о узорковању који омогућава да свака производна партија или подпартија буде недвосмислено идентификована и у којем се наводи број производне партије/подпартије, датум и место узорковања, заједно са додатним подацима који би могли бити од користи при лабораторијском испитивању.

### **Б.2. Планови узорковања**

#### *Б.2.1. Подела производне партије на подпартије*

Велике производне партије деле се на подпартије под условом да се подпартија може и физички одвојити. За храну која се продаје у расутом стању (нпр. житарице) за поделу производне партије на подпартије примењује се Табела 1. За остале производе примењује се Табела 2. Узимајући у обзир да маса производне партије није увек тачан збир маса подпартија, маса подпартије може прећи доле наведену масу за највише 20 %.

Табела 1.  
Подела производних партија на подпартије  
за храну која се продаје у расутом стању

Маса производне партије (у t)	Маса (у t) или број подпартија
$\geq 1500$	500 t
$> 300$ и $< 1500$	3 подпартије
$\geq 100$ и $\leq 300$	100 t
$< 100$	–

Табела 2.  
Подела производних партија на подпартије за осталу храну

Маса производне партије (у тонама)	Маса (у t) или број подпартија
$\geq 15$	15-30 t
$< 15$	–

#### Б.2.2. Број појединачних узорака

Збирни узорак треба да буде тежак најмање 1 kg или 1 литар, осим у изузетним или ретким случајевима кад то није могуће, нпр. када се узорак састоји од једног паковања или јединице.

Минималан број појединачних узорака који се узима из производне партије или подпартије наведен је у Табели 3.

Табела 3.  
Минималан број појединачних узорака  
који се узима из производне партије или подпартије

Маса или запремина производне партије/подпартије (у kg или l)	Минималан број појединачних узорака које треба узети
$< 50$	3
$\geq 50$ и $\leq 500$	5
$> 500$	10

У случају да се ради о течним производима у расутом стању, производне партије или подпартије треба добро промешати непосредно пре узорковања, колико год је то могуће, ручно или помоћу механичких уређаја, до те мере до које то неће утицати на квалитет производа. У том случају се претпоставља да ће се испитивани контаминенти равномерно распоредити кроз целу производну партију или подпартију или другачије речено да је наведени контаминент хомогено дистрибуиран у датој производној партији или подпартији. Довољно је узети три појединачна узорка из производне партије или подпартије да се формира збирни узорак.

Појединачни узорци треба да буду сличне масе/запремине. Маса/запремина појединачних узорака мора бити најмање 100 g или 100 ml чиме ће збирни узорак бити најмање 1 kg или 1 литар. Свако одступање од ове методе уноси се у записник из одељка Б) пододељка Б.1. тачка Б.1.8. овог прилога.

Ако се производна партија или подпартија састоји од појединачних паковања или јединица, број паковања или јединица узима се у складу са Табелом 4.

Табела 4.

Број паковања или јединица (појединачних узорак) који се узоркују за збирни узорак, кад се производна партија или подпартија састоји од појединачних паковања или јединица

Број паковања или јединица у производној партији/подпартији	Број паковања или јединица које треба узети
$\leq 25$	најмање 1 паковање или јединица
26 до 100	око 5 %, а најмање 2 паковања или јединице
$> 100$	око 5 %, а највише 10 паковања или јединица

Максималне концентрације за неоргански калај примењују се на садржај сваке лименке али, из практичних разлога, узорци се узимају као збирни узорци. Ако је резултат теста за збирни узорак лименки мањи али близу максималне концентрације за неоргански калаја и ако се сумња да појединачне лименке могу прелазити максималне концентрације, треба предузети додатна испитивања.

Ако узорковање није могуће због неприхватљивих комерцијалних последица (на пример због облика паковања, оштећења у производној партији и сл.) или када није могуће применити горе наведену методу узорковања, узорковање се може вршити алтернативном методом под условом да је та метода репрезентативна за узорковану производну партију или подпартију и да је у потпуности документована.

### *Б.2.3. Посебна правила за узорковање великих риба у великим производним партијама*

Када производна партија или подпартија, из које се узимају узорци, садржи веће рибе (свака риба је тежа од 1 kg), а производна партија или подпартија тежи више од 500 kg, појединачни узорак треба да се састоји од средњег дела рибе. Сваки појединачни узорак треба да тежи најмање 100 g.

### Б.3. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у малопродаји спроводи се у складу са одељком Б) пододељком Б.2. тачка Б.2.2. овог прилога.

Ако узорковање није могуће због неприхватљивих комерцијалних последица (нпр. због облика паковања, оштећења у производној партији и сл.) или када није могуће применити горе наведену методу узорковања, узорковање се може вршити алтернативном методом под условом да је та метода репрезентативна за узорковану производну партију или подпартију и да је у потпуности документована.

## В) ПРИПРЕМА И ИСПИТИВАЊЕ УЗОРАКА

### В.1. Лабораторијски стандарди квалитета

Лабораторије које спровode испитивања хране на присуство конатаминената за службену контролу треба да учествују у одговарајућим

лабораторијским проверама квалитета рада у складу са Међународним усклађеним протоколом за проверу квалитета рада (хемијских) аналитичких лабораторија<sup>3</sup> развијеним у складу са IUPAC/ISO/AOAC.

Лабораторије треба да имају успостављен интерни систем за контролу квалитета. Примери за то су Смернице IUPAC/ISO/AOAC о интерној контроли квалитета у аналитичким хемијским лабораторијама<sup>4</sup>.

Тачност испитивања оцењује се коришћењем у испитивању одговарајућих сертифицираних референтних материјала, када год је то могуће.

## В.2. Припрема узорка

### В.2.1. Мере предострожности и општа правила

Основни захтев је да се припреми репрезентативан и хомоген лабораторијски узорак, без секундарне контаминације.

Сав узорковани материјал који је достављен у лабораторију користи се за припрему лабораторијског узорка.

Усклађеност са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминаната који се могу налазити у храни утврђује се на основу концентрације одређене у лабораторијским узорцима.

### В.2.2. Посебни поступци за припрему узорка

#### В.2.2.1. Посебни поступци за олово, кадмијум, живу, неоргански калај и неоргански арсен

Лабораторија треба да обезбеди да не дође до контаминације узорака током припреме. Кад год је могуће, апарати и опрема који долазе у контакт са узорком не смеју да садржи метале који се одређују, односно мора да буде израђена од инертних материјала, на пример пластике као што је полипропилен, политетрафлуоретилен (PTFE) итд. Сав прибор мора да се очисти киселином како би се минимизирао ризик од контаминације. Све оштрице морају бити израђене од висококвалитетног нерђајућег челика. За сечење крајева може се користити висококвалитетни нерђајући челик.

Постоји много задовољавајућих специфичних поступака припреме узорака који се могу користити за производе који се разматрају. За оне аспекте, који нису посебно обухваћени овим прилогом утврђено је да може бити једнако задовољавајући стандард SRPS EN 13804 (Прехрамбени производи – Одређивање елемената и њихових хемијских врста – Општа разматрања и специфични захтеви), али и друге методе припреме узорка су једнако валидне.

У случају неорганског калаја, посебна пажња мора се обратити на то да сав узорак буде у потпуности растворен, јер је познато да може доћи до губитака услед хидролизе нерастворљивих облика Sn(IV) калај-оксида.

#### В.2.2.2. Посебне процедуре за полицикличне ароматичне угљоводонике

<sup>3</sup> Међународни усклађени протокол за проверу квалитета рада (хемијских) аналитичких лабораторија (*The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories*), аутори М. Thompson, S.L.R. Ellison и R. Wood, Pure. Appl. Chem., 2006, 70, 145-196.

<sup>4</sup> Приредили М. Thompson и R. Wood, Pure. Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

Лабораторија треба да обезбеди да се узорци не контаминирају током припреме узорака. Посуде морају бити испране ацетоном или хексаном високе чистоће пре употребе како би се ризик од контаминације свео на најмању могућу меру. Кад год је могуће, апарати и опрема која долази у контакт са узорком треба да буде направљена од инертних материјала, нпр. алуминијума, стакла или полираног нерђајућег челика. Потребно је избегавати пластику као што је полипропилен, PTFE и сл. јер се анализи могу адсорбовати на ове материјале.

За лабораторијско испитивање полицикличких ароматичних угљоводоника у какау и производима од какаа, утврђивање садржаја масти спроводи се у складу са методом АОАС 963.15. За утврђивање садржаја масти у какао зрну (какаоовцу) могу се применити и друге методе чији је поступак истоветан поступку утврђивања садржаја масти за који се може доказати да се употребљеним поступком за утврђивање садржаја масти добија једнака вредност садржаја масти.

### *В.2.3. Обрада узорка који је примљен у лабораторији*

Цео збирни узорак треба фино самлети (када је то неопходно) и детаљно измешати користећи поступак којим се доказано постиже потпуна хомогенизација.

### *В.2.4. Контролни узорци и узорци за суперанализу*

Контролни узорци и узорци за суперанализу узимају се из хомогенизованог материјала (збирног узорка).

## В.3. Методе испитивања

### *В.3.1. Дефиниције*

1)  $r$  је поновљивост, односно вредност испод које се може, са одређеном вероватноћом (обично 95 %), очекивати да ће износити апсолутна разлика између вредности резултата појединачних испитивања спроведених у условима поновљивости (нпр. исти узорак, исти испитивач, исти инструмент, иста лабораторија и кратак временски размак спровођења), па је због тога  $r = 2,8 \times s_r$ ;

2)  $s_r$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости;

3)  $RSD_r$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости

$$RSD_r = \frac{s_r}{x} \times 100$$

4)  $R$  је обновљивост, односно вредност испод које се може, са одређеном вероватноћом (обично 95 %), очекивати да ће износити апсолутна разлика између вредности резултата појединачних тестова спроведених у условима обновљивости (нпр. на идентичном материјалу који су испитивачи добили користећи стандардизовану методу за испитивање у различитим лабораторијама)  $R = 2,8 \times s_r$ ;



5)  $S_R$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости;

6)  $RSD_R$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости

$$RSD_R = \frac{S_R}{x} \times 100$$

7)  $LOD$  је граница детекције, односно најмањи измерени садржај из кога се, са оправданом статистичком вероватноћом, може утврдити присуство анализата. Нумерички, граница детекције једнака је трострукој стандардној девијацији средње вредности слепих проба ( $n > 20$ );

8)  $LOQ$  је граница квантификације, односно најмања количина анализата који се може одредити уз одређену статистичку вероватноћу. Ако су и тачност и прецизност константне у концентрацијском распону око границе детекције, тада је граница квантификације нумерички једнака шестерострукој или десетерострукој стандардној девијацији средње вредности слепих проба ( $n > 20$ );

9)  $HORRAT^5_r$  је примећена  $RSD_r$  подељена са  $RSD_r$  вредношћу која је процењена уз помоћ Horwitz-ове једначине<sup>6</sup> (модификоване) (видети подтачку В.3.3.1. - *Напомене за критеријуме изводљивости*), користећи претпоставку да је  $r = 0,66 R$ ;

10)  $HORRAT^5_R$  је примећена  $RSD_R$  подељена са  $RSD_R$  вредношћу која је процењена уз помоћ Horwitz-ове једначине<sup>6</sup> (модификоване) (видети подтачку В.3.3.1. - *Напомене за критеријуме изводљивости*);

11)  $u$  је комбинована стандардна мерна несигурност добијена коришћењем појединачних стандардних мерних несигурности које су у вези са улазним количинама у мерном моделу<sup>7</sup>;

12)  $U$  је проширена мерна несигурност, користећи фактор покривености 2 који даје ниво поузданости од око 95 %;

13)  $Uf$  је највећа стандардна мерна несигурност.

### В.3.2. Општи захтеви

За лабораторијска испитивања нивоа неорганског калаја примењују се лабораторијске методе које се примењују за укупни калај.

За лабораторијска испитивања олова у вину примењују се методе и правила које је утврдио OIV<sup>8</sup>, у складу са посебним прописом.

За лабораторијска испитивања нивоа неорганског арсена примењују се лабораторијске методе које се примењују за укупни арсен.

Ако је укупна концентрација арсена испод максимално дозвољене концентрације за неоргански арсен не спроводи се додатно испитивање и сматра се да је узорак у складу са максимално дозвољеним концентрацијама за неоргански арсен.

<sup>5</sup> Horwitz W. e Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095- 1109.

<sup>6</sup> Thompson, Analyst, 2000, стр. 125 и 385-386.

<sup>7</sup> Међународни речник метрологије - Основни и општи појмови и придружени појмови (VIM), JCGM 200: 2008 (*International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008*).

<sup>8</sup> Међународна организација за винову лозу и вино (*Organisation internationale de la vigne et du vin – International Organisation of Vine and Wine*).

Ако је укупна концентрација арсена на нивоу максимално дозвољене концентрације или изнад ње, спроводи се додатно испитивање како би се утврдило да ли је концентрација неорганског арсена изнад максимално дозвољене концентрације за неоргански арсен.

### В.3.3. Посебни захтеви

#### В.3.3.1. Критеријуми изводљивости

Када нису прописане посебне методе за одређивање контаминената у храни, лабораторије могу да изаберу било коју валидовану методу испитивања за одређени контаминент, под условом да изабрана метода испуњава посебне критеријуме изводљивости утврђене у таб. 5, 6. и 7. Ако је могуће, валидација укључује цертификован референтни материјал.

Табела 5.

Критеријуми изводљивости за методе испитивања олова, кадмијума, живе и неорганског калаја

Параметар	Критеријум
Применљивост	Храна наведена у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни
Специфичност	Без спектралних интерференција или утицаја матрикса
Поновљивост ( $RSD_r$ )	$HORRAT_r$ мање од 2
Обновљивост ( $RSD_R$ )	$HORRAT_R$ мање од 2
Искоришћење	Примењује се одељак Д, пододељак Д.1., тачка Д.1.2.
$LOD$	= три десетине $LOQ$ -а

Параметар	Критеријум				
$LOQ$	Неоргански калај	$\leq 10 \text{ mg/kg}$			
	Олово	$ML \leq 0,01 \text{ mg/kg}$	$0,01 < ML \leq 0,02 \text{ mg/kg}$	$0,02 < ML < 0,1 \text{ mg/kg}$	$ML \geq 0,1 \text{ mg/kg}$
		$\leq ML$	$\leq$ две трећине $ML$ -а	$\leq$ две петине $ML$ -а	$\leq$ једна петина $ML$ -а
	Кадмијум, жива, неоргански арсен	$ML \text{ je } < 0,100 \text{ mg/kg}$		$ML \text{ je } \geq 0,100 \text{ mg/kg}$	
	$\leq$ две петине $ML$ -а		$\leq$ једна петина $ML$ -а		

$ML$  = максимални ниво (maximum level)

Табела 6.  
Критеријуми изводљивости за методе испитивања  
3- монохлорпропандиола (3-MCPD)

Параметар	Критеријум
Применљивост	Храна наведена у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни
Специфичност	Без спектралних интерференција или утицаја матрикса
Теренска слепа проба	Мање од $LOD$
Поновљивост ( $RSD_r$ )	0,66 пута $RSD_r$ како је добијена из Horwitz-ове једначине (модификоване)
Обновљивост ( $RSD_R$ )	Добијена из Horwitz-ове једначине (модификоване)
Искоришћење	75 - 110%
$LOD$	$\leq 5 \mu\text{g/kg}$ (изражено на суву материју)
$LOQ$	$\leq 10 \mu\text{g/kg}$ (изражено на суву материју)

Табела 7.  
Критеријуми изводљивости за методе испитивања  
полицикличних ароматичних угљоводоника

Четири полицикличка ароматична угљоводоника, на које се примењују критеријуми, јесу: бензо(а)пирен, бензо(а)антрацен, бензо(б)флуорантен и кризен.

Параметар	Критеријум
Применљивост	Храна наведена у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни
Специфичност	Без спектралних интерференција или утицаја матрикса
Поновљивост ( $RSD_r$ )	$HORRAT_r$ вредности мање од 2
Обновљивост ( $RSD_R$ )	$HORRAT_R$ вредности мање од 2
Искоришћење	50 - 120%
$LOD$	$\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$ за сваку од четири супстанце
$LOQ$	$\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$ за сваку од четири супстанце

*Напомене за критеријуме изводљивости:*

Horwitz-ова једначина<sup>9</sup> (за концентрације  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) и модификована Horwitz-ова једначина<sup>10</sup> (за концентрације  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) су генерализоване једначине за прецизност, независне од анализата и матрикса и зависе искључиво од концентрације за све рутинске методе испитивања.

Модификована Horwitz-ова једначина за концентрације  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ :

$RSD_R = 22 \%$  где је:

–  $RSD_R$  релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у условима обновљивости

<sup>9</sup> W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980, 63, 1344.

<sup>10</sup> Thompson, Analyst, 2000, стр. 125 и 385-386.

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100$$

–  $C$  однос концентрације (тј. 1 = 100 g/100g, 0,001 = 1.000 mg/kg).  
Модификована Horwitz-ова једначина примењује се за концентрације  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Horwitz-ова једначина за концентрације  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)} \text{ где је:}$$

–  $RSD_R$  релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у условима обновљивости

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100$$

–  $C$  однос концентрације (тј. 1 = 100 g/100g, 0,001 = 1.000 mg/kg).  
Модификована Horwitz-ова једначина примењује се за концентрације  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

### В.3.3.2. Приступ „примереност за примену”

За интерно валидоване методе може се користити приступ „примереност за примену”<sup>11</sup>, као алтернатива за процену њихове примерености за службену контролу. проценила исправност методе испитивања. Методе које су примерене за службену контролу треба да дају резултате са комбинованом стандардном мерном несигурношћу ( $u$ ) која је мања од највеће стандардне мерне несигурности израчунате уз помоћ следеће формуле:

$$Uf = \sqrt{(\text{LOD}/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

где је:

- $Uf$  највећа стандардна мерна несигурност ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- граница детекције значи граница детекције методе ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ), а која испуњава критеријуме изводљивости из подтачке В.3.3.1. за релевантну концентрацију;
- $C$  релевантна концентрација ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $\alpha$  нумерички фактор који се користи у зависности од вредности  $C$ , а вредности које се користе дате су у табели 8. овог прилога.

Табела 8.

Нумеричке вредности које се користе за константу  $\alpha$ ,  
у зависности од релевантне концентрације

$C$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51 до 500	0,18
501 до 1.000	0,15
1.001 до 10.000	0,12
$> 10.000$	0,1

<sup>11</sup> M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, стр. 10. и 471.-478.

Испитивач треба да користи и следећи документ: Извештај о односу између аналитичких резултата, мерне несигурности, фактора искоришћења и одредаба ЕУ законодавства о храни и храни за животиње<sup>12</sup>.

## Г) ИЗВЕШТАВАЊЕ И ТУМАЧЕЊЕ РЕЗУЛТАТА

### Г.1. Извештавање

#### *Г.1.1. Изражавање резултата*

Резултати се изражавају у истим јединицама и заокружују се на исти број децимала као и максималне концентрације утврђене у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни.

#### *Г.1.2. Израчунавање искоришћења*

Ако је у аналитичкој методи коришћен поступак екстракције, аналитички резултат се коригује за искоришћење. У том случају, у извештају се наводи ниво искоришћења.

Ако се у аналитичкој методи не примењује екстракција (нпр. код метала), резултат се не коригује за искоришћење, ако је правилним коришћењем одговарајућег сертификованог референтног материјала доказано да је добијена сертификована концентрација унутар граница мерне несигурности (тј. велика тачност мерења). У случају да је резултат изражен без корекције за искоришћење, то треба и да се наведе у извештају.

#### *Г.1.3. Мерна несигурност*

Резултат испитивања изражава се као  $x \pm U$ , где је  $x$  аналитички резултат, а  $U$  је проширена мерна несигурност, уз фактор покривања 2 који даје ниво поузданости од приближно 95% ( $U = 2u$ ).

Испитивач треба да користи и следећи документ: Извештај о односу између аналитичких резултата, мерне несигурности, фактора искоришћења и одредаба ЕУ законодавства о храни и храни за животиње<sup>13</sup>.

### Г.2. Тумачење резултата

#### *Г.2.1. Прихватање производне партије/подпартије*

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат за лабораторијски узорак не прелази одговарајућу максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминаната у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност и корекцију резултата за искоришћење, ако је у коришћеној аналитичкој методи примењен поступак екстракције.

#### *Г.2.2. Одбијање производне партије/подпартије*

<sup>12</sup> Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation, [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf).

<sup>13</sup> Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation, [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf).

Производна партија или подпартија се одбија ако аналитички резултат за лабораторијски узорак прелази одговарајућу максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност и корекцију резултата за искоришћење, ако је у коришћеној аналитичкој методи примењен поступак екстракције.

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА И КРИТЕРИЈУМИ ЗА ПРИПРЕМУ УЗОРАКА  
И ЗА МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА СЛУЖБЕНУ  
КОНТРОЛУ НИВОА МИКОТОКСИНА У ХРАНИ<sup>14</sup>

1. МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ  
НИВОА МИКОТОКСИНА У ХРАНИ<sup>15</sup>

А) ОПШТА ПРАВИЛА

А.1. Сврха и циљ

Узорци намењени за службену контролу нивоа микотоксина у храни узимају се у складу са методама утврђеним у овом прилогу. Тако добијени збирни узорци сматрају се репрезентативним за производне партије. Усклађеност са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминената у храни, утврђује се на основу нивоа утврђених у лабораторијским узорцима.

А.2. Дефиниције

Примењују се дефиниције из Прилога 1. одељак А), овог правилника.

А.3. Општа правила

*А.3.1. Лице које обавља узорковање*

Узорковање обавља надлежни инспектор у складу са поделом надлежности утврђене прописима о безбедности хране.

*А.3.2. Храна која се узоркује*

Свака производна партија коју треба испитивати узоркује се посебно. У складу са посебним правилима за узорковање за различите микотоксине, велике производне партије деле се у подпартије које се узоркују посебно.

*А.3.3. Мере предострожности*

Током узорковања хране и припреме узорака предузимају се мере предострожности како би се избегле било какве промене које би могле:

- утицати на садржај микотоксина;

---

<sup>14</sup> Овај прилог правилника усклађен је са Уредбом Комисије (ЕЗ) бр. 401/2006 од 23. фебруара 2006. године о утврђивању метода за узорковање и испитивање за службену контролу нивоа микотоксина у храни (*Commission Regulation (EC) No 401/2006 of 23 February 2006 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs*).

<sup>15</sup> Смернице за надлежне органе за контролу усклађености са законодавством ЕУ о афлатоксинима доступне су на: [http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin\\_guidance\\_en.pdf](http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin_guidance_en.pdf). Смерницама се дају додатне практичне информације, али информације садржане у смерницима су подређене одредбама утврђеним у овом правилнику.

- негативно утицати на аналитичко одређивање;
- на збирне узорке и учинити их нерепрезентативним;
- безбедност хране узоркованих производних партија.

Такође, треба предузети све потребне мере за заштиту лица која узимају узорке.

#### *А.3.4. Појединачни узорци*

Када год је то могуће, појединачни узорци се узимају са различитих места у производној партији или подпартији.

Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из дела 1, одељак А), пододељак А.3., тачка А.3:8. овог прилога.

#### *А.3.5. Припрема збирног узорка*

Збирни узорак се добија обједињавањем појединачних узорака.

#### *А.3.6. Поновљени узорци*

Поновљени узорци, односно контролни узорци и узорци за суперанализу узимају се из хомогенизованог збирног узорка.

#### *А.3.7. Паковање и пренос (испорука) узорака*

Сваки узорак се ставља у чисту, инертну посуду која пружа одговарајућу заштиту од контаминације и оштећења у транспорту. Потребно је предузети све мере предострожности како би се избегла промена састава узорака до које би могло доћи током транспорта или складиштења.

#### *А.3.8. Пломбирање и означавање узорака*

Сваки узорак који се узима за службену контролу се пломбира и означава на месту узорковања.

О сваком узорковању сачињава се записник о узорковању који омогућава да свака производна партија или подпартија буде недвосмислено идентификована и у којем се наводи број производне партије/подпроизводне партије, датум и место узорковања, заједно са додатним подацима који би могли бити од користи при лабораторијском испитивању.

### **А.4. Различити типови производних партија (учесталост узорковања)**

Храном се може трговати у расутом стању, посудама или појединачним паковањима, попут врећа, врећица, малопродајних паковања. Метода узорковања може се применити на све различите облике у којима се производи стављају на тржиште.

Следећа формула може се користити за учесталост узорковања производних партија којима се тргује у појединачним паковањима, као што су вреће, врећице и малопродајна паковања:



$$\text{Учесталост узорковања (SF)} = \frac{\text{маса серије } X \text{ маса појединачног узорка}}{\text{маса збирног узорка } X \text{ маса појединачног паковања}}$$

где је:

- маса: у kg;
- учесталост узорковања (SF): свака n-та врећа или врећица из које треба да се узме појединачни узорак (децималне бројеве треба заокружити на најближи цео број).

## Б) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ЖИТАРИЦЕ И ПРОИЗВОДЕ ОД ЖИТАРИЦА

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин Б1, укупне афлатоксине, охратоксин А и токсине *Fusarium* плесни у житарицама и производима од житарица.

### Б.1. Маса појединачног узорка

Маса појединачног узорка треба да буде око 100 g, осим ако није друкчије утврђено у овом одељку. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 100 g, маса збирних узорака биће већа од 10 kg. Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 100 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 100 g као појединачни узорак.

То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији. Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд), тада се може применити алтернативна метода узорковања.

На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродајним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у табелама 1. и 2, под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у табелама 1. и 2.

Ако је маса малопродајног паковања мања од 100 g и ако разлика није много велика, једно малопродајно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 10 kg. Ако је маса малопродајног паковања много мања од 100 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродајних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 100 g.

### Б.2. Општи преглед методе узорковања за житарице и производе од житарица

Количина збирног узорка који је потребно узети, зависи од укупне количине производне партије из које се узима узорак.

У Табели 1 дате су величине збирног узорка у зависности од величине производне партије.

Табела 1.

Дељење производних партија на подпартије  
у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне партије (у t)	Маса или број подпартија	Број појединачних узорака	Збирни узорак (у kg)
Житарице и производи од житарица	> 300 и < 1500	3 подпартије	100	10
	≥ 50 и ≤ 300	100 t	100	10
	< 50	–	3 – 100(*)	1 – 10
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 2.овог прилога				

Б.3. Метода узорковања за житарице и производе од житарица за производне партије ≥ 50 t

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са Табелом 1. овог прилога.

Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%. У случају да се производна партија не може физички раздвојити на подпартије, из производне партије је потребно узети најмање 100 појединачних узорака.

За производне партије > 500 t број појединачних узорака предвиђен је у делу 1, одељак К, тачка К.2. овог прилога.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100, а маса збирног узорка је 10 kg.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због неприхватљивих комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

Алтернативна метода узорковања може се такође применити и у случајевима кад је практично немогуће применити претходно наведену методу узорковања. То је на пример случај када се велике производне партије житарица складиште у складиштима (магацинима) или када се житарице складиште у силосима<sup>16</sup>.

Б.4. Метода узорковања за житарице и производе од житарица за производне партије < 50 t

<sup>16</sup> Узорковање тих производних партија спроводи се у складу са правилима утврђеним у делу 1, одељак Ј) овог прилога. Смернице за узорковање великих серија наводе се у смерницама које су доступне на следећој веб- страници: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf>.

Правила узорковања која, у складу са SRPS EN ISO 24333:2012 (Житарице и производи од житарица – Узорковање) или GAFTA (The Grain and Feed Trade Association) Sampling Rules No. 124 (GAFTA правила узорковања бр. 124), примењују субјекти у пословању са храном како би осигурали усклађеност са одредбама прописа о храни, истоветна су правилима узорковања утврђеним у делу 1, одељак Ј) овог прилога.

У погледу узорковања производних партија на присуство токсина *Fusarium* плесни, правила узорковања која у, складу са SRPS EN ISO 24333:2012 (Житарице и производи од житарица – Узорковање) или GAFTA правилима узорковања бр. 124, примењују субјекти у пословању са храном, како би осигурали усклађеност са одредбама прописа о храни, истоветна су правилима узорковања утврђеним у делу 1, одељак Б) овог прилога.

За производне партије житарица и производа од житарица мање од 50 t, користи се план узорковања од 10 до 100 појединачних узорака, у зависности од масе производне партије, што даје збирни узорак од 1 до 10 kg. За веома мале производне партије ( $\leq 0,5$  t), узима се мањи број појединачних узорака, али тако да маса збирног узорка, који обухвата све појединачне узорке, треба да буде најмање 1 kg.

Табела 2. користи се за одређивање броја појединачних узорака које треба узети.

Табела 2.  
Број појединачних узорака које треба узети у зависности од масе производне партије житарица и производа од житарица

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 - \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 - \leq 1$	10	1
$> 1 - \leq 3$	20	2
$> 3 - \leq 10$	40	4
$> 10 - \leq 20$	60	6
$> 20 - \leq 50$	100	10

#### Б.5. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована. У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>17</sup>.

#### Б.6. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако је аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир мерну несигурност и корекцију за аналитички принос.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију резултата за аналитички принос и мерну несигурност.

#### В) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА СУШЕНО ВОЋЕ, УКЉУЧУЈУЋИ СУВО ГРОЖЂЕ И ПРОИЗВОДЕ ОД СУШЕНОГ ВОЋА,

<sup>17</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

## ОСИМ СУВИХ СМОКАВА

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у сувом воћу (осим сувих смокава) и ократоксин А у сувом бобичастом воћу (рибизла, суво грожђе, бело суво грожђе-султана).

## В.1. Маса појединачног узорка

Маса појединачног узорка треба да буде око 100 g, осим ако није другачије утврђено у овом одељку. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 100 g, маса збирних узорака биће већа од 10 kg. Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 100 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 100 g као појединачни узорак. То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији. Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд.), тада се може применити алтернативна метода узорковања. На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродајним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у табелама 3. и 4. овог прилога, под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у таб. 3. и 4. овог прилога.

Ако је маса малопродајног паковања мања од 100 g и ако разлика није много велика, једно малопродајно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 10 kg. Ако је маса малопродајног паковања много мања од 100 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродајних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 100 g.

## В.2. Општи преглед методе узорковања за суво воће, осим сувих смокава

Табела 3.

Дељење производних партија на подпартије у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне партије (у t)	Маса или број подпартија	Број појединачних узорака	Збирни узорак (у kg)
Сушено воће	$\geq 15$	15 – 30 t	100	10
	$< 15$	–	10 – 100(*)	1 – 10
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 4				

В.3. Метода узорковања за суво воће (производне партије  $\geq 15$  t), осим сувих смокава

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са Табелом 3. овог прилога.

Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100, а маса збирног узорка је 10 kg.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

#### В.4. Метода узорковања за суво воће (производне партије < 15 t), осим сувих смокава

За производне партије сувог воћа (осим сувих смокава) мање од 15 t, користи се план узорковања од 10 до 100 појединачних узорака, у зависности од тежине производне партије, што даје збирни узорак од 1 до 10 kg.

Табела 4. се користи за одређивање броја појединачних узорака које треба узети.

Табела 4.

Број појединачних узорака које треба узети у зависности од масе производне партије сувог воћа

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 – ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 – ≤ 0,5	20	2
> 0,5 – ≤ 1,0	30	3
> 1,0 – ≤ 2,0	40	4
> 2,0 – ≤ 5,0	60	6
> 5,0 – ≤ 10,0	80	8
> 10,0 – ≤ 15,0	100	10

#### В.5. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, у складу са правилима утврђеним у одељку. Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована.

У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>18</sup>.

<sup>18</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

#### В.6. Посебна правила за узорковање сувог воћа, осим сувих смокава, које се продаје у вакуумским паковањима

За производне партије масе једнаке или веће од 15 t узима се најмање 25 појединачних узорака који чине 10 kg збирног узорка, а за производне партије масе мање од 15 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 4, што чини збирни узорак чија маса одговара тежини узорковане серије (видети Табелу 4.).

#### В.7. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако је аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир мерну несигурност и корекцију за аналитички принос.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност и корекцију резултата за аналитички принос.

### Г) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА СУВЕ СМОКВЕ, КИКИРИКИ, ЈЕЗГРАСТО ВОЋЕ И ОРАШАСТЕ ПЛОДОВЕ

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у сувим смокавама, кикирикију, језграстом воћу и орашастим плодовима.

#### Г.1. Метода узорковања за суве смокве

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у сувим смокавама.

##### *Г.1.1. Маса појединачног узорка*

Маса појединачног узорка треба да буде око 300 g, осим ако није друкчије утврђено у овом одељку. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 300 g, маса збирних узорака биће већа од 30 kg. Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 300 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 300 g као појединачни узорак. То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији.

Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд.), тада се

може применити алтернативна метода узорковања. На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродажним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у таб. 5, 6. и 7., под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у таб. 5, 6. и 7.

Ако је маса малопродажног паковања мања од 300 g и ако разлика није много велика, једно малопродажно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 30 kg. Ако је маса малопродажног паковања много мања од 300 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродажних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 300 g.

#### *Г.1.2. Општи преглед методе узорковања за суве смокве*

Табела 5.  
Дељење производних партија на подпартије  
у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне партије (у t)	Маса или број подпартија	Број појединачних узорака	Збирни узорак (у kg)
Суве смокве	$\geq 15$	15 – 30 t	100	30
	$< 15$	–	10 – 100(*)	$\leq 30$
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 6				

#### *Г.1.3. Метода узорковања за суве смокве (производне партије $\geq 15 t$ )*

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са Табелом 5. Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100.

Маса збирног узорка је 30 kg и он се пре мљења меша и дели у три једнака лабораторијска узорка по 10 kg (ова подела на три лабораторијска узорка није потребна у случају сувих смокава које се подвргавају даљем сортирању или другом физичком поступку и ако је на располагању опрема помоћу које се може хомогенизовати узорак масе 30 kg).

Сваки лабораторијски узорак масе 10 kg посебно се ситно самеле и темељно промеша, како би се постигла потпуна хомогенизација, у складу са правилима утврђеним у делу 2. овог прилога.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

#### *Г.1.4. Метода узорковања за суве смокве (производне партије $< 15 t$ )*

Број појединачних узорака које треба узети зависи од масе производне партије, и најмањи број је 10 и највећи број појединачних узорака је 100.

Табела 6. се користи за одређивање броја појединачних узорака које треба узети, као и за каснију поделу збирног узорка.

Табела 6.  
Број појединачних узорака које треба узети у зависности од масе производне партије и броју подделова збирног узорка

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg) (у случају малопродажних паковања, маса збирног узорка може се раз-ликовати – видети тачку Г.1.1.)	Број лабораторијских узорака из збирног узорка
$\leq 0,1$	10	3	1 (без поделе)
$> 0,1 - \leq 0,2$	15	4,5	1 (без поделе)
$> 0,2 - \leq 0,5$	20	6	1 (без поделе)
$> 0,5 - \leq 1,0$	30	9 ( $- < 12$ kg)	1 (без поделе)
$> 1,0 - \leq 2,0$	40	12	2
$> 2,0 - \leq 5,0$	60	18 ( $- < 24$ kg)	2
$> 5,0 - \leq 10,0$	80	24	3
$> 10,0 - \leq 15,0$	100	30	3

Маса збирног узорка је  $\leq 30$  kg и он се пре млевења меша и дели на два или три једнака лабораторијска узорка по  $\leq 10$  kg (ова подела на два или три лабораторијска узорка није потребна у случају сувих смокава које се подвргавају даљем сортирању или другом физичком поступку и ако је на располагању опрема помоћу које се може хомогенизовати узорак масе 30 kg).

У случајевима када је маса збирног узорка мања од 30 kg, збирни узорак се дели у лабораторијске узорке у складу са следећим смерницама:

- $< 12$  kg: без поделе на лабораторијске узорке;
- $\geq 12 - < 24$  kg: подела на два лабораторијска узорка;
- $\geq 24$  kg: подела на три лабораторијска узорка.

Сваки лабораторијски узорак посебно се ситно самеле и темељно премеша, како би се постигла потпуна хомогенизација, у складу са правилима утврђеним у делу 2. овог прилога.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

#### *Г.1.5. Метода узорковања за прерађене производе и сложену храну*

##### **Г.1.5.1. Прерађени производи са врло малом масом честица**



(хомогена дистрибуција контаминације афлатоксином)

Број појединачних узорака је 100; а за производне партије испод 50 t број појединачних узорака је од 10 до 100, у зависности од маси производне партије (видети табелу 7.)

Табела 7.  
Број појединачних узорака које треба узети  
у зависности од масе производне партије

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$\leq 1$	10	1
$> 1 - \leq 3$	20	2
$> 3 - \leq 10$	40	4
$> 10 - \leq 20$	60	6
$> 20 - \leq 50$	100	10

Маса појединачног узорка је око 100 g. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

Маса збирног узорка је од 1 до 10 kg, добро промешан.

#### Г.1.5.2. Остали прерађени производи са релативно великом величином честица (хетерогена дистрибуција контаминације афлатоксином)

Метода узорковања и прихватљивост као за суве смокве (тачке Г.1.3. и Г.1.4.).

##### *Г.1.6. Узорковање у фази малопродаје*

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, могу се применити друге ефективне методе узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована.

У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>19</sup>.

##### *Г.1.7. Посебна метода узорковања за вакуумски упаковане суве смокве и прерађене производе*

###### Г.1.7.1. Суве смокве

<sup>19</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

За производне партије масе 15 t или више узима се најмање 50 појединачних узорака од којих се добија збирни узорак масе 30 kg, а за производне партије чија је маса мања од 15 t, узима се 50 % од броја појединачних узорака наведених у табели 6. што резултира збирним узорком чија маса одговара маси узорковане производне партије (видети табелу 6.).

#### Г.1.7.2. Производи добијени од сувих смокава са малом величином честица

За производне партије масе 50 t или више узима се најмање 25 појединачних узорака од којих се добија збирни узорак масе 10 kg.

За производне партије чија је маса мања од 50 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 7., што резултира збирним узорком чија маса одговара маси узорковане производне партије (видети табелу 7.).

#### Г.1.8. Прихватање производне партије или подпартије

За суве смокве подвргнуте сортирању или другом физичком поступку:

- производна партија или подпартија се прихвата ако је збирни узорак или просек лабораторијских узорака у складу са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир мерну несигурност и корекцију за аналитички принос;

- производна партија или подпартија се не прихвата ако збирни узорак или просек лабораторијских узорака без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир мерну несигурност и корекцију за аналитички принос.

За суве смокве намењене директној исхрани људи:

- производна партија или подпартија се прихвата ако ни један од лабораторијских узорака не прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир мерну несигурност и корекцију за аналитички принос;

- производна партија или подпартија се не прихвата ако један или више лабораторијских узорака без сумње прелазе максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност и корекцију резултата за аналитички принос.

У случајевима када је маса збирног узорка 12 kg или мања:

- производна партија или подпартија се прихвата ако је лабораторијски узорак у складу са максималном концентрацијом утврђеном посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност;

- производна партија или подпартија се не прихвата ако лабораторијски узорак без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за искоришћење и мерну несигурност.

## Г.2. Метода узорковања за кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове

Ова метода узорковања користи се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у кикирикију, семенкама других уљарица, коштицама кајсије, језграстом воћу и орашастим плодовима.

Ова метода узорковања се примењује и на службену контролу максималних концентрација утврђених за охратоксин А, афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у зачинима чије су честице релативно велике (величина честица упоредива са кикирикијем или већа, нпр. мускатни орашчић).

### Г.2.1. Маса појединачног узорка

Маса појединачног узорка треба да буде око 200 g, осим ако није друкчије утврђено у овом одељку.

У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 200 g, маса збирних узорака биће већа од 20 kg.

Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 200 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 200 g као појединачни узорак. То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији.

Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд.), тада се може применити алтернативна метода узорковања.

На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродајним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у таб. 8, 9. и 10., под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у таб. 8, 9. и 10.

Ако је маса малопродајног паковања мања од 200 g и ако разлика није много велика, једно малопродајно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 20 kg.

Ако је маса малопродајног паковања много мања од 200 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродајних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 200 g.

### Г.2.2. Општи преглед методе узорковања за кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове

#### Табела 8.

Дељење производних партија на подпартије  
у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне партије (у t)	Маса или број подпартија	Број појединачних узорака	Збирни узорак (у kg)
Кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодови	$\geq 500$	100 t	100	20
	$> 125$ и $< 500$	5 подсерија	100	20
	$\geq 15$ и $\leq 125$	25 t	100	20
	$< 15$	–	10 – 100(*)	$\leq 20$
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 9				

*Г.2.3. Метода узорковања за кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове (производне партије  $\geq 15$  t)*

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са Табелом 8. Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100.

Маса збирног узорка је 20 kg и он се пре млевења меша и дели на два једнака лабораторијска узорка по 10 kg (ова подела на два лабораторијска узорка није потребна у случају кикирикија, семенки других уљарица, коштица кајсије, језграстог воћа и орашастих плодова које се подвргава даљем сортирању или другом физичком поступку и ако је на располагању опрема помоћу које се може хомогенизовати узорак масе 20 kg).

Сваки лабораторијски узорак масе 10 kg посебно се ситно самеле и темељно промеша, како би се постигла потпуна хомогенизација, у складу са правилима утврђеним у делу 2. овог прилога.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

*Г.2.4. Метода узорковања за кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове (производне партије  $< 15$  t)*

Број појединачних узорака које треба узети зависи од масе производне партије, и најмањи број је 10 и највиши број појединачних узорака је 100.

Табела 9. се користи за одређивање броја појединачних узорака које треба узети, као и за каснију поделу збирног узорка.

Табела 9.

Број појединачних узорака које треба узети у зависности

од масе производне партије и броју поделова збирног узорка

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg) (у случају малопродајних паковања, маса збирног узорка може се разликовати – видети тачку Г.2.1.)	Број лабораторијских узорака из збирног узорка
≤ 0,1	10	2	1 (без поделе)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	3	1 (без поделе)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	4	1 (без поделе)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	6	1 (без поделе)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	8 (< 12 kg)	1 (без поделе)
> 2,0 – ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 – ≤ 15,0	100	20	2

Маса збирног узорка је ≤ 20 kg и он се пре мљења меша и дели на два једнака лабораторијска узорка по ≤ 10 kg (ова подела на два лабораторијска узорка није потребна у случају кикирикија, семенки других уљарица, коштица кајсије, језграстог воћа и орашастих плодова које се подвргавају даљем сортирању или другом физичком поступку и ако је на располагању опрема помоћу које се може хомогенизовати узорак масе 20 kg).

У случајевима када је маса збирног узорка мања од 20 kg, збирни узорак се дели у лабораторијске узорке у складу са следећим смерницама:

- < 12 kg: без поделе на лабораторијске узорке;
- ≥ 12 kg: подела на два лабораторијска узорка.

Сваки лабораторијски узорак посебно се ситно самеле и темељно промеша, како би се постигла потпуна хомогенизација, у складу са правилима утврђеним у делу 2. овог прилога.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

#### *Г.2.5. Метода узорковања за прерађене производе (осим биљних уља) и сложену храну*

##### **Г.2.5.1. Прерађени производи (осим биљних уља) са малом величином честица, тј. брашно и кикирики путер (хомогена дистрибуција контаминације афлатоксином)**

Број појединачних узорака је 100; а за производне партије испод 50 t број појединачних узорака је од 10 до 100, у зависности од маси производне партије (видети табелу 10.).

Табела 10.

Број појединачних узорака које треба узети  
у зависности од масе производне партије

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$\leq 1$	10	1
$> 1 - \leq 3$	20	2
$> 3 - \leq 10$	40	4
$> 10 - \leq 20$	60	6
$> 20 - \leq 50$	100	10

Маса појединачног узорка је око 100 g. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

Маса збирног узорка је од 1 до 10 kg, добро промешан.

Г.2.5.2. Прерађени производи са релативно великом величином честица (хетерогена дистрибуција контаминације афлатоксином)

Метода узорковања и прихватљивост као за кикирики, семенке других уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове (тачке Г.2.3. и Г.2.4. овог одељка).

Г.2.6. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, могу се применити друге ефективне методе узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована. У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>20</sup>.

Г.2.7. Посебна метода узорковања за вакуумски упакован кикирики, семенке осталих уљарица, коштице кајсије, језграсто воће, орашасте плодове и прерађене производе

Г.2.7.1. Пистаћи, кикирики, бразилски орах

За производне партије масе 15 t или више узима се најмање 50 појединачних узорака од којих се добија збирни узорак масе 20 kg, а за производне партије чија је маса мања од 15 t, узима се 50 % од броја појединачних узорака наведених у табели 9., што резултира збирним узорком чија маса одговара маси узорковане производне партије (видети табелу 9.).

Г.2.7.2. Коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодови

<sup>20</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

(осим питаћа и бразилског ораха) и семенке осталих уљарица

За производне партије масе 15 t или више узима се најмање 25 појединачних узорака од којих се добија збирни узорак масе 20 kg, а за производне партије чија је маса мања од 15 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 8., што резултира збирним узорком чија маса одговара маси узорковане производне партије (видети табелу 8.).

#### Г.2.7.3. Производи добијени од језграстог воћа, орашастих плодова, коштица кајсије и кикирикија са малом величином честица

За производне партије масе 50 t или више узима се најмање 25 појединачних узорака од којих се добија збирни узорак масе 10 kg, а за производне партије чија је маса мања од 50 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 10., што резултира збирним узорком чија маса одговара маси узорковане производне партије (видети табелу 10.).

#### Г.2.8. Прихватање производне партије или подпартије

За кикирики, семенке осталих уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове које се подвргава сортирању или другом физичком поступку:

- производна партија или подпартија се прихвата ако је збирни узорак или просек лабораторијских узорака у складу са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност;

- производна партија или подпартија се не прихвата ако збирни узорак или просек лабораторијских узорака без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

За кикирики, семенке осталих уљарица, коштице кајсије, језграсто воће и орашасте плодове намењене директној исхрани људи:

- производна партија или подпартија се прихвата ако ни један од лабораторијских узорака не прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност;

- производна партија или подпартија се не прихвата ако један или оба лабораторијска узорка без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

У случајевима када је маса збирног узорака 12 kg или мање:

- производна партија или подпартија се прихвата ако је лабораторијски узорак у складу са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност;

– производна партија или подпартија се не прихвата ако лабораторијски узорак без сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

## Д) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ЗАЧИНЕ

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за охратоксин А, афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у зачинима, осим у случајевима зачина чије су честице релативно велике (хетерогена дистрибуција контаминације микотоксином).

### Д.1. Маса појединачног узорка

Маса појединачног узорка треба да буде око 100 g, осим ако није друкчије утврђено у овом одељку. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 100 g, маса збирних узорака биће већа од 10 kg. Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 100 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 100 g као појединачни узорак. То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији.

Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд.), тада се може применити алтернативна метода узорковања. На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродајним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у таб. 1. и 2., под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у таб. 11. и 12.

Ако је маса малопродајног паковања мања од 100 g и ако разлика није много велика, једно малопродајно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 10 kg.

Ако је маса малопродајног паковања много мања од 100 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродајних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 100 g.

### Д.2. Општи преглед методе узорковања зачина

Табела 11.

Дељење производних партија на подпартије  
у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производ-не партије (у t)	Маса или број подпартија	Број појединачних узорака	Збирни узорак (у kg)
Зачини	$\geq 15$	25 t	100	10



	< 15	–	5 – 100(*)	0,5 – 10
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 12				

#### Д.3. Метода узорковања за зачине (производне партије $\geq 15$ t)

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са Табелом 11. Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100, а маса збирног узорка је 10 kg.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

#### Д.4. Метода узорковања за зачине (производне партије < 15 t)

За производне партије зачина мање од 15 t, користи се план узорковања од 5 до 100 појединачних узорака, у зависности од тежине производне партије, што даје збирни узорак од 0,5 до 10 kg.

Табела 12. се користи за одређивање броја појединачних узорака које треба узети.

Табела 12.

Број појединачних узорака које треба узети у зависности од масе производне партије зачина

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$\leq 0,01$	5	0,5
$> 0,01 - \leq 0,1$	10	1
$> 0,1 - \leq 0,2$	15	1,5

Наставак табеле 12.

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$> 0,2 - \leq 0,5$	20	2
$> 0,5 - \leq 1,0$	30	3
$> 1,0 - \leq 2,0$	40	4
$> 2,0 - \leq 5,0$	60	6
$> 5,0 - \leq 10,0$	80	8
$> 10,0 - \leq 15,0$	100	10

#### Д.5. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована. У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 0,5 kg<sup>21</sup>.

#### Д.6. Посебна метода узорковања за зачине, који се продају у вакуумским паковањима

За производне партије масе једнаке или веће од 15 t узима се најмање 25 појединачних узорака који чине 10 kg збирног узорка, а за производне партије масе мање од 15 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 12., што чини збирни узорак чија маса одговара тежини узорковане серије (видети табелу 12.).

#### Д.7. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији одређеног микотоксина утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка прелази максималну концентрацију одређеног микотоксина утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

### Ђ) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА МЛЕКО И МЛЕЧНЕ ПРОИЗВОДЕ; ПОЧЕТНЕ И ПРЕЛАЗНЕ ФОРМУЛЕ ЗА ОДОЈЧАД, УКЉУЧУЈУЋИ ПОЧЕТНО И ПРЕЛАЗНО МЛЕКО ЗА ОДОЈЧАД

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за афлатоксин М1 у млеку и млечним производима и почетним и прелазним формулама за одојчад, укључујући почетно и прелазно млеко за одојчад, као и у храни за посебне медицинске намене (млеко и млечни производи) намењеној искључиво за одојчад.

#### Ђ.1. Метода узорковања за млеко, млечне производе, почетне и прелазне формуле за одојчад, укључујући почетно и прелазно млеко за одојчад

Маса збирног узорка је најмање 1 kg или 1 литар, осим ако то није могуће, тј. када се узорак састоји од једне боце. Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије наведен је у табели 13. Број

<sup>21</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 0,5 kg, маса збирног узорка може бити мања од 0,5 kg.

одређених појединачних узорака је функција уобичајеног облика у којем се дотични производи стављају на тржиште.

У случају течних производа у расутом стању, производна партија мора, непосредно пре узорковања, бити добро промешана колико год је то могуће и у мери у којој то не утиче на квалитет производа, било ручно или механичким средствима. У том случају, претпоставља се да је дистрибуција афлатоксина М1 унутар дотичне серије хомогена. Стога је довољно узети три појединачна узорка из производне партије како би се формирао збирни узорак.

Појединачни узорци, који често могу бити боца или паковање, треба да буду сличне масе. Маса појединачног узорка мора бити најмање 100 g, што даје збирни узорак од најмање 1 kg или 1 литра.

Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из дела 1, одељак А), пододељак А.3. тачка А.3.8. овог прилога.

Табела 13.

Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије

Облик паковања	Запремина или маса производне партије (у литрима или kg)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети	Најмања запремина или маса збирног узорка (у литрима или kg)
Расуто стање	–	3 – 5	1
Боце/паковања	≤ 50	3	1
Боце/паковања	50 до 500	5	1
Боце/паковања	> 500	10	1

### Ђ.2. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована<sup>22</sup>.

### Ђ.3. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако је аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка одговара максималној концентрацији афлатоксина М1 утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност (или границу одлучивања – видети део 2, одељак 4), пододељак 4.4. овог прилога).

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка прелази максималну концентрацију афлатоксина М1 утврђену посебним прописом којим се уређују

<sup>22</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност (или границу одлучивања – видети део 2, одељак 4), пододељак 4.4. овог прилога).

### Е) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА КАФУ, ПРОИЗВОДЕ ОД КАФЕ, СЛАДИЋ/СЛАТКИ КОРЕН И ЕКСТРАКТ СЛАДИЋА/СЛАТКОГ КОРЕНА

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за охратоксин А у прженој кафи у зрну, прженој млевеној кафи, инстант кафи, сладићу/слатком корену и екстракту сладића/слатког корена.

#### Е.1. Маса појединачног узорка

Маса појединачног узорка треба да буде око 100 g, осим ако није друкчије утврђено у овом одељку.

У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања.

У случају малопродајних паковања тежих од 100 g, маса збирних узорака биће већа од 10 kg. Ако је маса појединачног малопродајног паковања много већа од 100 g тада се, из сваког појединачног малопродајног паковања, узима 100 g као појединачни узорак. То се може учинити или приликом узорковања или у лабораторији.

Међутим, у случајевима када би таква метода узорковања проузроковала неприхватљиве комерцијалне последице због оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава итд.), тада се може применити алтернативна метода узорковања.

На пример, у случајевима када се вредан производ ставља на тржиште у малопродајним паковањима од 500 g или 1 kg, збирни узорак се може добити обједињавањем одређеног броја појединачних узорака који је мањи од броја наведеног у табела 1. и 2, под условом да маса збирног узорка буде једнака тежини збирног узорка наведеног у табелама 14. и 15.

Ако је маса малопродајног паковања мања од 100 g и ако разлика није много велика, једно малопродајно паковање се сматра једним појединачним узорком, што даје збирни узорак мањи од 10 kg.

Ако је маса малопродајног паковања много мања од 100 g, тада се један појединачни узорак састоји од два или више малопродајних паковања, чија укупна маса треба да буде што ближе 100 g.

#### Е.2. Општи преглед методе узорковања за пржену кафу у зрну, пржену млевену кафу, инстант кафу, сладић/слатки корен и екстракт сладића/слатког корена

##### Табела 14.

Дељење производних партија на подпартије  
у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне	Маса или број	Број појединачних	Збирни узорак
----------	-----------------	---------------	-------------------	---------------

	партије (у t)	подпартија	узорака	(у kg)
Пржена кафа у зрну, млевена пржена кафа, инстант кафа, сладић/ слатки корен и екстракт сладића/слатког корена	$\geq 15$	15 – 30 t	100	10
	$< 15$	–	10 – 100(*)	1 – 10
(*) У зависности од масе производне партије – видети Табелу 15.				

**Е.3. Метода узорковања за пржену кафу у зрну, пржену млевену кафу, инстант кафу, сладић/слатки корен и екстракт сладића/слатког корена (производне партије  $\geq 15$  t)**

Под условом да подпартија може да буде физички одвојена, сваку производну партију треба поделити на подпартије у складу са табелом 14. Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија, маса подпартије може прећи наведену тежину за највише 20%.

Сваку подпартију је потребно посебно узорковати.

Број појединачних узорака је 100, а маса збирног узорка је 10 kg.

Уколико није могуће спровести методу узорковања утврђену у овој тачки због комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да је, колико је то год могуће, репрезентативна и да је у потпуности описана и документована.

**Е.4. Метода узорковања за пржену кафу у зрну, млевену пржену кафу, инстант кафу, сладић/слатки корен и екстракт сладића/слатког корена (производне партије  $< 15$  t)**

За производне партије пржене кафе у зрну, пржене млевене кафе, инстант кафе, сладића/слатког корена и екстракта сладића/слатког корена мање од 15 t, користи се план узорковања од 10 до 100 појединачних узорака, у зависности од тежине производне партије, што даје збирни узорак од 1 до 10 kg.

Табела 15. се користи за одређивање броја појединачних узорака које треба узети.

Табела 15.

Број појединачних узорака које треба узети у зависности од масе производне партије пржене кафе у зрну, пржене млевене кафе, инстант кафе, сладића/слатког корена и екстракта сладића/слатког корена

Маса производне партије (у t)	Број појединачних узорака	Маса збирног узорка (у kg)
$\leq 0,01$	10	1
$> 0,1 - \leq 0,2$	15	1,5
$> 0,2 - \leq 0,5$	20	2
$> 0,5 - \leq 1,0$	30	3
$> 1,0 - \leq 2,0$	40	4
$> 2,0 - \leq 5,0$	60	6
$> 5,0 - \leq 10,0$	80	8
$> 10,0 - \leq 15,0$	100	10

#### Е.5. Метода узорковања за вакуумска паковања пржене кафе у зрну, пржене млевене кафе, инстант кафе, сладића/слатког корена и екстракта сладића/слатког корена

За производне партије масе једнаке или веће од 15 t узима се најмање 25 појединачних узорака који чине 10 kg збирног узорка, а за производне партије масе мање од 15 t, узима се 25 % од броја појединачних узорака наведених у табели 15, што чини збирни узорак чија маса одговара тежини узорковане серије (видети табелу 15.).

#### Е.6. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована. У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>23</sup>.

#### Е.7. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији охратоксин А утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка прелази максималну концентрацију охратоксин А утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

### Ж) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ВОЋНЕ СОКОВЕ, УКЉУЧУЈУЋИ СОК ОД ГРОЖЂА, ШИРА ОД ГРОЖЂА, ФЕРМЕНТИСАНО АЛКОХОЛНО ПИЋЕ (САЈДЕР) И ВИНО

Ова метода примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за: ократоксин А у вину, соку од грожђа и шири од грожђа и патулин у воћним соковима, воћном нектару, јаким алкохолним пићима, сајдеру и другим ферментисаним пићима добијеним од јабука или која садрже сок од јабука.

#### Ж.1. Метода узорковања

Маса збирног узорка је најмање 1 литар, осим ако то није могуће, тј. када се узорак састоји од једне боце.

<sup>23</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије наведен је у табели 16.

Број одређених појединачних узорака је функција уобичајеног облика у којем се дотични производи стављају на тржиште. У случају течних производа у расутом стању, производна партија мора, непосредно пре узорковања, бити добро промешана колико год је то могуће и у мери у којој то не утиче на квалитет производа, било ручно или механичким средствима. У том случају, претпоставља се да је дистрибуција охратоксина А и патулина унутар дотичне серије хомогена. Стога је довољно узети три појединачна узорка из производне партије како би се формирао збирни узорак.

Појединачни узорци, који често могу бити боца или паковање, треба да буду сличне масе. Маса појединачног узорка мора бити најмање 100 g, што даје збирни узорак од најмање 1 литра. Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из Дела 1, Одељак А), пододељак А.3., тачка А.3.8. овог прилога.

Табела 16.  
Најмањи број појединачних узорака  
које треба узети из производне партије

Облик паковања	Запремина производне партије (у литрима)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети	Најмања запремина збирног узорка (у литрима)
У расутом стању (воћни сок, јака алкохолна пића, сајдер, вино)	–	3	1
Боце/паковања (воћни сок, јака алкохолна пића, сајдер)	≤ 50	3	1
Боце/паковања (воћни сок, јака алкохолна пића, сајдер)	50 до 500	5	1

*Наставак табеле 16.*

Облик паковања	Запремина производне партије (у литрима)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети	Најмања запремина збирног узорка (у литрима)
Боце/паковања (воћни сок, јака алкохолна пића, сајдер)	> 500	10	1
Боце/паковања вино	≤ 50	1	1
Боце/паковања вино	50 до 500	2	1
Боце/паковања вино	> 500	3	1

## Ж.2. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку<sup>24</sup>.

<sup>24</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 литра, маса збирног узорка може бити мања од 1 литра.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована.

### Ж.3. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији одређеног микотоксина утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка без сумње прелази прелази максималну концентрацију одређеног микотоксина утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

## 3) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ЧВРСТЕ ПРОИЗВОДЕ ОД ЈАБУКА

Ова метода узорковања се примењује за службену контролу максималних концентрација утврђених за патулин у чврстим производима од јабука, укључујући чврсте производе од јабука за одојчад и малу децу.

### 3.1. Метода узорковања

Маса збирног узорка је најмање 1 kg, осим ако то није могуће, тј. када се узорак састоји од једне боце. Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије наведен је у табели 17.

Појединачни узорци треба да буду сличне масе. Маса појединачног узорка мора бити најмање 100 g, што даје збирни узорак од најмање 1 kg.

Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из дела 1, одељак А), пододељак А.3. тачка А.3.8. овог прилога.

Табела 17.

Најмањи број појединачних узорака  
које треба узети из производне партије

Маса производне партије (у kg)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети	Маса збирног узорка (у kg)
< 50	3	1
50 до 500	5	1
> 500	10	1

Ако се производна партија састоји од појединачних паковања, тада је број паковања које треба узети да би се формирао збирни узорак приказан у табели 18.



Табела 18.  
 Број паковања (појединачних узорака) које треба узети  
 да би се формирао збирни узорак ако се производна  
 партија састоји од појединачних паковања

Број паковања или јединица у производној партији	Број паковања или јединица које треба узети	Маса збирног узорка (у kg)
1 до 25	1 паковање или јединица	1
26 до 100	Око 5 %, најмање два паковања или јединице	1
> 100	Око 10 %, највише 10 паковања или јединица	1

### 3.2. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована<sup>25</sup>.

### 3.3. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији патулина утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка без сумње прелази прелази максималну концентрацију патулина утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

### И) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ДЕЧЈУ ХРАНУ И ПРЕРАЂЕНУ ХРАНУ НА БАЗИ ЖИТАРИЦА ЗА ОДОЈЧАД И МАЛУ ДЕЦУ

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за:

- афлатоксине, ократоксин А и токсине *Fusarium* плесни у дечјој храни и прерађеној храни на бази житарица за одојчад и малу децу;
- за афлатоксине и ократоксин А у храни за посебне медицинске потребе (осим млека и млечних производа) намењеној нарочито за одојчад; и

<sup>25</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

– за патулин у дечјој храни осим у прерађеној храни на бази житарица за одојчад и малу децу. За контролу максималних концентрација утврђених за патулин у соку од јабука и чврстим производима од јабука за одојчад и малу децу, примењује се метода узорковања како је описана у Делу 1, Одељак 3) овог прилога.

### И.1. Метода узорковања

Метода узорковања за житарице и производе од житарица, утврђена у делу 1, одељак Б), тачка Б.4. овог прилога, примењује се на храну намењену за одојчад и малу децу. Стога број појединачних узорака које треба узети зависи од масе производне партије, најмање 10, а највише 100, у складу са делом 1, одељак Б), пододељак Б.4, табела 2. овог прилога. Код врло малих производних партија ( $\leq 0,5$  t) може се узети мањи број појединачних узорака, али збирни узорак који обједињује све појединачне узорке у том случају износи најмање 1 kg.

Маса појединачног узорка износи око 100 g. У случају производних партија у малопродајним паковањима, маса појединачног узорка зависи од масе малопродајног паковања, а у случају врло малих производних партија ( $\leq 0,5$  t) појединачни узорци морају имати такву масу да се обједињавањем појединачних узорака добије збирни узорак од најмање 1 kg. Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из дела 1, одељак А), пододељак А.3., тачка А.3.8. овог прилога.

Збирни узорак треба да буде довољно промешан, а његова маса треба да буде 1 – 10 kg.

### И.2. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, ако је могуће, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована<sup>26</sup>.

### И.3. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији одређеног микотоксина утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка без сумње прелази прелази максималну концентрацију одређеног микотоксина утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

<sup>26</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

## Ј) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА БИЉНА УЉА

Ова метода узорковања примењује се за службену контролу максималних концентрација утврђених за микотоксине, посебно афлатоксин Б1, укупне афлатоксине и зеараленон, у биљним уљима.

### Ј.1. Метода узорковања за биљна уља

Маса појединачног узорка је најмање око 100 g (ml) (зависно од природе пошилке, нпр. ако се ради о биљном уљу у расутом терету, треба узети најмање 3 појединачна узорка од око 350 ml), што резултира збирним узорком од најмање 1 kg (литра).

Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије мора бити у складу са табелом 19. Непосредно пре узорковања, производну партију треба што темељније промешати, било ручно било механички. Тако се може претпоставити да је у датој производној партији афлатоксин хомогено распоређен, па је стога за формирање збирног узорка довољно из производне партије узети три појединачна узорка.

Табела 19.

Најмањи број појединачних узорака које треба узети из производне партије

Облик паковања	Запремина или маса производне партије (у литрима или kg)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети
У расутом стању(*)	–	3 – 5
Пакети	≤ 50	3

*Наставак табеле 19.*

Облик паковања	Запремина или маса производне партије (у литрима или kg)	Најмањи број појединачних узорака које треба узети
Пакети	> 50 до 500	5
Пакети	> 500	10

(\*) Под условом да се производна партија може физички одвојити, велике пошилке/производне партије биљног уља у расутом стању деле се на подпартије, како је предвиђено у табели 20

Табела 20.

Дељење производних партија на подпартије у зависности од производа и масе производне партије

Производ	Маса производне партије (у t)	Маса или број подпартија	Најмањи број појединачних узорака	Најмања маса збирног узорка (у kg)
Биљна уља	≥ 1.500	500 t	3	1
	> 300 и < 1.500	3 подсерије	3	1
	≥ 50 и ≤ 300	100 t	3	1
	< 50	–	3	1

### Ј.2. Метода узорковања за биљна уља у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се, у складу са правилима утврђеним у овом одељку.

Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована. У сваком случају, збирни узорак треба да буде најмање 1 kg<sup>27</sup>.

### Ј.3. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималној концентрацији одређеног микотоксина утврђеној посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка без сумње прелази прелази максималну концентрацију одређеног микотоксина утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију за аналитички принос и мерну несигурност.

## К) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ВРЛО ВЕЛИКЕ ПРОИЗВОДНЕ ПАРТИЈЕ ИЛИ ПРОИЗВОДНЕ ПАРТИЈЕ КОЈЕ СЕ СКЛАДИШТЕ ИЛИ ПРЕВОЗЕ ТАКО ДА УЗОРКОВАЊЕ У ЧИТАВОЈ ПРОИЗВОДНОЈ ПАРТИЈИ НИЈЕ МОГУЋЕ

### К.1. Општа правила

Ако начин превоза или складиштења производне партије онемогућује узимање појединачних узорака у читавој производној партији, узорковање тих производних партија треба по могућности проводити када је производна партија у протоку (динамичко узорковање).

У случају великих складишта намењених складиштењу хране, субјекте у пословању храном треба охрабрити да у складиште уграде опрему којом се омогућава (аутоматско) узорковање читаве ускладиштене производне партије.

Када се примењују поступци узорковања на начин утврђен у овом одељку, субјекте у пословању храном или њихове представнике треба обавестити о поступцима узорковања.

Ако субјекат у пословању храном или његов представник доведе у питање тај поступак узорковања, субјекат у пословању храном или његов представник омогућава надлежном органу спровођење узорковања у производној партији на сопствени трошак.

Допушта се узорковање дела производне партије уз услов да количина узоркованог дела износи најмање 10 % производне партије коју треба узорковати. Ако је део једне производне партије хране једнаког разреда или

<sup>27</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg.

описа узоркован и утврди се да не задовољава прописане услове, претпоставља се да ни цела производна партија не задовољава прописане услове, осим ако се даљом детаљном анализом утврди да нема доказа да остатак производне партије не задовољава прописане услове.

Правила, попут масе појединачног узорка предвиђене у другим деловима овог прилога, примењују се на узорковање врло великих производних партија или производних партија које се складиште или превозе тако да узорковање у читавој производној партији није могуће.

### К.2. Број појединачних узорака које треба узети у случају врло великих производних партија

Кад се узоркују велики делови (узорковани делови  $> 500$  t), број појединачних узорака које треба узети =  $100$  појединачних узорака +  $\sqrt{t}$ . Међутим, у случају када је производна партија мања од  $1.500$  t и може се поделити на подпартије у складу са делом 1, одељак Б, табела 1. овог прилога и уз услов да је подпартије могуће физички одвојити, треба узети број појединачних узорака предвиђен у делу 1, одељак Б) овог прилога.

### К.3. Велике серије које се превозе бродом

#### *К.3.1. Динамичко узорковање великих производних партија које се превозе бродом*

Узорковање великих производних партија у бродовима по могућности се спроводи док је производ у протоку (динамичко узорковање).

Узорковање се спроводи по бродском складишту (субјект који се може физички одвојити). Међутим, бродска складишта се делимично празне једно за другим тако да почетно физичко одвајање више не постоји након преноса у складишне објекте. Узорковање се стога може спровести на основу почетног физичког одвајања или на основу одвајања након преноса у складишне објекте.

Истовар брода може трајати неколико дана. Обично се узорковање мора спровести у редовним интервалима у току читавог трајања истовара. Међутим, није увек могуће или прикладно да надлежни инспектор буде присутан на узорковању у току читавог трајања истовара. Стога је допуштено спровести узорковање дела производне партије (узорковани дио). Број појединачних узорака одређује се узимајући у обзир величину узоркованог дела.

Присутност инспектора потребна је чак и када је службени узорак узет аутоматски. Међутим, ако се аутоматско узорковање спроводи на основу унапред задатих параметара које није могуће мењати у току узорковања, а појединачни се узорци скупљају у запечаћену пријамну посуду чиме се спречава свака могућа превара, тада је присутност инспектора потребна само на почетку узорковања, при свакој промени посуде за узорак и на крају узорковања.

#### *К.3.2. Статичко узорковање производних партија које се превозе бродом*

Ако се узорковање спроводи статичким узорковањем, примењује се истоветни поступак који је предвиђен за складишне објекте (силосе) којима се приступа одозго (видети пододељак К.5, тачка К.5.1. овог одељка).

Узорковање се мора спровести на приступачном делу (одозго) производне партије/бродског складишта. Број појединачних узорака одређује се узимајући у обзир величину узоркованог дела.

#### К.4. Узорковање великих производних партија у складиштима

Узорковање се мора спровести на приступачном делу производне партије. Број појединачних узорака одређује се узимајући у обзир величину узоркованог дела.

#### К.5. Узорковање у складишним објектима (силоси)

##### *К.5.1. Узорковање у силосима којима се (једноставно) приступа одозго*

Узорковање се мора спровести на приступачном делу серије. Број појединачних узорака одређује се узимајући у обзир величину узоркованог дела.

##### *К.5.2. Узорковање у силосима којима се не приступа одозго (затворени силоси)*

##### К.5.2.1. Силоси којима се не приступа одозго (затворени силоси) појединачне величине $> 100$ t

Храна ускладиштена у тим силосима не може се узорковати на статички начин. Стога, ако се храна у силосу мора узорковати и не постоји могућност премештања пошилке, потребно је са субјектом у пословању храном склопити договор у складу са којим је он дужан да обавести инспектора о томе када ће се силос истоварити, делимично или потпуно, да би се омогућило узорковање у тренутку када је храна у протоку.

##### К.5.2.2. Силоси којима се не приступа одозго (затворени силоси) појединачне величине $< 100$ t

Супротно правилима из пододељка К.1. овог одељка (узорковани део најмање 10 %) поступак узорковања укључује испуштање у пријемну посуду количине од 50 до 100 kg и узимање узорка из њега.

Величина збирног узорка у складу је са читавом производном партијом, а број појединачних узорака односи се на количину хране пуштену из силоса у пријемну посуду за узорковање.

#### К.6. Узорковање хране у расутом стању у великим затвореним контејнерима

Ове производне партије се често могу узорковати само након истовара. У одређеним случајевима, истовар није могуће обавити на месту утовара или контроле, па узорковање треба обавити при истовару тих контејнера. Субјекат у пословању храном обавештава инспектора о месту и времену истовара контејнера.

#### Л) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ДОДАТАКА ИСХРАНИ ЧИЈА ЈЕ ОСНОВА ПИРИНАЧ ФЕРМЕНТИСАН УЗ

ПОМОЋ ЦРВЕНЕ ПЛЕСНИ *MONASCUS PURPUREUS*

Ова метода узорковања се примењује на службену контролу максималних концентрација утврђених за цитринин у додацима исхрани чија је основа пиринач ферментисан уз помоћ црвене плесни *Monascus purpureus*.

## Поступак узорковања и величина узорка

Поступак узорковања заснива се на претпоставци да се додаци исхрани чија је основа пиринач ферментисан уз помоћ црвене плесни *Monascus purpureus* стављају на тржиште у малопродажним паковањима која уобичајено садрже од 30 до 120 капсула по малопродажном паковању.

Табела 21.

Величина производне партије (број малопродажних паковања)	Број малопродажних паковања које треба узети за узорак	Величина узорка
1 – 50	1	Све капсуле
51 – 250	2	Све капсуле
251 – 1.000	4	Половина капсула из сваког малопродажног паковања узетог за узорак

Наставак табеле 21.

Величина производне партије (број малопродажних паковања)	Број малопродажних паковања које треба узети за узорак	Величина узорка
> 1.000	4 + 1 малопродажно паковање на 1.000 малопродажних паковања са највише 25 малопродажних паковања	≤ 10 малопродажних паковања: половина капсула из сваког малопродажног паковања > 10 малопродажних паковања: из сваког малопродажног паковања узима се идентичан број капсула да би се добио узорак са еквивалентним садржајем 5 малопродажних паковања

## 2. КРИТЕРИЈУМИ ЗА ПРИПРЕМУ УЗОРКА И ЗА МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ НИВОА МИКОТОКСИНА У ХРАНИ

### 1) УВОД

#### 1.1. Превентивне мере

Будући да је расподела микотоксина уопштено нехомогена, узорке треба припремати, а посебно хомогенизовати, изузетно пажљиво.

Цео узорак се, како је примљен од стране лабораторије, хомогенизује, ако хомогенизацију спроводи лабораторија.

Код испитивања афлатоксина треба, колико год је то могуће избегавати дневно светло у току поступка, јер се афлатоксини поступно разграђују под утицајем ултраљубичастог светла.

## 1.2. Израчунавање односа љуска/језгро целих плодова језгратог воћа и орашастих плодова

Максималне концентрације за афлатоксине утврђене посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни примењују се на јестиви део.

Нивои афлатоксина у јестивом делу могу се утврдити помоћу:

– љуштења узорака језгратог воћа и орашастих плодова у љусци и утврђивање нивоа афлатоксина у јестивом делу;

– припремања узорака и из језгратог воћа и орашастих плодова у љусци. Методом узорковања и испитивања процењује се маса језгре језгратог воћа и орашастих плодова у збирном узорку. Маса језгре у збирном узорку процењује се коришћењем фактора који узима у обзир однос љуске и језгре у целом плоду језгратог воћа и орашастих плодова. Тај однос се користи за утврђивање количине језгре у расутом узорку који се користи за припрему и методе испитивања узорка.

Око 100 целих плодова узима се насумичним одабиром из производне партије или се издвоји из сваког збирног узорка. За сваки лабораторијски узорак, однос се може добити мерењем масе целих плодова, љуштењем и поновним мерењем масе љуски и језгри.

Међутим, однос љуске и језгре може се утврдити у лабораторији из одређеног броја узорака и може се користити у даљем аналитичком раду. Али, ако се утврди да одређени лабораторијски узорак није у складу са било којом максималном концентрацијом, однос за тај узорак се одређује користећи око 100 плодова који су били издвојени.

## 2) ОБРАДА УЗОРКА ПРИМЉЕНОГ У ЛАБОРАТОРИЈИ

Сваки лабораторијски узорак се фино самеле и темено промеша користећи поступак за који је доказано да се њиме постиже потпуна хомогенизација.

У случају да се максимална концентрација односи на суву материју, садржај суве материје у производу одређује се на делу хомогенизованог узорка, користећи методу за коју је доказано да се са њом прецизно одређује садржај суве материје.

## 3) ПОНОВЉЕНИ УЗОРЦИ

Поновљени узорци у сврхе спровођења, трговине (обране) и арбитраже узимају се из хомогенизованог материјала, осим ако је такав поступак супротан правилима у погледу права субјекта у пословању храном.



## 4) МЕТОДА ИСПИТИВАЊА КОЈУ ЛАБОРАТОРИЈА КОРИСТИ И ЗАХТЕВИ ЛАБОРАТОРИЈСКЕ КОНТРОЛЕ

### 4.1. Дефиниције

1)  $r$  је поновљивост, тј. вредност испод које се може очекивати да апсолутна разлика између два појединачна резултата испитивања добијених под условима поновљивости, односно истог узорка, истог испитивача, истог инструмента, исте лабораторије и кратког временског размака спровођења, буде унутар одређене вероватноће (обично 95 %) и отуда је  $r = 2,8 \times s_r$ ;

2)  $s_r$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости;

3)  $RSD_r$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости:

$$RSD_r = \frac{s_r}{x} \times 100$$

4)  $R$  је обновљивост, тј. вредност испод које се може очекивати да апсолутна разлика између појединачних резултата испитивања добијених под условима обновљивости, наиме на идентичном материјалу добијеном од испитивача у различитим лабораторијама, користећи стандардизовану методу за испитивање), износи одређену вероватноћу (обично 95 %),  $R = 2,8 \times s_r$ ;

5)  $s_R$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости;

6)  $RSD_R$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100$$

### 4.2. Општи захтеви

Потврдне методе испитивања које се користе у сврхе контроле хране треба да буду у складу са посебним прописом којим се уређује службена контрола хране.

### 4.3. Посебни захтеви

#### 4.3.1. Посебни захтеви у погледу потврдних метода

##### 4.3.1.1. Критеријум учинка

Препоручује се примена потпуно валидованих потврдних метода (тј. метода које су валидоване међулабораторијским испитивањем релевантних матрикса) према потреби и доступности. Могуће је примењивати и друге одговарајуће валидоване потврдне методе (нпр. методе које су валидоване у лабораторији на релевантним матриксима који припадају групи производа од интереса), уз услов да испуњавају критеријуме учинка утврђене у таблама испод.

Ако је могуће, валидација метода које су валидоване у лабораторији укључује сертифициковани референтни материјал.

Табела 22.  
Критеријум учинка за афлатоксине

Критеријум	Распон концентрације	Препоручена вредност	Максимално дозвољена вредност
Слепа проба	Све	Занемарљиво	–
Аналитички принос афлатоксин М <sub>1</sub>	0,01 – 0,05 µg/kg	од 60 до 120 %	
	> 0,05 µg/kg	од 70 до 110 %	
Аналитички принос афлатоксини В <sub>1</sub> , В <sub>2</sub> , G <sub>1</sub> , G <sub>2</sub>	< 1,0 µg/kg	од 50 до 120 %	

Наставак табеле 22.

Критеријум	Распон концентрације	Препоручена вредност	Максимално дозвољена вредност
	1 – 10 µg/kg	од 70 до 110 %	
	> 10 µg/kg	од 80 до 110 %	
Обновљивост RSD <sub>R</sub>	Све	Вредност добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине (*)(**)	2 × вредност добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине (*)(**)
Поновљивост RSD <sub>r</sub> може се израчунати као 0,66 пута обновљивост RSD <sub>R</sub> при концентрацији од интереса			

Напомена:

- Вредности које треба применити на В<sub>1</sub> и на збир В<sub>1</sub> + В<sub>2</sub> + G<sub>1</sub> + G<sub>2</sub>.
- Ако треба изразити збир појединих афлатоксина В<sub>1</sub> + В<sub>2</sub> + G<sub>1</sub> + G<sub>2</sub>, тада одговор сваког на аналитички систем мора бити или познат или једнак.

Табела 23.  
Критеријум учинка за охратоксин А

Ниво у µg/kg	Охратоксин А		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
< 1	≤ 40	≤ 60	од 50 до 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	од 70 до 110

Табела 24.

## Критеријум учинка за патулин

Ниво у $\mu\text{g/kg}$	Патулин		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
< 20	$\leq 30$	$\leq 40$	од 50 до 120
20 – 50	$\leq 20$	$\leq 30$	од 70 до 105
> 50	$\leq 15$	$\leq 25$	од 75 до 105

Табела 25.

## Критеријум учинка за деоксиниваленол

Ниво у $\mu\text{g/kg}$	Деоксиниваленол		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
> 100 – $\leq 500$	$\leq 20$	$\leq 40$	од 60 до 110
> 500	$\leq 20$	$\leq 40$	од 70 до 120

Табела 26.

## Критеријум учинка за зеараленон

Ниво у $\mu\text{g/kg}$	Зеараленон		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
$\leq 50$	$\leq 40$	$\leq 50$	од 60 до 120
> 50	$\leq 25$	$\leq 40$	од 70 до 120

Табела 27.

## Критеријум учинка за фумонизин В1 и В2 појединачно

Ниво у $\mu\text{g/kg}$	Фумонизин В <sub>1</sub> и В <sub>2</sub> појединачно		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
$\leq 500$	$\leq 30$	$\leq 60$	60 до 120
> 500	$\leq 20$	$\leq 30$	70 до 110

Табела 28.

## Критеријум учинка за Т-2 и НТ-2 токсин појединачно

Ниво у $\mu\text{g/kg}$	Т-2 и НТ-2 токсин појединачно		
	RSD <sub>r</sub> у %	RSD <sub>R</sub> у %	Аналитички принос у %
15 – 250	$\leq 30$	$\leq 50$	60 до 130
> 250	$\leq 25$	$\leq 40$	60 до 130

Табела 29.

## Критеријум учинка за цитринин

Ниво	Цитринин
------	----------

у $\mu\text{g}/\text{kg}$	$\text{RSD}_r$ у %	Препоручена $\text{RSD}_R$ у %	Највећи дозвољена $\text{RSD}_R$ у %	Аналитички принос у %
Све	$0,66 \times \text{RSD}_R$	Добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине (*)(**)	$2 \times$ вредност добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине (*)(**)	од 70 до 120

Напомене уз критеријум учинка за микотоксине:

– Границе детекције коришћених метода нису наведене јер су вредности прецизности дате код концентрације од интереса.

– Вредности прецизности рачунају се из Horwitz – ове једначине, а посебно из оригиналне Horwitz – ове једначине (за концентрације  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ )(\*) и из модификоване Horwitz – ове једначине (за концентрације  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ )(\*\*):

(\*) Horwitz – ова једначина за концентрације  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$\text{RSD}_R = 2^{>(1-0,5 \log C)28}$$

(\*\*) Модификована Horwitz – ова једначина (\*) за концентрације  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ :  $\text{RSD}_R = 22 \%^{29}$ ,

при чему је:

–  $\text{RSD}_R$  релативна стандардна девијација израчуната из резултата добивених уз услове обновљивости  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ;

–  $C$  однос концентрације (тј.  $1 = 100 \text{ g}/100\text{g}$ ,  $0,001 = 1 \text{ 000 mg}/\text{kg}$ ).

Ово је генерализована једначина прецизности која се показала независном од анализата и матрикса већ, за већину рутинских метода испитивања, искључиво зависи од концентрације.

#### 4.3.1.2. Приступ „погодност за сврху”

За методе које су валидоване у лабораторији може се, као алтернатива, употребљавати приступ „погодност за сврху”<sup>30</sup> како би се оценила њихова погодност за употребу у току службене контроле. Методе погодне за употребу у току службене контроле дају резултате са стандардном мерном несигурношћу ( $u$ ) која је мања од максималне стандардне мерне несигурности израчунате применом следеће формуле:

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

при чему је:

- $Uf$  - максимална стандардна мерна несигурност ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- LOD - граница детекције методе ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $\alpha$  - константа, бројчани фактор који се користи у зависности од вредности  $C$ . Вредности које треба користити утврђене су у табели 30;
- $C$  - концентрација од интереса ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ).

<sup>28</sup> Извор: W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980., 63., 1344.

<sup>29</sup> Извор: M. Thompson, Analyst, 2000., 125., p. 385.–386.

<sup>30</sup> Извор: M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, p. 471-478.

Ако метода испитивања даје резултате са мерном несигурношћу мањом од максималне стандардне несигурности, метода се сматра једнако погодном као и она која задовољава критеријуме учинка из подтачке 4.3.1.1.

Табела 30.  
Вредности  $\alpha$  у зависности од концентрације од интереса

C ( у $\mu\text{g/kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1.000	0,15
1.000 – 10.000	0,12
$> 10.000$	0,1

#### 4.3.2. Посебни захтеви за полуквантитативне скрининг методе

##### 4.3.2.1. Област примене

Област примене обухвата биоаналитичке методе које се заснивају на имунолошком препознавању или везивању на рецепторе (као што су ELISA, биохемијске траке за тестирање – dip-sticks, имунохроматографски тестови - lateral flow, имуносензори) и физичко-хемијске методе које се заснивају на хроматографији или на директној детекцији уз помоћ масене спектрометрије (нпр. масена спектрометрија у амбијенталном окружењу).

Друге методе се не искључују (нпр. танкослојна хроматографија), уз услов да су добијени сигнали директно повезани са микотоксинима од интереса и да се њима допушта применљивост начела описаног у овом прилогу.

Посебни захтеви се примењују на методе за које је резултат мерења нумеричка вредност, на пример (релативни) одговор добијен уз помоћ читача биохемијске траке, сигнал из везаног система течне хроматографије – масене спектрометрије (LC-MS) итд. и да се примењују уобичајени статистички подаци.

Захтеви се не примењују на методе којима се не добија нумеричка вредност (нпр. када је реч само о црти која је присутна или није присутна), а за ове методе наведени су у тачки 4.3. подтачка 4.3.3. овог одељка.

Овим прилогом се описују поступци валидације скрининг метода уз помоћ међулабораторијске валидације, провере учинка методе валидиране уз помоћу међулабораторијске вежбе и валидације скрининг методе у једној лабораторији.

##### 4.3.2.2. Терминологија

*Скрининг циљана концентрација* (screening target concentration - STC) је концентрација од интереса за детекцију микотоксина у узорку. Када је сврха испитивање уклађености са утврђеним максималним концентрацијама, STC је једнака највећој примењивој концентрацији. За остале потребе или када није утврђена највећа концентрација, STC се унапред одређује у лабораторији.

*Скрининг метода* је метода која се употребљава за одабир оних узорака чије концентрације) микотоксина са одређеном сигурношћу премашују скрининг циљну концентрацију (STC). За потребе скрининга микотоксина постојање 95 % сигурности сматра се погодним за сврху, а резултат скрининг испитивања изражава се као „негативан” или „сумњив”. Скрининг методама омогућено је јефтино испитивање великог броја узорака чиме се тако повећава могућност откривања нових појава високе изложености и ризика за здравље потрошача. Ове методе се заснивају на биоаналитичким методама, LC-MS (течна хроматографија – масена спектрометрија) или HPLC (течна хроматографија високих перформанси). Резултати узорака који премашују граничну вредност проверавају се спровођењем потпуног поновног испитивања оригиналног узорка помоћу потврдне методе.

*Негативан узорак* је узорак чији је садржај микотоксина у узорку < STC са сигурношћу од 95 % (тј. постоји 5 % могућности да су узорци нетачно приказани као негативни).

*Лажно негативан узорак* је узорак чији је садржај микотоксина > STC, али је утврђен као негативан.

*Сумњив узорак* (оријентационо позитиван) је узорак који премашује граничну вредност и може садржати количине микотоксина веће од STC. Сваки сумњиви резултат покреће потврдну анализу за недвосмислену идентификацију и квантификацију микотоксина.

*Лажно сумњив узорак* је негативни узорак који је утврђен као сумњив.

*Потврдне методе* су методе које пружају потпуне или допунске информације које омогућавају недвосмислену идентификацију и квантификацију микотоксина на нивоу интереса.

*Ниво граничне вредности* је одговор, сигнал или концентрација добијен методом скрининга, изнад које је узорак класификован као „сумњив”. Граница се одређује током валидације и узима у обзир променљивост мерења.

*Негативан контролни узорак* (слепа проба матрикса) је узорак за који се зна да у њему нема микотоксина<sup>31</sup> који се проверава, нпр. претходним одређивањем користећи потврдну методу довољне осетљивости. Ако није могуће добити слепе узорке, тада се може користити материјал са најнижим нивоом који се може добити све док ниво дозвољава закључак да је скрининг метода одговарајућа сврси.

*Позитиван контролни узорак* је узорак који садржи микотоксин у скрининг циљаној концентрацији, нпр. сертификовани референтни материјал, материјал познатог садржаја (нпр. испитни материјал из тестова оспособљености) или на другачији начин довољно окарактерисан уз помоћ потврдне методе. Ако не постоји ниједна од претходно наведених могућности, може се користити мешавина узорака са различитим нивоима контаминације или обогаћени узорак припремљен у лабораторији који је довољно окарактерисан, под условом да се докаже да је ниво контаминације верификован.

---

<sup>31</sup> Сматра се да у узорцима нема анализата ако количина која је присутна у узорку не прелази више од 1/5 STC. Ако се ниво може квантификовати потврдном методом, ниво се мора узети у обзир за процену валидације.

#### 4.3.2.3. Поступак валидације

Циљ валидације је доказивање погодност скрининг методе за сврху. То се постиже одређивањем граничне вредности и одређивањем односа лажно негативних и лажно сумњивих резултата. У ова два параметра уграђене су карактеристике учинка као што су осетљивост, селективност и прецизност.

Методе скрининга могу се потврдити међулабораторијском валидацијом или валидацијом у једној лабораторији. Ако су већ доступни подаци за међулабораторијску валидацију за одређену комбинацију микотоксина/ матрикса/STC-а у лабораторији која примењује методу довољна је верификација учинка методе.

##### 4.3.2.3.1. Почетна валидација уз помоћ валидације у једној лабораторији

###### Микотоксини:

Валидација се спроводи за сваки појединачни микотоксин из обима примене. У случају биоаналитичких метода којима се добива комбинвани одговор за одређену групу микотоксина (нпр. афлатоксини B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> и G<sub>2</sub>; фумонизини B<sub>1</sub> и B<sub>2</sub>) мора се доказати применљивост па се у обиму примене методе морају навести ограничења у погледу испитивања.

Не сматра се да се нежељеном унакрсном реактивношћу (нпр. DON-3-glukozid, 3- или 15-acetil-DON у имунолошким методама испитивања DON-а) повећава проценат лажно негативних резултата циљаних микотоксина, но може доћи до повећања процента лажно сумњивих резултата. Нежељено повећање опада спровођењем потврдног испитивања ради недвосмисленог утврђивања микотоксина и њихове квантификације.

###### Матрикси:

Почетну валидацију треба спровести за сваки производ, односно, ако је познато да се метода може применити на више производа, за сваку групу производа. У последњем случају, један репрезентативан и релевантан производ је изабран из те групе (видети табелу 31).

###### Скуп узорака:

Минималан број различитих узорака потребних за валидацију јесте 20 хомогених негативних контролних узорака и 20 хомогених позитивних контролних узорака који садрже микотоксин у скрининг циљаној концентрацији (STC), испитивани под условима средње прецизности (RSD<sub>Ri</sub>), распоређени током пет различитих дана. По избору, у скуп за валидацију могу се додати додатни сетови од 20 узорака који садрже друге нивое микотоксина да би се добио увид у којој се мери метода може разликовати различите концентрације микотоксина.

###### Концентрација:

За сваку скрининг циљану концентрацију (STC), која се користи у рутинској примени, спроводи се валидација.

##### 4.3.2.3.2. Почетна валидација путем међулабораторијског испитивања

Валидација међулабораторијским испитивањем спроводи се у складу са међународно признатим протоколом о међулабораторијским испитивањима (нпр. ISO 5725:1994 или IUPAC – Међународно усклађени

протокол) на основу кога се захтева укључивање важећих података из најмање осам различитих лабораторија. Осим тога, једина разлика у односу на валидацију у једној лабораторији је та што  $\geq 20$  узорак по производу/нивоу може бити равномерно подељено међу лабораторијама које учествују, уз услов да једна лабораторија обрађује најмање два узорка.

#### 4.3.2.4. Одређивање граничног нивоа и процента лажно сумњивих резултата слепих узорака

Као основа за израчунавање тражених параметара узимају се (релативни) одговори у случају негативних и позитивних контролних узорака.

На скрининг методе код којих је одговор пропорционалан концентрацији микотоксина примењује се следеће:

$$\text{Гранична вредност} = R_{STC} - t\text{-вредност}_{0,05} \times SD_{STC},$$

где је:

- $R_{STC}$  средњи одговор позитивних контролних узорака (при скрининг циљаној концентрацији (STC));
- $t\text{-вредност}$  једносмерна  $t\text{-вредност}$  код којих је постотак лажно негативних резултата од 5 % (видети табелу 32);
- $SD_{STC}$  стандардна девијација.

Слично томе, на скрининг методе код којих је одговор обрнуто пропорционалан концентрацији микотоксина, гранична вредност се одређује као:

$$\text{Гранична вредност} = R_{STC} + t\text{-вредност}_{0,05} \times SD_{STC}.$$

Користећи ову специфичну  $t\text{-вредност}$  за утврђивање граничне вредности, задата вредност процента лажно негативних резултата је постављена на 5 %.

#### Оцена погодности за сврху<sup>32</sup>

Резултати добијени на основу негативних контролних узорака користе се за процену одговарајућег постотка лажно сумњивих резултата, а  $t\text{-вредност}$  се израчунава у случају када је резултат негативног контролног узорка већи од граничне вредности, па је погрешно класификован као сумњив.

За скрининг методе код којих је одговор пропорционалан концентрацији микотоксина  $t\text{-вредност}$  је:

$$t\text{-вредност} = \frac{(\text{гранична вредност} - \text{средња вредност}_{\text{слепи проба}})}{SD_{\text{слепи проба}}}.$$

За скрининг методе код којих је одговор обрнуто пропорционалан концентрацији микотоксина  $t\text{-вредност}$  је:

$$t\text{-вредност} = \frac{(\text{средња вредност}_{\text{слепи проба}} - \text{гранична вредност})}{SD_{\text{слепи проба}}}.$$

<sup>32</sup> Овај концепт је детаљно описан уз навођење примера у часопису Аналитичка и биоаналитичка хемија (Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216-013-6922-1).



Из добијене t-вредност на основу степена слободе израчунатих из бројних експеримената, може се израчунати могућност појаве лажно сумњивих узорака за једносмерну расподелу (нпр. функција прошириве табеле „TDIST”) или или узети из табеле за t-дистрибуцију.

Одговарајућом вредношћу једносмерне t-расподеле одређује се постотак лажно сумњивих резултата.

#### 4.3.2.5. Проширење области примене методе

##### 4.3.2.5.1. Проширење области примене на друге микотоксине

Када се области примене постојеће скрининг методе додају нови микотоксини, нужно је спровести потпуну валидацију ради доказивања погодности методе.

##### 4.3.2.5.2. Проширење на друге производе

Ако је скрининг метода позната или се очекује да ће бити примењива на друге производе, проверава се поузданост њене примене на те друге производе. Све док нови производ припада групи производа (видети табелу 31) за које је већ спроведена почетна валидација, довољно је спровести додатну ограничену валидацију. Да би се то учинило, анализира се минимално 10 хомогених негативних и 10 хомогених позитивних контролних узорака (при скрининг циљаној концентрацији - STC), уз услове средње прецизности. Позитивни су контролни узорци изнад граничне вредности. У случају да овај критеријум није испуњен, потребна је потпуна валидација.

##### 4.3.2.6. Провера метода које су већ валидиране међулабораторијским испитивањима

За скрининг методе које су већ успешно валидиране међулабораторијским испитивањима проверава се њихов учинак. Да би се то учинило, анализира се минимално 6 негативних контролних и 6 позитивних контролних узорака (при скрининг циљаној концентрацији - STC). Позитивни су контролни узорци изнад граничне вредности. У случају да овај критеријум није испуњен, лабораторија мора да изврши анализу узрока како би утврдила зашто не може да испуни спецификације добијене у колаборативном испитивању. Тек након подузимања корективних мера, поновно се провјерава учинак методе у својој лабораторији. У случају да лабораторија није у могућности да верификује резултате међулабораторијског испитивања, треба да утврди сопствене граничне вредности спроводећи потпуну валидацију у једној лабораторији.

##### 4.3.2.7. Стална проверка методе / непрекидна валидација методе

Након почетне валидације додатни подаци за валидацију се добијају укључивањем најмање два позитивна контролна узорка у сваку групу прегледаних узорака. Један позитивни контролни узорак је познат узорак (нпр. један који је коришћен током почетне валидације), други је од различитог производа из исте групе производа (у случају кад се испитује само један

производ, употребљава се други узорак тог производа). Укључивање негативног контролног узорка није обавезно. Резултати добијени за два позитивна контролна узорка додају се постојећем скупу за валидацију.

Најмање једном годишње поново се утврђује гранична вредност и поново оцењује поузданост методе. Стална провера методе служи различитим сврхама:

- контроли квалитета серије узорака која се проверава;
- пружању информација о робусности методе под условима у лабораторији која примењује методу;
- оправданост примењивости методе на различите производе;
- омогућава прилагођавање граничних вредности у случају поступних одступања током времена.

#### 4.3.2.8. Извештај о валидацији

Извештај о валидацији садржи: изјаву о скрининг циљаној концентрацији (STC) и изјаву о добијеној граничној вредности.

*Напомена:* Гранична вредност мора имати једнак број значајних цифри као и STC. Нумеричке вредности које се користе за израчунавање граничне вредности морају имати најмање једну значајну цифру више од STC-а.

- Изјава о израчунатом постотку лажно сумњивих резултата.
- Изјава о начину добијања постотка лажно сумњивих резултата.

*Напомена:* Изјавом о израчунатом постотку лажно сумњивих резултата показује да ли је метода прикладна за сврху, с обзиром на то да указује на број слепих узорака (или контаминације ниског нивоа) који подлежу провери.

Табела 31.  
Групе производа за валидацију скрининг метода

Групе производа	Категорије производа	Типични репрезентативни производи обухваћени категоријом
Високи садржај воде	Воћни сокови	Сок од јабуке, сок од грожђа
	Алкохолна пића	Вино, пиво, сајдер
	Коренасто и кртоласто поврће	Свежи ђумбир
	Пире на бази житарица или воћа	Пире за одојчад и малу децу
Високи садржај масти	Језграсто воћа и орашasti плодови	Орах, лешник, кестен
	Семенке уљарица и њихови производи	Уљана репица, сунцокрет, семе памука, соја, кикирики, сусам итд.
	Плодови уљарица и њихови производи	Уља и пасте (нпр. маслац од кикирикија, тахини)
Висок садржај скроба и/или протеина и	Зрна житарица и њихови производи	Пшеница, раж, јечам, кукуруз, пиринача, овас Интегрални хлеб, хлеб од белог брашна,

низак садржај воде и масти		крекери, житарице за доручак, тестенина
	Дијететски производи	Суви прашкови за припрему хране за одојчад и малу децу
Висок садржај киселине и висок садржај воде(*)	Производи од цитруса / цитрусног воћа / агрума	
„Компликовани или јединствени производи”(**)		Какао и његови производи, копра и њени производи, кафа, чај Зачини, сладић / госпоино биље / слатки корен

Наставак табеле 31.

Групе производа	Категорије производа	Типични репрезентативни производи обухваћени категоријом
Висок садржај шећера, низак садржај воде	Сушено воће	Смокве, грожђице (од белог грожђа, од белог грожђа без семенки, од црног грожђа без семенки)
Млеко и млечни производи	Млеко	Кравље, козје и бивоље млеко
	Сир	Крављи и козији сир
	Млечни производи (нпр. млеко у праху)	Јогурт, павлака
<p>(*) Ако се у току екстракције за стабилизацију рН промена употребљава пуферски раствор, тада се та група производа може спојити у једну групу производа „Висок садржај воде”.</p> <p>(**) „Компликовани или јединствени производи ” треба потпуно валидовати само ако се често испитују Ако се испитују само повремено, валидација се може свести на проверу нивоа извештивања коришћењем обогаћених екстраката следеће пробе.</p>		

Табела 32. Једносмерна t-вредност за лажно негативну стопу од 5 %

Степен слободe	Број понављања	t-вредност (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
$\infty$	$\infty$	1,645

#### 4.3.3. *Захтеви за квалитативне скрининг методе (методе које не дају нумеричке вредности)*

Развој смерница за валидацију метода бинарних тестова тренутно је предмет различитих тела за стандардизацију (нпр. AOAC, ISO). AOAC је недавно израдио смернице по овом питању. Овај документ се може посматрати као тренутно стање технике, односно најновији важећи документ у тој области. Стога методе које дају бинарне резултате (нпр. визуелни преглед биохемијске траке за тестирање) треба валидирати у складу са том смерницом.<sup>33</sup>

#### 4.4. Процена мерне несигурности, израчунавање искоришћења и извештавање о резултатима<sup>34</sup>

##### 4.4.1. *Потврдне методе*

Аналитички резултат се саопштава на следећи начин:

(а) са корекцијом за аналитички принос, при чему се наводи ниво искоришћења. Корекција за аналитички принос није потребна ако је постотак искоришћења од 90 % до 110 %;

(б) као  $x \pm U$ , при чему је  $x$  аналитички резултат, а  $U$  проширена мерна несигурност, користећи фактор покривености 2, који даје ниво поузданости од око 95 %.

За храну животињског порекла узимање у обзир мерне несигурности може се урадити и утврђивањем границе одлучивања (СС $\alpha$ ) у складу са Одлуком Комисије 2002/657/ЕЗ<sup>35</sup> (Анекс I тачка 3.1.2.5. – у случају супстанци са утврђеном дозвољеном границом).

<sup>33</sup> [http://www.aoac.org/imis15\\_prod/AOAC\\_Docs/ISPAM/Qual\\_Chem\\_Guideline\\_Final\\_Approved\\_031412.pdf](http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf)

<sup>34</sup> Више детаља о поступцима за процену мерне несигурности и о поступцима за оцену искоришћења може се наћи у извештају „Извештај о односу између аналитичких резултата, мерне несигурности, фактора искоришћења и одредби ЕУ законодавства о храни и храни за животиње” – [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

<sup>35</sup> Одлука Комисије број 2002/657/ЕЗ од 14. септембра 2002. о спровођењу Директиве Савета 96/23/ЕЗ о спровођењу аналитичких метода и тумачењу резултата (СЛ Л 221, 17.8.2002., стр. 8.) (*Commission Decision 2002/657/EC of 14 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (OJ L 221, 17.8.2002, p. 8)*).

Међутим, ако је аналитички резултат знатно нижи ( $> 50\%$ ) или много виши од максималне концентрације (тј. више од 5 пута виши), и под условом да се примене одговарајуће процедуре квалитета а испитивање служи само за проверу усклађености са одредбама прописа којим се уређује безбедност хране, аналитички резултат се може приказати без корекције за аналитички принос и, у тим случајевима, корекција за принос и мерна несигурност се могу изоставити.

Тренутна правила тумачења аналитичког резултата у погледу прихватања или одбацивања производне партије примењују се на аналитички резултат добијен на узорку за службену контролу. У случају испитивања у одбрамбене или судске сврхе, примењују се национална правила.

#### *4.4.2. Скрининг методе*

Резултат скрининг методе исказује се тако да је узорак усаглашен или да постоји сумња о његовој неусаглашености.

„Сумња о неусаглашености ” значи да узорак премашује граничну вредност и може да садржи веће количине микотоксина од STC. У случају сумњивог резултата покреће се потврдно испитивање ради недвосмислене идентификације и квантификације микотоксина.

„Усаглашен” значи да је удео микотоксина у узорку  $< STC$  са 95-постотном сигурношћу (тј. постоји 5-постотна могућност да су узорци нетачно приказани као негативни). Аналитички резултат приказује се као „ $<$  ниво STC-а”, при чему је ниво STC-а наведен.

#### 4.5. Лабораторијски стандарди квалитета

Лабораторија треба да испуњава услове утврђене прописом којим се уређује безбедност хране.

## МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА, ПРИПРЕМА УЗОРКА И МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ ПРИСУСТВА И НИВОА НИТРАТА У ХРАНИ<sup>36</sup>

### А) ОПШТИ ЗАХТЕВИ

#### А. 1. Сврха и циљ узорковања

Узорци намењени за службену контролу нивоа нитрата у храни која је наведена у посебном пропису којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимају се у складу са методама утврђеним у овом прилогу. Тако добијени збирни узорци, добијени директно са поља или из производне партије, сматрају се репрезентативним за производне партије.

Усклађеност са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, утврђује се на основу нивоа утврђених у лабораторијским узорцима.

#### А.2. Дефиниције

Примењују се дефиниције из Прилога 1, Одељак А), овог правилника, као и следеће:

1. *поље* је одређена површина земље са истим типом земљишта, начином гајења и времена бербе, на коме се налази само једна сорта зелене салате или спанаћа у истој фази развоја и истом предвиђеном времену бербе; у опису методе узорковања, реч: „поље”, се такође може заменити са речима: „производна партија”;

2. *заштићен простор* је одговарајућа површина земљишта под стаклеником или тунелом са пластичном или полиетиленском фолијом или на други начин заштићен простор са једном сортом зелене салате односно спанаћа у истој фази развоја и истом предвиђеном времену бербе; у опису методе узорковања, речи: „заштићени простор”, се такође могу заменити са речима: „производна партија”;

3. *велика производна партија* је површина земљишта већа од 3 ha или појединачно паковање теже од 30 t.

#### А.3. Општа правила

##### А.3.1. Лице које обавља узорковање

Узорковање обавља надлежни инспектор у складу са поделом надлежности утврђене прописом којим се уређује безбедности хране.

##### А.3.2. Храна која се узоркује

---

<sup>36</sup> Овај прилог правилника усклађен је са Уредбом Комисије (ЕЗ) број 1882/2006 од 19. децембра 2006. године о утврђивању метода узорковања и испитивања за службене контроле нивоа нитрата у одређеној храни (*Commission regulation (EC) No 1882/2006 of 19 December 2006 laying down methods of sampling and analysis for the official control of the levels of nitrates in certain foodstuff*)

Свака производна партија хране предвиђена за испитивање узоркује се посебно. Велике производне партије (нпр. теже од 30 t или веће од 3 ha) деле се на подпартије које се узоркују посебно.

#### *А.3.3. Мере предострожности*

Током узорковања хране и припреме узорака предузимају се мере предострожности како би се избегле било какве промене које би могле:

- утицати на садржај нитрата;
- негативно утицати на аналитичко одређивање;
- на збирне узорке и учинити их нерепрезентативним, нпр. присуство земље у зеленој салати или спанаћу у токзу припреме узорка;
- безбедност хране или целовитост производних партија које се узоркују.

Такође, треба предузети све потребне мере за заштиту лица која узимају узорке.

#### *А.3.4. Појединачни узорци*

Када је могуће, појединачни узорци се узимају са различитих места у производној партији или подпартији.

Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из тачке А.3.8. овог одељка.

#### *А.3.5. Припрема збирног узорка*

Збирни узорак се добија обједињавањем појединачних узорака.

#### *А.3.6. Контролни узорци и узорци за суперанализу*

Контролни узорци и узорци за суперанализу узимају се из хомогенизованог збирног узорка.

#### *А.3.7. Паковање и пренос (испорука) узорака*

Сваки узети узорак се ставља у чисту, инертну, непрозирну пластичну кесу која се чврсто затвара ради спречавања губитка влаге и заштите од оштећења и загађења.

Узорак се доставља лабораторији на испитивање у року од 24 часа од узимања узорка и треба се да држи на хладном у току транспорта. Ако то није могуће, узорак треба дубоко замрзнути у року од 24 часа и чувати замрзнут (најдуже шест недеља од дана замрзавања).

Треба предузети све додатне мере предострожности да би се избегле све промене у саставу узорка до којих би могло доћи у току транспорта или складиштења.

#### *А.3.8. Пломбирање и означавање узорака*

Сваки узорак који се узима за службену контролу се пломбира и означава на месту узорковања.

О сваком узорковању сачињава се записник о узорковању који омогућава да свака производна партија или подпартија буде недвосмислено

идентификована и у којем се наводи назив сорте, произвођача, датум и место узорковања, субјекта у пословању храном одговорном за пошиљку, заједно са додатним подацима који би могли бити од користи при лабораторијском испитивању.

#### А.4. Различите врсте производних партија

Храна се може стављати на тржиште у расутом стању (ринфуз) или у паковањима укључујући вреће, вреће и гајбе, или у појединачним малопродајним паковањима. Метода узорковања може се применити на све различите облике у којима се роба ставља на тржиште.

### Б) МЕТОДА УЗОРКОВАЊА

Када год је то могуће, појединачни узорци се узимају на различитим местима у производној партији или подпартији.

#### Б.1. Узорковање у пољу

Ако је потребно узорковати зелену салату или спанаћ у пољу, узорковање се спроводи на следећи начин:

- појединачни узорци се узимају са површина које су репрезентативни примерци поља или заштићеног простора;

- површине са различитим типовима земљишта, на којима се спроводе различити начини узгоја, односно на којима се узгајају различите сорте зелене салате или спанаћа, односно на којима се зелена салата или спанаћ беру у различито време, сматрају се одвојеним производним партијама или пољима, а ако је поље веће од 3 ha, дели се на подпартије од 2 ha, с тим да се свака подпартија узоркује посебно;

- појединачни узорци се узимају ходајући преко поља у облику слова „W” или „X”, а ако се биљке гаје у уским лејама или заштићеном простору појединачни узорци се, према обрасцу у облику слова „W” или „X”, узимају из неколико леја и сакупљају ради формирања збирног узорка;

- узорци се узимају сечењем биљака непосредно до земље;

- збирни узорак треба да садржи најмање 10 биљака и да има масу од најмање 1 kg;

- узоркују се само јединице (биљке) које величином одговарају онима које се налазе на тржишту<sup>37</sup>;

- са сваке узорковане јединице (биљке) скида се земља, као и нејестиви спољашњи и оштећени листови.

#### Б.2. Узорковање производних партија спанаћа, зелене салате, хране за бебе и прерађене хране на бази житарица за одојчад и малу децу на тржишту

<sup>37</sup> Величина зелене салате, широколисне и ендивије коврцавих листова утврђена је прописима о квалитету.



Ова метода узорковања се примењује на производне партије масе 25 t или мање.

У случају већих производна партија (> 30 t) производна партија се дели на подпартије од приближно 25 t, под условом да се могу физички раздвојити. Имајући у виду да маса производне партије није увек једнака збиру маса подпартија од 25 t, маса подпартије може прећи 25 t за највише 20%. То значи да маса подсерије може бити у распону од 15 до 30 t. У случају да се производна партија не може физички раздвојити на подпартије, узорак се узима из производне партије.

Збирни узорак треба да је масе од најмање 1 kg, осим када то није могуће, нпр. код узорковања једне главице салате или једног паковања.

Најмањи број појединачних узорака који се узима из производне партије дат је у табели 1.

Табела 1.  
Најмањи број појединачних узорака  
који се узимају из производне партије

Маса производне партије (у kg )	Најмањи број појединачних узорака	Најмања маса збирног узорка (у kg )
< 50	3	1
50 до 500	5	1
> 500	10	1

Ако се производна партија састоји од појединачних паковања, број паковања који се узоркује ради формирања збирног узорка дат је у табели 2.

Табела 2.  
Број паковања (појединачних узорака) који се узоркују  
за збирни узорак ако се производна партија састоји  
од појединачних паковања

Број паковања или јединица у производној партији	Број паковања или јединица које треба узорковати	Најмања маса збирног узорка (у kg)
1 до 25	1 паковање или јединица	1
26 до 100	око 5 %, а најмање 2 паковања или јединице	1
> 100	око 5 %, а највише 10 паковања или јединице	1

Свака производна партија или подпартија, која се проверава на усклађеност, узоркује се посебно.

Међутим, у случајевима када би такав начин узорковања довео до неприхватљивих комерцијалних последица услед оштећења производне партије (због облика паковања, превозних средстава и сл.), може се применити алтернативна метода узорковања, под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована.

Место са кога је узет узорак у производној партији треба да се бира насумично али, ако је то физички непрактично, место за узимање узорака одабрати из оних делова производне партије који су доступни.

### Б.3. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје спроводи се у складу са методама утврђеним у овом прилогу, део Б, тачка Б.2. Ако то није могуће, може се применити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје под условом да осигурава да збирни узорак буде довољно репрезентативан за узорковану производну партију и да је у потпуности описана и документована<sup>38</sup>.

### Б.4. Прихватање производне партије или подпартије

Производна партија или подпартија се прихвата ако је аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка у складу са максималном концентрацијом утврђеном посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената, узимајући у обзир корекцију за мерну несигурност и искоришћење.

Производна партија или подпартија се не прихвата ако аналитички резултат испитивања лабораторијског узорка ван сваке сумње прелази максималну концентрацију утврђену посебним прописом којим се уређују максималне концентрације одређених контаминената у храни, узимајући у обзир корекцију резултата за мерну несигурност и искоришћење (тј. за процену усаглашености користи се аналитички резултат коригован за искоришћење и минус проширена мерна несигурност).

## В) ПРИПРЕМА УЗОРКА

У случају узорковања свежих производа припрема узорка, ако је могуће, обавља се у року од 24 сата од узорковања. Ако није могуће, узорак се чува замрзнут (највише до шест недеља).

Земља, јако испрљани, нејестиви и оштећени спољашњи листови треба да се уклоне са сваке узорковане појединачне јединице (биљке). Није дозвољено прање узорака, јер се прањем може смањити количина нитрата у узорцима.

Цео узорак се хомогенизује, уз могућ додатак одређене количине воде. У зависности од величине апарата за уситњавање (блендер/мацератор/сецкалица) може се хомогенизовати један или више појединачних јединица. Млевање се може поспешити замрзавањем и уситњавањем узорка пре хомогенизације. Свакако се мора доказати да је поступак довео до потпуне хомогенизације узорка. Потпуна хомогенизација је важна за максималну екстракцију и искоришћење нитрата. Узорци се третирају идентично на овај начин, без обзира да ли су узорковани на пољу или из малопродаје.

За испитивање се узима један или више аналитичких узорака из хомогенизованог узорка.

<sup>38</sup> У случају да је део који треба узорковати тако мали да није могуће добити збирни узорак од 1 kg, маса збирног узорка може бити мања од 1 kg. Такође, ако се узоркује прерађена храна на бази житарица и храна за одојчад и малу децу, маса збирног узорка може бити 0,5 kg.

## Г) АНАЛИТИЧКА МЕТОДА, ИЗВЕШТАВАЊЕ О РЕЗУЛТАТИМА ИСПИТИВАЊА И УСЛОВИ ПОТРЕБНИ ЗА ЛАБОРАТОРИЈСКУ КОНТРОЛУ

### Г.1. Дефиниције

1.  $r$  је поновљивост, тј. вредност испод које је апсолутна разлика између два појединачна резултата испитивања под условима поновљивости, односно исти узорак, исти испитивач, исти инструмент, иста лабораторија, и може се очекивати да ће кратак временски размак бити унутар одређене вероватноће (обично 95%) и, отуда је  $r = 2,8 \times s_r$ .

2.  $s_r$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости.

3.  $RSD_r$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима поновљивости:

$$RSD_r = \frac{s_r}{x} \times 100$$

4.  $R$  је обновљивост, тј. вредност испод које је апсолутна разлика између појединачних резултата испитивања добијених под условима обновљивости, наиме на идентичном материјалу добијеном од испитивача у различитим лабораторијама, користећи стандардизовану методу за испитивање, може се очекивати да се налази у одређеној вероватноћи (обично 95 %),  $R = 2,8 \times s_r$ .

5.  $s_R$  је стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости.

6.  $RSD_R$  је релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених под условима обновљивости:

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100$$

### Г.2. Општи захтеви

Потврдне методе испитивања које се користе у сврхе контроле хране треба да буду у складу са прописом којим се уређује службена контрола хране.

### Г.3. Посебни захтеви

#### *Г.3.1. Поступак екстракције*

Посебну пажњу потребно је обратити на примену поступка екстракције. Доказано је да неколико поступака екстракције гарантује ефикасну екстракцију нитрата, као што је метода екстракције врућом водом или

екстракција са мешом метанола и воде (у односу 30:70). Екстракција хладном водом користи се само ако је узорак за испитивање пре екстракције био замрзнут.

### Г.3.2 Критеријум учинка

Посебни критеријум за методе испитивања који се користе за праћење нивоа нитрата су:

Табела 3.  
Критеријум учинка за нитрате

Критеријум	Распон концентрације	Препоручена вредност	Максимално дозвољена вредност
Искоришћење	< 500 mg/kg	од 60 до 120 %	–
	≥ 500 mg/kg	од 90 до 110 %	
Прецизност $RSD_R$	Све	Вредност добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине	2 × вредност добијена уз помоћ Horwitz – ове једначине
Поновљивост $RSD_r$ може се израчунати као 0,66 пута обновљивост $RSDR$ при концентратији од интереса			

Напомене уз критеријум учинка за нитрате:

- Распони концентрација се не наводе, будући да се прецизност израчунава за релевантне концентрације.
- Прецизност се израчунава уз помоћ Horwitz-ове једначине, тј:

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

при чему је:

- $RSD_R$  релативна стандардна девијација израчуната из резултата добивених уз услове обновљивости  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ;
- $C$  однос концентрације (тј. 1 = 100 g/100g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

### Г.4. Извештавање о резултатима, процена мерне несигурности и израчунавање искоришћења<sup>39</sup>

Аналитички резултат се изражава у истим јединицама и заокружује се на исти број децимала као и максимална концентрација утврђена у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминената у храни.

<sup>39</sup> Више детаља о поступцима за процену мерне несигурности и о поступцима за оцену искоришћења може се наћи у документу Извештај о односу између аналитичких резултата, мерне несигурности, фактора искоришћења и одредби ЕУ законодавства о храни и храни за животиње (*Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation*) –

[http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

Аналитички резултат изражава се као кориговани или некориговани за искоришћење. Обавезно се наводе начин извештавања и ниво искоришћења. Резултат испитивања коригован за искоришћење користи се за проверу усаглашености.

Аналитички резултат изражава се као  $x \pm U$ , при чему је  $x$  аналитички резултат, а  $U$  проширена мерна несигурност, користећи фактор покривености 2, који даје ниво поузданости од око 95 %.

Наведена правила тумачења аналитичког резултата у погледу прихватања или одбијања производне партије важе за аналитичке резултате добијене на узорку за службену контролу.

#### Г.5. Лабораторијски стандарди квалитета

Лабораторија треба да испуњава услове утврђене прописом којим се уређује безбедност хране.

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА, ПРИПРЕМА УЗОРАКА И ЗАХТЕВИ  
ЗА МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА СЛУЖБЕНУ  
КОНТРОЛУ НИВОА ДИОКСИНА, РСВ-ИЈА СЛИЧНИХ  
ДИОКСИНИМА И РСВ-ИЈА КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ  
ДИОКСИНИМА У ХРАНИ<sup>40</sup>

1. МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ НИВОА  
ДИОКСИНА (PCDD/PCDF), РСВ-ија СЛИЧНИХ ДИОКСИНИМА И  
РСВ-ија КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ ДИОКСИНИМА У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

А) ДЕФИНИЦИЈЕ И СКРАЋЕНИЦЕ

1) *ниво за покретање поступка* је количина одређене супстанце, због које се покрећу активности за откривање извора те супстанце у случајевима када су откривене повећане количине те супстанце.

2) *скрининг методе* јесу методе која се користе за одабир оних узорака са концентрацијама PCDD/PCDF-ова и диоксинима сличних РСВ-ија које прелазе утврђене максималне концентрације или нивое за покретање поступка. Оне омогућавају исплативо испитивање великог броја узорака чиме се тако повећава могућност откривања нових појава високе изложености и ризика за здравље потрошача. Методе скрининга заснивају се на биоаналитичким или методама гасне хроматографије / масене спектрометрије (GC-MS). Резултати узорака који премашују граничну вредност утврђену за проверу усклађености са утврђеном максимално дозвољеном концентрацијом проверавају се спровођењем потпуног поновног испитивања оригиналног узорка помоћу потврдне методе.

3) *потврдне методе* јесу методе које пружају потпуне или допунске информације које омогућавају недвосмислену идентификацију и квантификацију концентрација PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима на максималном нивоу или у случају потребе, на нивоу прага за покретање поступка. Такви поступци користе гасну хроматографију / масену спектрометрију високе резолуције (GC-HRMS) или гасну хроматографију / тандемску масну спектрометрију (GC-MS/MS);

4) *биоаналитичке методе* јесу методе које се заснивају на биолошким начелима, нпр. ћелијске биоанализе, рецепторски или имунолошки тестови. Ове методе не дају резултате на нивоу конгенера већ само наводе<sup>41</sup>

<sup>40</sup> Овај прилог правилника усклађен је са Уредбом Комисије (ЕУ) бр. 2017/644 од 5. априла 2017. године о утврђивању метода за узорковање и испитивање за контролу нивоа диоксида, РСВ-ија сличних диоксинима и РСВ-ија који нису слични диоксинима у одређеној храни и о стављању ван снаге Уредбе (ЕУ) бр. 589/2014 (*Commission Regulation (EU) 2017/644 of 5 April 2017 laying down methods of sampling and analysis for the control of levels of dioxins, dioxin-like PCBs and non-dioxin-like PCBs in certain foodstuffs and repealing Regulation (EU) No 589/2014*).

<sup>41</sup> Биоаналитичке методе нису специфичне за оне конгенере који су укључени у систем фактора еквивалентне токсичности (TEF). друга структурно повезана једињења која се вежу на рецептор ароматичних угљоводоника (AhR) могу бити присутна у екстракту узорка који доприносе целокупном одговору, па према томе, биоаналитички резултати не могу бити процена, већ индикација нивоа TEQ у узорку.

вредности токсичних еквивалената (TEQ) изражених у биоаналитичким еквивалентима (BEQ), с обзиром на то да сва једињења присутна у изолату узорка који произведу одговор при испитивању можда не испуњавају све захтеве начела TEQ.

5) *аналитички принос добијен биоанализом* је количина BEQ израчуната из калибрационе криве за 2,3,7,8-тетрахлордобензо-р-диоксин (TCDD) или полихлоровани бифенил 126 (PCB 126), коригована за вредност следеће пробе и затим подељена са вредношћу TEQ одређеном потврдном методом. Ова метода покушава да коригује факторе као што су: губитак PCDD/PCDF-ова и диоксинима сличних једињења у току екстракције и чишћења, коекстракциона једињења која повећавају или смањују одговор (агонистички и антагонистички ефекти), квалитет прилагођавања кривуље или разлике између вредности TEF и релативне способности (REP). Аналитички принос добијен биоанализом израчунава се из одговарајућих референтних узорка који имају репрезентативно распоређене конгенере око утврђене максималне концентрације или прага за покретање поступка.

б) *двоструко испитивање* је засебно испитивање предметних анализата коришћењем другог аликвота истог хомогенизованог узорка.

7) *прихваћена посебна граница*<sup>42</sup> *квантификације појединог конгенера* у узорку је најмањи садржај анализата који се може измерити са разумном статистичком сигурношћу, који испуњава критеријуме идентификације како су описани у међународно признатим стандардима, на пример у стандарду SRPS EN 16215:2020 (Храна за животиње – Методе узимања узорка - Одређивање диоксида и диоксинима сличних PCB-ија и индикаторских PCB-ија помоћу GC-HRMS) и/или у методама EPA 1613 и 1668 како су ревидиране.

Граница квантификације појединог конгенера може се одредити на следећи начин:

– концентрација анализата у изолату узорка која даје одговор инструмента на два различита јона, коју треба пратити уз опсег сигнала и шума (сигнал/шум) 3:1 при мање осетљивом сигналу необрађених података;

или, ако из техничких разлога израчунавање опсега сигнала и шума не осигура поуздане резултате,

– тачка најниже концентрације на калибрационој криви која даје прихватљиво ( $\leq 30\%$ ) и доследно одступање (мерено најмање на почетку и на крају аналитичког низа узорка) од просечног релативног фактора одговора израчунатог за све тачке на калибрационој криви у свакој серији узорка<sup>43</sup>.

8) *горња граница* је концепт који захтева примену границе квантификације за израчунавање доприноса сваког појединачног неквантификованог конгенера.

9) *доња граница* је концепт који захтева примену нуле за израчунавање доприноса сваког појединачног неквантификованог конгенера.

<sup>42</sup> Начела описана у Смерницама о процени границе детекције (LOD) и границе квантификације (LOQ) за мерења у области контаминената у храни и храни за животиње (*Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food*) поштују се ако је применљиво.

<sup>43</sup> LOQ се израчунава из тачке најниже концентрације узимајући у обзир искоришћење интерних стандарда и унос узорка.

10) *средња граница* је концепт који захтева примену половине границе квантификације за израчунавање доприноса сваког појединачног неквантификованог конгенера.

Поједини скраћенице које се користе у овом прилогу имају следеће значење:

- BEQ су биоаналитички еквиваленти;
- GC је гасна хроматографија;
- HRMS је масена спектрометрија високе резолуције;
- LRMS је масена спектрометрија ниске резолуције;
- MC/MC је тандем масена спектрометрија;
- PCB је полихлоровани бифенил;
- PCDD су 2,3,7,8-супституисани полихлоровани дибензо-*p*-диоксини;
- PCDF су полихлоровани дибензофурани;
- QC је контрола квалитета;
- REP је релативна способност;
- TEF је фактор еквивалентне токсичности;
- TEQ су токсични еквиваленти;
- TCDD је 2,3,7,8-тетрахлордибензо-*p*-диоксин;
- U је проширена мерна несигурност.

## Б) ПОЉЕ ПРИМЕНЕ

Узорци намењени за службену контролу нивоа диоксина (PCDD/PCDF-ова), диоксинима сличних PCB-ија и диоксинима који нису слични PCB-иима у храни која је наведена у посебном пропису о максималним концентрацијама одређених контаминената у храни, узимају се у складу са методама утврђеним у овом прилогу. Тако добијени збирни узорци, сматрају се репрезентативним за производне партије или подпартије из којих су узети.

Усклађеност са максималним концентрацијама утврђеним посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминената у храни, утврђује се на основу нивоа утврђених у лабораторијским узорцима.

Да би се осигурала усклађеност са одредбама посебног прописа о хигијени хране, субјекат у пословању са храном ће, када се узимају узорци за контролу нивоа диоксина (PCDD/PCDF-ова), диоксинима сличних PCB-ија и диоксинима који нису слични PCB-иима, узети узорке у складу са методама утврђеним у одељку Г) овог дела прилога или применити еквивалентан поступак узорковања за који је доказано да има исти ниво заступљености као поступак узорковања описан у поглављу одељку Г) овог дела прилога.

## В) ОПШТИ ЗАХТЕВИ

### В.1. Лице које обавља узорковање

Узорковање обавља надлежни инспектор у складу са поделом надлежности утврђене прописом који се уређује безбедност хране.



## В.2. Храна која се узоркује

Свака производна партија или подпартија коју треба испитивати узоркује се посебно.

## В.3. Мере предострожности

Током узорковања хране и припреме узорака предузимају се мере предострожности како би се избегле било какве промене које би могле утицати на садржај диоксида и РСВ-ија, негативно утицати на аналитичко одређивање, као и на збирне узорке и учинити их нерепрезентативним.

## В.4. Појединачни узорци

Појединачни узорци се узимају са различитих места у производној партији или подпартији. Одступање од поступка узимања појединачних узорака наводи се у записнику о узорковању из подељка В.8. овог одељка.

## В.5. Припрема збирног узорка

Збирни узорак се добија обједињавањем појединачних узорака. Треба да има најмање 1 kg, осим ако то није практично, нпр. ако се узоркује једно паковање или ако производ има врло високу комерцијалну вредност.

## В.6. Поновљени узорци

Поновљени узорци, односно контролни узорци и узорци за суперанализу узимају се из хомогенизованог збирног узорка. Количина лабораторијског узорка за потребе спровођења контрола мора бити довољна да омогући најмање двоструко испитивање.

## В.7. Паковање и пренос (испорука) узорака

Сваки узорак се ставља у чисту, инертну посуду која пружа одговарајућу заштиту од контаминације, губитка анализата адсорпцијом на унутрашњи зид посуде и оштећења у транспорту. Потребно је предузети све мере предострожности како би се избегла промена састава узорака до које би могло доћи током транспорта или складиштења.

## В.8. Пломбирање и означавање узорака

Сваки узорак који се узима за службену контролу се пломбира и означава на месту узорковања. О сваком узорковању сачињава се записник о узорковању који омогућава да свака производна партија буде недвосмислено идентификована и у којем се наводи датум и место узорковања, заједно са свим додатним подацима који би могли бити од користи при лабораторијском испитивању.

## Г) ПЛАН УЗОРКОВАЊА

Метода узорковања која се користи треба да обезбеди репрезентативност збирног узорка производне партије, односно подпартије коју треба контролисати.

### Г.1. Подела производне партије на подпартије

Велике производне партије деле се на подпартије под условом да се подпартија може и физички одвојити. За храну која се продаје у расутом стању (нпр. Биљно уље) за поделу производне партије на подпартије примењује се Табела 1. За остале производе примењује се Табела 2. Узимајући у обзир да маса производне партије није увек тачан збир маса подпартија, маса подпартије може прећи доле наведену масу за највише 20 %.

Табела 1.  
Подела производних партија на подпартије  
за храну која се продаје у расутом стању

Маса производне партије (у t)	Маса (у t) или број подпартија
$\geq 1500$	500 t
$> 300$ и $< 1.500$	3 подпартије
$\geq 50$ и $\leq 300$	100 t
$< 50$	–

Табела 2.  
Подела производних партија на подпартије за осталу храну

Маса производне партије (у тонама)	Маса (у t) или број подпартија
$\geq 15$	15-30 t
$< 15$	–

#### Г.2. Број појединачних узорака

Збирни узорак, који обједињује све појединачне узорке, треба да буде тежак најмање 1 kg (видети одељак В, тачка В.5. овог прилога).

Минималан број појединачних узорака који се узима из производне партије или подпартије наведен је у табели 3. и 4.

У случају да се ради о течним производима у расутом стању, производне партије или подпартије треба добро промешати непосредно пре узорковања, колико год је то могуће, ручно или помоћу механичких уређаја, до те мере до које то неће утицати на квалитет производа. У том случају се претпоставља да ће се испитивани контаминанти равномерно распоредити кроз целу производну партију или подпартију или другачије речено да је наведени контаминант хомогено дистрибуиран у датој производној партији или подпартији. Довољно је узети три појединачна узорка из производне партије или подпартије да се формира збирни узорак.

Појединачни узорци треба да буду сличне масе. Маса појединачног узорка треба да буде најмање 100 g.

Свако одступање од ове методе уноси се у записник из Одељка В), тачка В.8. овог дела прилога.

У складу са одредбама прописа којим се утврђује праћење одређених супстанци и њихових резидуа у одређеним производима животињског порекла, збирни узорак за кокошја јаја је најмање 12 јаја (за неупаковане производне партије, као и за производне партије које се састоје од појединачних паковања примењују се табеле 3. и 4.).

Ако се производна партија или подпартија састоји од појединачних паковања или јединица, број паковања или јединица који ће се узети да би се формирао збирни узорак дат је у Табели 4.

Табела 3.  
Минималан број појединачних узорака  
који се узима из производне партије или подпартије

Маса или запремина производне партије/подпартије (у kg или l)	Минималан број појединачних узорака које треба узети
< 50	3
$\geq 50$ и $\leq 500$	5
> 500	10

Табела 4.  
Број паковања или јединица (појединачних узорака) који се узоркују за збирни узорак, када се производна партија или подпартија састоји од појединачних паковања или јединица

Број паковања или јединица у производној партији/подпартији	Број паковања или јединица које треба узети
$\leq 25$	најмање 1 паковање или јединица
26 до 100	око 5 %, а најмање 2 паковања или јединице
> 100	око 5 %, а највише 10 паковања или јединица

### Г.3. Посебне одредбе за узорковање производних партија које се састоје од целих риба упоредиве величине и масе

Сматра се да су рибе упоредиве величине и масе када њихова међусобна разлика у величини и маси није већа од око 50 %.

Број појединачних узорака који се узимају из производне партије утврђен је у Табели 3. Збирни узорак који обједињује све појединачне узорке треба да буде најмање 1 kg (видети одељак В. пододељак В.5. овог дела прилога).

Ако серија која се узоркује садржи ситну рибу (риба чија је појединачна маса мања од око 1 kg), као појединачни узорак за формирање збирног узорака узима се цела риба. Када тако добијени збирни узорак тежи више од 3 kg, појединачни узорци могу се узети од средине рибе, ако сваки такав узорак, од риба које чине збирни узорак, тежи најмање 100 g. Читав део, на који се примењује максимална концентрација, користи се за хомогенизацију узорака.

Средина рибе је и њено тежиште. Оно се најчешће налази код леђне пераје (ако је риба има), односно на пола пута између отвора за шкрге и ануса.

Ако серија која се узоркује садржи веће рибе (свака риба је тежа од око 1 kg), појединачни узорак се састоји од средишњег дела рибе. Сваки појединачни узорак тежи најмање 100 g. Код риба средње величине (од око 1 до

6 kg) појединачни узорак се одреже у средњем делу рибе који се протеже од кичме до трбуха.

Код врло великих риба (нпр. > приближно 6 kg), појединачни узорак се узима са десне стране (гледано спреда) дорзо-латералног (одозго и са стране) дела мишића из средине рибе. Ако би тако узети узорак средине рибе проузроковао велики трошак, може се сматрати довољним узимање три појединачна узорака, од којих сваки има најмање 350 g без обзира на величину производне партије или алтернативно, као појединачни узорак који ће бити репрезентативан за одређивање диоксида у целој риби, могу се узети једнак део мишићног меса у близини репа рибе и део мишићног меса у близини главе исте рибе.

#### Г.4. Узорковање производних партија риба које се састоје од целих риба различите величине и/или масе

За припрему узорка примењују се правила из поделе Г.3. овог одељка.

Када превладава одређени разред или категорија величине или масе (око 80 % производне партије и више), узорак се узима од риба чија величина или маса превладава. Овакав се узорак сматра репрезентативним за целу серију.

Ако не превладава ни један одређени разред или категорија величине или масе, треба да се обезбеди да су рибе одабране за узорак репрезентативне за производну партију. Посебне смернице за такве случајеве наведене су у смерницама за узорковање целих риба различите величине и/или масе – „Смернице за узорковање целих риба различите величине и / или масе”<sup>44</sup>.

#### Г.5. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у малопродаји спроводи се у складу са поделом Г.2. овог одељка.

Ако узорковање није могуће може се користити алтернативна метода узорковања у фази малопродаје, под условом да та метода осигурава довољну репрезентативност за узорковану производну партију или подпартију.

### Д) УСАГЛАШЕНОСТ ПРОИЗВОДНЕ ПАРТИЈЕ СА СПЕЦИФИКАЦИЈОМ

#### Д.1. Усаглашеност производне партије у погледу РСВ-ија који нису слични диоксинима

Производна партија је усаглашена ако аналитички резултат за суму РСВ-ија који нису слични диоксинима не прелази одговарајући максимални ниво утврђен посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминанта у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност<sup>45</sup>.

<sup>44</sup> Guidance document on sampling of whole fishes of different size and/or weight”, [https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs\\_contaminants\\_catalogue\\_dioxins\\_guidance-sampling-exemples-dec2006\\_en.pdf](https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_catalogue_dioxins_guidance-sampling-exemples-dec2006_en.pdf)

<sup>45</sup> Ако је применљиво, поштују се начела описана у Смерницама за мерну несигурност за лабораторије које обављају испитивања PCDD/F-ова и РСВ-ија коришћењем методе масене

Производна партија није усаглашена са максималним нивоом утврђеним посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни ако средња вредност два горња аналитичка резултата добијена двоструким испитивањем<sup>46</sup>, узимајући у обзир проширену мерну несигурност, без сумње прелази максималну концентрацију.

Проширена мерна несигурност израчунава се коришћењем фактора покривања 2, што даје ниво поузданости од приближно 95 %. Производна партија није усаглашена ако је средња вредност измерених вредности, умањена за проширену несигурност средње вредности, изнад прописане максималне концентрације.

Претходно наведена правила примењују се на аналитичке резултате добијене на узорку за службену контролу, као и у случају испитивања у одбрамбене или судске сврхе.

## Д.2. Усаглашеност производне партије у погледу диоксина и РСВ-ија који су слични диоксинима

Производна партија је усаглашена ако је резултат појединачног испитивања:

- спроведен скрининг методом са уделом лажно усаглашених резултата мањим од 5 % упућује на то да ниво не прелази одговарајуће максималне концентрације PCDD/PCDF-ова и суме PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима како је утврђено посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни;

- спроведен потврдном методом не прелази одговарајуће максималне концентрације PCDD/PCDF-ова и суме PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима како је утврђено посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни, узимајући у обзир проширену мерну несигурност<sup>47</sup>.

За скрининг тестове потребно је одредити вредност за искључење (cut-off вредност) за одлуку о усаглашености са одговарајућим максималним концентрацијама одређеним за PCDD/PCDF-ова и суме PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима.

Производна партија није усаглашена са максималним нивоом утврђеним посебним прописом о максималним концентрацијама одређених контаминаната у храни ако средња вредност два горња аналитичка резултата

спектрометрије са разблажењем изотопа (*Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry*).

<sup>46</sup> Двоструко испитивање је потребно ако резултат првог одређивања није усаглашен. Двоструко испитивање је потребно да би се искључила могућност унутрашње унакрсне контаминације или случајне замене узорака. У случају да се испитивање изводи у току инцидента контаминације, потврђивање двоструким испитивањем може се изоставити у случају да су узорци који су одабрани за испитивање следивошћу повезани са инцидентом контаминације и откривени ниво значајно већи од максималног нивоа.

<sup>47</sup> Смернице за мерну несигурност за лабораторије које обављају испитивања PCDD/F-ова и РСВ-ија коришћењем методе масене спектрометрије са разблажењем изотопа (*Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry*) и Смернице о процени LOD и LOQ за мерења у области контаминаната у храни и храни за животиње (*Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food*).

(двоструко испитивање<sup>48</sup>) добијена коришћењем потврдне методе, узимајући у обзир проширену мерну несигурност, без сумње прелази максималну концентрацију.

Проширена мерна несигурност израчунава се коришћењем фактора покривања 2, што даје ниво поузданости од приближно 95 %. Производна партија није усаглашена ако је средња вредност измерених вредности, умањена за проширену несигурност средње вредности, изнад прописане максималне концентрације.

Сума процењених проширених несигурности засебних аналитичких резултата PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима користи се да би се добила сума PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима.

Претходно наведена правила примењују се на аналитичке резултате добијене на узорку за службену контролу, као и у случају испитивања у одбрамбене или судске сврхе.

## Ћ) ПРЕКОРАЧЕЊЕ НИВОА ЗА ПОКРЕТАЊЕ ПОСТУПКА

Нивои за покретање поступка представљају алат за одабир узорака у оним случајевима у којима је примерено утврдити извор контаминације и предузети мере за њено смањење или уклањање. Скрининг методе успостављају одговарајуће граничне вредности за одабир тих узорака. Ако је откривање извора и смањење или уклањање контаминације тешко, потврда прекорачења нивоа за покретање поступка може бити двоструко испитивање, користећи потврдну методу и узимајући у обзир проширену мерну несигурност<sup>49</sup>.

## 2. ПРИПРЕМА УЗОРКА И ЗАХТЕВИ ЗА МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ НИВОА ДИОКСИНА (PCDD/PCDF) И РСВ-ИЈА СЛИЧНИХ ДИОКСИНИМА У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

### А) ПОЉЕ ПРИМЕНЕ

Захтеви из овог дела прилога примењују се кад се храна испитује за службену контролу нивоа 2, 3, 7, 8-супституисаних полихлорованих дибензо-р-диоксина и полихлорованих дибензофурана (PCDD/PCDF-ови) и полихлорованих бифенила сличних диоксинима (РСВ-ија сличних диоксинима), као и за припрему узорака и аналитичких захтева за друге регулаторне сврхе, укључујући контроле које спроводи субјекат у пословању храном да би осигурао усклађеност са одредбама закона којим је прописана безбедност хране, односно посебним прописом којим су утврђени услови хигијене хране.

<sup>48</sup> Двоструко испитивање је потребно ако резултат првог одређивања, у коме се примењују потврдне методе коришћењем <sup>13</sup>С-означеног интерног стандарда, није усаглашен. Двоструко испитивање је потребно да би се искључила могућност унутрашње унакрсне контаминације или случајне замене узорака. У случају да се испитивање изводи у току инцидента контаминације, потврђивање двоструким испитивањем може се изоставити у случају да су узорци који су одабрани за испитивање следивошћу повезани са инцидентом контаминације и откривени ниво значајно већи од максималног нивоа.

<sup>49</sup> Идентично објашњење и захтеви за двоструко испитивање за контролу прагова за покретање поступка као у фусноти <sup>(10)</sup> за максималне нивое.

Присуство PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у храни може се пратити уз помоћу две различите врсте аналитичких метода: скрининг методе и потврдне методе.

#### А.1. Скрининг методе

Циљ скрининг метода је одабир узорака са нивоима PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима које прелазе прописане максималне концентрације или прагове за покретање поступка. Скрининг методе омогућавају исплативу високу пропусност узорка и тако повећавају могућност за откривање нових инцидената при којима велика изложеност може довести до ризика за здравље потрошача. Циљ њихове примене је избегавање лажно усаглашених резултата. Оне могу укључивати биоаналитичке методе и методе гасне хроматографије/масене спектрометрије (GC/MS).

Скрининг методе се заснивају на поређењу аналитичког резултата са вредношћу за искључење (cut-off вредност), омогућавајући одлуку да/не у погледу могућег прелажења прописане максималне концентрације е или прага за покретање поступка. Концентрација PCDD/PCDF-ова и суме PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у узорцима за које се сумња да су неусаглашени са прописаном максималном концентрацијом треба да буде одређена или потврђена потврдном методом.

Осим тога, скрининг методе могу упутити на присуство количина PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у узорку. У случају примене биоаналитичких скрининг метода резултати се изражавају као биоаналитички еквиваленти (BEQ), док се у случају примене физичко-хемијских GC/MS метода изражавају као токсични еквиваленти (TEQ). Нумерички наведени резултати скрининг метода су погодни за доказивање усаглашености или сумње на неусаглашеност или прелажење прага за покретање поступка и показују опсег количина у случају даљег праћења уз помоћ потврдних метода. Они нису погодни за потребе као што су оцена нивоа присуства, процена уноса, праћење тренда нивоа или поновна оцена прагова за покретање поступка и прописаних максималних концентрација.

#### А.2. Потврдне методе

Потврдне методе омогућавају недвосмислено утврђивање и квантификацију PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у узорку и пружају потпуне информације на основу конгенера. Стога, те методе омогућавају контролу прописаних максималних концентрација и прагова за покретање поступка, укључујући потврду резултата добијених скрининг методама. Осим тога, резултати се могу користити у друге сврхе, као што су одређивање ниских нивоа присуства код мониторинга хране, праћење трендова, процена изложености популације и стварање базе података због могуће поновне оцене прагова за покретање поступка и максималних концентрација. Оне су важне и за одређивање узорака конгенера да би се установио извор могуће контаминације. Такве методе користе гасну хроматографију-масену спектрометрију високе резолуције (GC-HRMS). За потврђивање усаглашености или неусаглашености са прописаном максималном концентрацијом може се користити и гасна хроматографију- тандем масена спектрометрија (GC-MS/MS).

## Б) ПОЗАДИНА

За израчунавање концентрација токсичних еквивалената (ТЕQ), концентрације појединачних супстанци у датом узорку помноже се са њиховим одговарајућим фактором еквивалентне токсичности (ТЕF) како га је одредила Светска здравствена организација и навела у делу 3. овог прилога, а затим саберу да би се добила укупна концентрација једињења сличних диоксинима изражених као ТЕQ-ови.

Скрининг и потврдне методе могу се користити само за контролу одређеног матрикса, ако су методе довољно ојетљиве за поуздано откривање нивоа који достижу ниво прописане максималне концентрације или праг за покретање поступка.

## В) ЗАХТЕВИ ЗА ОСИГУРАЊЕ КВАЛИТЕТА

– Мере за спречавање унакрсне контаминације морају се предузети у свакој фази узорковања и испитивања.

– Узорци се чувају и транспортују у посудама од стакла, алуминијума, полипропилена или полиетилена, који су примерени за чување и не утичу на количине PCDD/PCDF-ова и PCB-ија сличних диоксинима у узорцима. Трагови папирне прашине треба да се уклоне из посуда за узорке.

– Складиштење и транспорт се спроводе тако да се очува целовитост узорка хране.

– Уколико је то потребно, сваки лабораторијски узорак треба фино самлети и темељно промешати, користећи поступак за који је доказано да постиже потпуну хомогенизацију (нпр. просејавањем самлевоног узорка кроз сито отвора 1 mm); ако је садржај влаге у узорку превисок, узорак се пре млевења суши.

– Од опште је важности, контрола реагенаса, стакленог прибора и опреме због могућег утицаја на резултате изражене у ТЕQ или БЕQ.

– Испитивање слепе пробе врши се спровођењем читавог аналитичког поступка, изостављајући само узорак.

– За биоаналитичке методе је од велике важности да се све стаклене посуде и растварачи који се користе у анализи тестирају да не садрже једињења која ометају детекцију циљних једињења у радном опсегу. Стаклени прибор се испира растварачима или/и загрева на температурама погодним за уклањање трагова PCDD/PCDF-ова, једињења сличних диоксинима и ометајућих једињења са његове површине.

– Количина узорка за екстракцију треба да буде довољна да се испуне захтеви у погледу довољно ниског радног опсега, укључујући концентрације на нивоу прописане максималне концентрације или прагова за покретање поступка.

– Посебни оступци припреме узорка, који се користе за производе који се разматрају, морају се придржавати међународно прихваћених смерница.

– Код рибе треба уклонити кожу, јер су максималне концентрације прописане за мишић без коже. Међутим потребно је пажљиво и потпуно састругати целокупно мишићно и масно ткиво које се налази са унутрашње стране коже и додати их у узорак који се испитује.



## Г) ЗАХТЕВИ ЗА ЛАБОРАТОРИЈЕ

– У складу са одредбама закона којим се уређује безбедност хране, лабораторије акредитују надлежни органи која раде у складу са смерницом ISO 58 да би се осигурало да примењују аналитичко осигурање квалитета. Лабораторији се акредитују према стандарду (Општи захтеви за компетентност лабораторија за испитивање и лабораторија за еталонирање) ISO/IEC 17025. Начела описани у техничким смерницама за процену мерне несигурности и граница квантификације за испитивање PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија поштују се ако је применљиво<sup>50</sup>.

– Способност лабораторија доказује се континуираним успешним учешћем у међулабораторијским студијама за одређивање PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у релевантним матриксама хране и распонима концентрација.

– Лабораторије који спроводе скрининг методе при рутинским контролама узорака успостављају блиску сарадњу са лабораторијама које спроводе потврдне методе због контроле квалитета и због потврде аналитичких резултата сумњивих узорака.

## Д) ОСНОВНИ ЗАХТЕВИ ЗА АНАЛИТИЧКЕ ПОСТУПКЕ ЗА ДИОКСИНЕ (PCDD/PCDF-ови) И РСВ-ије СЛИЧНЕ ДИОКСИНИМА

### Д.1. Низак радни опсег и границе квантификације

За PCDD/PCDF-ове осетљивост квантификације треба да буде у горњем фемтограмском опсегу ( $10^{-15}$  g) због екстремне токсичности неких од ових једињења. За већину РСВ конгенера довољна је граница квантификације у нанограмском опсегу ( $10^{-9}$  g). Међутим, за мерење токсичнијих конгенера РСВ-ија сличних диоксинима (посебно не-орто-супституисаних конгенера) доњи део радног опсега мора досећи доње пикограмске нивое ( $10^{-12}$  g).

### Д.2. Висока селективност (специфичност)

Потребно је правити разлику између PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима и многобројних других, истовремено екстрахованих и вероватно ометајућих једињења, присутних у концентрацијама које су неколико редова величине веће од концентрација предметних анализата. Код метода гасне хроматографије/масене спектрометрије (GC-MS) нужно је правити разлику између различитих конгенера, нпр. између токсичних (нпр. седамнаест 2,3,7,8-супституисаних PCDD/PCDF-ова и дванаест РСВ-ија сличних диоксинима) и других конгенера.

Потребно је да се са биоаналитичким методама открију циљана једињења, као што су суме PCDD/PCDF-ова и/или РСВ-ији слични диоксинима.

<sup>50</sup> Смернице за мерну несигурност за лабораторије које обављају испитивања PCDD/F и PCB коришћењем методе масене спектрометрије са разблажењем изотопа (*Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry*) и Смернице о процени LOD и LOQ за мерења у области контаминената у храни и храни за животиње (*Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food*).

Чишћење узорка има за циљ уклањање једињења која изазивају лажну неусклађеност резултата или једињења која могу смањити одговор и проузроковати лажно усаглашене резултате.

#### Д.3. Висока тачност (истинитост и прецизност, експериментално измерен аналитички принос у биотесту)

Код метода гасне хроматографије/масене спектрометрије (GC-MS) одређивање треба да осигура ваљану процену праве концентрације у узорку. Висока тачност (тачност мерења: подударност између резултата мерења и стварне или прихваћене вредности меренога) потребна је да би се избегло одбијање резултата испитивања узорка на основу слабе поузданости утврђеног нивоа токсичних еквивалената (TEQ). Тачност се изражава као истинитост (разлика између измерене средње вредности за аналит у сертификованом материјалу и његове сертификоване вредности, изражене као проценат ове вредности) и прецизност (RSDR релативна стандардна девијација израчунана из резултата добијених у условима поновљивости).

За биоаналитичке методе треба да се утврди експериментално мерени аналитички принос у биотесту.

#### Д.4. Валидација у опсегу прописане максималне концентрације и опште мере за контролу квалитета

Лабораторије треба да докажу учинак методе у опсегу прописане максималне концентрације, нпр. 0,5 пута, једном и два пута већом концентрацијом од прописане максималне концентрације, са прихватљивим коефицијентом варијације за поновљено испитивање у току валидационог поступка и/или рутинске анализе.

Редовне слепе пробе и експерименти са додавањем или испитивање контролних узорака (ако је доступан, пожељан је сертификовани референтни материјал) спроводе се као мере унутрашње контроле квалитета. Дијаграми контроле квалитета (QC) за слепе пробе, експерименте са додавањем или испитивање контролних узорака се бележе и проверавају да би се осигурало да су аналитичке перформансе у складу са захтевима.

#### Д.5. Граница квантификације

За биоаналитичку скрининг методу, одређивање границе квантификације (LOQ) није нужно потребно, али је потребно доказати да метода може да разликује слепу вредност од вредности за искључење (cut-off вредности). При одређивању вредности биоаналитичких еквивалената (BEQ) одређује се праг извештавања због поступања са узорцима који дају одговор испод тог нивоа. За праг извештавања потребно је доказати да се разликује најмање за три пута од поступка са слепим узорцима са одговором испод радног опсега. Стога ће се израчунати из узорака који садрже циљана једињења око траженог минималног нивоа, а не из односа између сигнала и шума (S/N) или слепе пробе.

Граница квантификације (LOQ) за потврдну методу треба да буде приближно једна петина прописане максималне концентрације.

## Д.6. Аналитички критеријуми

За поуздане резултате потврдних или скрининг метода треба да буду испуњени следећи критеријуми у опсегу прописане максималне концентрације за вредности токсичних еквивалената (TEQ), односно вредности биоаналитичких еквивалената (BEQ), које се одређују као укупна вредност TEQ или укупна вредност BEQ (као сума PCDD/PCDF-ова и/или PCВ-ија сличних диоксинима), или одвојено за PCDD/PCDF-ове и PCВ-ије сличне диоксинима.

	Скрининг методе са биоаналитичким или физичко-хемијским методама	Потврдне методе
Учесталост лажно усаглашених резултата(*)	< 5 %	
Истинитост		- 20 % до + 20 %
Поновљивост (RSD <sub>r</sub> )	< 20 %	
Средња прецизност (RSD <sub>R</sub> )	< 25 %	< 15 %
(*) У односу на прописане максималне концентрације.		

## Д.7. Посебни захтеви за скрининг методе

Могу се користити GC-MS методе и биоаналитичке методе. За GC-MS методе примењују се захтеви утврђени у одељку Ђ) овог дела прилога. За хелијске биоаналитичке методе примењују се посебни захтеви утврђени у одељку Е) овог дела прилога.

Лабораторије које спроводе скрининг методе за рутинску контролу узорака треба да успоставе блиску сарадњу са лабораторијима које спроводе потврдну методу.

У току рутинског испитивања потребно је спровести проверу учинка скрининг методе и то аналитичком контролом квалитета и валидацијом метода. Програм за контролу усаглашених резултата се спроводи континуирано.

*Провера могућег смањења хелијског одговора и цитотоксичности*

20 % изолата узорака мери се у рутинском скрининг прегледу без додавања супстанце TCDD и са додавањем TCDD у концентрацији која одговара прописаној максималној концентрацији или нивоу за покретање поступка да би се проверило да ли је одговор можда смањен због ометајућих супстанци присутних у изолату узорка. Измерена концентрација узорка са додатком упоређује се са сумом концентрације изолата без додатка и концентрације за додавање. Ако је та измерена концентрација за више од 25 % мања од израчунате (суме) концентрације, то указује на могуће смањење сигнала и дотични резултат треба подвргнути потврдном испитивању. Резултати се прате на дијаграмима контроле квалитета.

*Контрола квалитета усаглашених узорака*

У зависности од матрикса узорка и лабораторијског искуства треба да буде потврђено од 2 % до 10 % усаглашених узорака.

*Одређивање учесталости лажно усаглашених резултата  
на основу података контроле квалитета*

Одређује се учесталост лажно усаглашених резултата добијених скрининг методама испитивања узорака испод и изнад прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка. Стварна учесталост лажно усаглашених резултата треба да буде испод 5 %.

Закључци о учесталости лажно усаглашених резултата из те базе података доносе се након што је доступно најмање 20 потврђених резултата по матрици/групи матрица из контроле квалитета усаглашених узорака. Резултати узорака анализирани прстенастим пробама или у току инцидента контаминације који покривају распон концентрације до на пример  $2 \times$  прописане максималне концентрације, могу се укључити и у минимум од 20 резултата за процену учесталости лажно усаглашених резултата. Узорци треба да укључе најчешће узорке конгенера који представљају различите изворе.

Иако су скрининг методе усмерене првенствено на откривање узорака који прелазе ниво за покретање поступка, критеријум за одређивање лажно усаглашених резултата јесте прописана максимална концентрација, узимајући у обзир проширену мерну несигурност потврдне методе.

Могући неусаглашени резултати из скрининг методе треба да се увек провере потпуним поновљеним испитивањем оригиналног узорка потврдном методом. Ти узорци се могу користити и за процену учесталости лажно неусаглашених резултата. Код скрининг метода учесталост лажних неусаглашених резултата је део резултата за које је потврђено да су усаглашени потврдним испитивањем, док је претходном скрининг методом испитивања за узорак изражена сумња да није усаглашен. Међутим, процена предности скрининг методе заснива се на поређењу лажно неусаглашених резултата са укупним бројем прегледаних узорака. Та учесталост треба да буде довољно ниска да би коришћење скрининг методе било корисно.

Биоаналитичке методе морају барем у условима валидације ваљано показати количину TEQ, израчунату и изражену као BEQ.

И код биоаналитичких метода спроведених у условима поновљивости, интерна лабораторијска поновљивост  $RSD_r$  је уобичајено мања него поновљивост  $RSD_R$ .

**Ђ) ПОСЕБНИ ЗАХТЕВИ КОЈЕ МОРАЈУ ИСПУЊАВАТИ GC-MS  
МЕТОДЕ ЗА СКРИНИНГ ИЛИ ПОТВРДНЕ МЕТОДЕ**

**Ђ.1. Прихватљиве разлике између горње и доње  
границе нивоа WHO-TEQ**

Разлика између горње и доње границе не може бити већа од 20 % да би се потврдило прекорачење прописане максималне концентрације или у случају потребе прекорачења нивоа за покретање поступка.

**Ђ.2. Контрола аналитичког приноса**

Додавање  $^{13}\text{C}$ -означених 2,3,7,8-хлор-супституисаних унутрашњих стандарда за PCDD/PCDF-ове и  $^{13}\text{C}$ -означених унутрашњих стандарда за PCB-ије сличне диоксинима потребно је спровести на самом почетку аналитичке методе, на пример пре екстракције, како би се вредновао аналитички поступак. Додаје се најмање по један конгенер за све тетра до окта-хлороване хомологне групе за PCDD/PCDF-ове и најмање по један конгенер за сваку хомологну групу за PCB-ије сличне диоксинима (односно најмање по један конгенер за сваки изабрани јон у спектрометрији маса која се користи за праћење PCDD/PCDF-ова односно PCB-ија сличних диоксинима). У случају потврних метода користи се свих седамнаест  $^{13}\text{C}$ -означених 2,3,7,8-супституисаних унутрашњих стандарда за PCDD/PCDF-ове и свих дванаест  $^{13}\text{C}$ -означених унутрашњих стандарда за PCB-ије сличне диоксинима.

Релативне факторе одговора треба утврдити и за оне конгенере за које се не додаје ни један  $^{13}\text{C}$ -означен аналог, тако што ће се користити одговарајући калибрациони раствори.

За храну биљног и животињског порекла која садржи мање од 10 % масти, пре екстракције обавезно се додају интерни стандарди. За храну животињског порекла у којој је удео масти већи од 10 %, интерни стандарди се могу додати пре или после екстракције масти. Треба да се спроведе одговарајуће вредновање ефективности екстракције, што зависи од фазе када се додају интерни стандарди и да ли се резултати исказују на основу производа или масти.

Пре GC-MS испитивања треба додати један или два (сурогат) стандарда ради провере аналитичког приноса.

Потребно је контролисати аналитички принос. За потврдне методе, искоришћење појединачних интерних стандарда треба да буде у распону између 60 % и 120 %. Мање или веће искоришћење за појединачне конгенере, а посебно за неке хепта- и окта-хлороване дибензо-*p*-диоксине и дибензофуране, прихватљиво је под условом да је њихов допринос TEQ вредности мањи од 10 % укупне TEQ вредности (добијене на основу суме PCDD/PCDF-ова и PCB-ија сличних диоксинима). За GC-MS скрининг методе искориштење мора бити у распону између 30 % и 140 %.

### Ђ.3. Уклањање ометајућих супстанци

Одвајање PCDD/PCDF-ова од ометајућих хлорованих једињења као што су PCB-ији који нису слични диоксинима и хлоровани дифенил етери спроводи се помоћу одговарајућих хроматографских техника (најбоље уз помоћу колоне са флорисилом, алуминијум оксидом и/или активним угљом).

Раздвајање изомера гасном хроматографијом мора бити задовољавајуће (< 25 % од врха до врха између 1,2,3,4,7,8- HxCDF и 1,2,3,6,7,8- HxCDF).

### Ђ.4. Калибрација са стандардном кривом

Распон калибрационе криве треба да обухвати релевантни распон прописаних максилних концентрација или нивоа за покретање поступка.

### Ђ.5. Посебни захтеви за потврдне методе

*За GC-HRMS:*

У HRMS-у разлагање је типично веће или једнако 10.000 за цео масени распон при 10 % најмањег размака између две вршне вредности једнаког интензитета.

Испуњавање даљих критеријума за идентификацију и потврђивање како су описани у међународно признатим нормама, на пример у норми SRPS EN 16215:2020 (Храна за животиње – Методе узимања узорак - Одређивање диоксида и диоксинима сличних РСВ-ија и индикаторских РСВ-ија помоћу GC-HRMS) и/или у методама ЕРА 1613 и 1668, како су ревидиране.

*За GC-MS/MS:*

Праћење барем двају специфичних прекурсор јона, сваког са једним посебним одговарајућим прелазним јоном производа за све означене и неозначене анализе у оквиру испитивања.

Највеће допуштено одступање релативних интензитета јона од  $\pm 15\%$  за одабрану транзицију јона производа у поређењу са израчунатим или MS/MS услове, посебно енергију колизије и ритисак гаса колизије, за сваку транзицију једног анализата.

Разлагање за сваки квадропол треба поставити једнако или боље од јединичног масеног разлагања (јединично масено разлагање: разлагање које је доовољно да две вршне тачке раздвоји за једну масену јединицу) како би се смањила могућа међуделовања (интерференције) предметних анализата.

Испуњавање даљих захтева како су описани у међународно признатим нормама, на пример у норми SRPS EN 16215:2020 (Храна за животиње – Методе узимања узорак - Одређивање диоксида и диоксинима сличних РСВ-ија и индикаторских РСВ-ија помоћу GC-HRMS) и/или у методама ЕРА 1613 и 1668, како су ревидиране, осим обавезе да се користи GC/HRMS.

**Е) ПОСЕБНИ ЗАХТЕВИ ЗА БИОАНАЛИТИЧКЕ МЕТОДЕ**

Биоаналитичке методе су методе које се заснивају на коришћењу биолошких начела као што су тестови на ћелијској основи, тестови на основу рецептора или имунолошки тестови. У овом одељку утврђују се општи захтеви за биоаналитичке методе.

Скрининг методом се у начелу узорак класификује као усаглашен или као узорак са сумњом на неусаглашеност. У ту сврху, израчуната вредност BEQ упоређује се са граничном вредношћу (видети подељак Е.3.). Узорци испод граничне вредности сматрају се усаглашеним. За узорке једнаке или изнад граничних вредности сумња се да нису усаглашени, што захтева испитивање потврдом методом. У пракси BEQ вредност, која одговара двема трећинама прописане максималне концентрације, може се користити као најпримеренија гранична вредност осигуравајући учесталост лажно усаглашених резултата испод 5 % и прихватљиву учесталост лажно неусаглашених резултата. Како су прописане максималне концентрације одвојене за PCDD/PCDF-ове и за суму PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима, провера усаглашености узорак без фракционисања захтева одговарајуће граничне вредности за PCDD/PCDF-ове код биолошких тестова. За проверу узорак који прелазе нивое за покретање поступка, одговарајући

процент дотичног нивоа за покретање поступка може се користити као гранична вредност.

Ако је оквирна вредност изражена у BEQ резултати из узорка наводе се у радном распону и прекорачују границу извештавања (видети тачке Е.1.1. и Е.1.6.)

## Е.1. Процена одговора на испитивање

### Е.1.1. Општи захтеви

Када се концентрације израчунавају из калибрационе криве за TCDD, вредности на горњем крају криве показују велике варијације (висок коефицијент варијације (CV)). Радни распон је распон у којем је CV мањи од 15 %. Доњи део радног распона (праг извештавања) мора се даље поставити у знатно већој мери (најмање три пута више) од поступка слепе пробе. Горњи део радног распона обично представља вредност EC70 (70 % највеће ефективне концентрације), али је нижи ако је CV у том распону већи од 15 %. Радни распон се одређује у току валидације. Граничне вредности (видети пододељак Е.3.) треба да буду унутар радног распона.

Стандардни раствори и екстракти узорка испитују се троструком или барем двоструком анализом. Када се употребљавају двоструке анализе, стандардни раствори или екстракти контролних узорка испитани у четири до шест јама распоређених по плочици показују одговор или концентрацију (могуће само у радном распону) на основу  $CV < 15 \%$ .

### Е.1.2. Калибрација

#### Е.1.2.1. Калибрација са стандардном кривом

– Нивои у узорцима се могу проценити поређењем одговора на испитивање са калибрационом кривом TCDD (или PCB 126 или стандардна мешавина PCDD/PCDF-ова/PCB-ија сличних диоксинима) за израчунавање BEQ вредности у екстракту и касније у узорку.

– Калибрациона крива садржи осам до 12 концентрација (барем двоструко) са довољно концентрација у доњем делу криве (радни распон). Посебну пажњу треба обратити на квалитет подударности криве у радном распону. У процени степена усаглашености у нелинеарној регресији, вредност R2 као таква има мало или никакво значење. Боља подударност постиже се смањивањем разлике између израчунатих и посматраних нивоа у радном распону криве (нпр. смањивањем суме квадрата резидуа).

– Процењена вредност у екстракту узорка се затим коригује за вредност BEQ, израчунату за слепи узорак матрице или растварача (како би се узеле у обзир нечистоће из употребљених растварача и хемикалија) и за експериментално мерен аналитички принос (израчунато из вредности BEQ одговарајућих референтних узорка са репрезентативним узорцима конгенера око прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка). Да би се извршила корекција аналитичког приноса, експериментално измерени аналитички принос мора увек бити у траженом опсегу (видети пододељак Е.1.4). Референтни узорци коришћени за корекцију аналитичког приноса треба да испуњавају захтеве из пододељка Е.2.

#### Е.1.2.2. Калибрација са референтним узорцима

Друга могућност је да се употреби калибрациона крива припремљена из барем четири референтна узорка (видети тачку Е.2.): једна слепа матрица и три референтна узорка са 0,5 x, 1,0 x и 2,0 x већом вредности од прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка, због чега корекција вредности слепих проба и аналитичког приноса више није потребна ако својства матрице референтних узорака одговарају непознатим узорцима. У овом случају одговор теста који одговара две трећине прописане максималне концентрације (видети пододељак Е.3.) може се израчунати непосредно из тих узорака и употребити као гранична вредност. За проверу узорака који прелазе нивоа за покретање поступка, одговарајући проценат нивоа за покретање поступка може одговарати као гранична вредност.

#### *Е.1.3. Одвојено одређивање PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима*

Изолати се могу поделити у фракције које садрже PCDD/PCDF-ове и РСВ-ије сличне диоксинима омогућавајући одвојено исказивање вредности TEQ за PCDD/PCDF-ове и РСВ-ије сличне диоксинима (у BEQ). По могућности се користи стандардна калибрациона крива РСВ 126 за процену резултата за фракцију која садржи РСВ-ије сличне диоксинима.

#### *Е.1.4. Експериментално мерен аналитички принос при биолошким тестовима*

„Експериментално мерен аналитички принос” израчунава се из одговарајућих референтних узорака са репрезентативним узорцима конгенера око прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка и изражава се као проценат вредности BEQ у поређењу са вредношћу TEQ. У зависности од врсте испитивања и употребљених TEF-ова<sup>51</sup>, разлике између фактора TEF и REP за РСВ-ије сличне диоксинима могу проузроковати мањи експериментално мерен аналитички принос за РСВ-ије сличне диоксинима у поређењу са PCDD/PCDF-овима. Због тога, ако се спроводи одвојено одређивање PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима, експериментално мерен аналитички принос при биолошким тестовима износи: за РСВ-ије сличне диоксинима 20 % до 60 %, за PCDD/PCDF-ове од 50 % до 130 % (распони важе за TCDD калибрациону криву). Будући да допринос РСВ-ија сличних диоксинима суми PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима може варирати код различитих матрица и узорака, експериментално мерен аналитички принос при биолошким тестовима за параметар суме одражава те распоне и биће између 30 % до 130 %.

#### *Е.1.5. Контрола аналитичког приноса при пречишћавању*

Губитак једињења у току пречишћавања проверава се у токум валидације. Слепа проба са додатком мешавине различитих конгенера подвргава се пречишћавању (најмање n = 3), а принос и варијабилност се проверавају потврдном методом. Принос треба да износи од 60 % до 120 % нарочито за конгенере који доприносе више од 10 % вредности TEQ у различитим мешавинама.

#### *Е.1.6. Граница за извештавање*

<sup>51</sup> Тренутни захтеви заснивају се на TEF-овима објављенима у: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223.–241. (2006.).



За извештавање о вредностима BEQ, граница за извештавање одређује се на основу одговарајућих узорака матрица који укључују типичне узорке конгенера, али не на основу калибрационе криве стандарда због ниске прецизности у доњем распону криве. У обзир треба да се узму ефекти екстракције и пречишћавања. Граница за извештавање треба да се одреди значајно изнад поступка са слепим узорцима (најмање три пута више).

## Е.2. Коришћење референтних узорака

Референтни узорци представљају узорке матрица, узорке конгенера и распоне концентрација за PCDD/PCDF-ова и РСВ-ије сличне диоксинима око прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка.

Уз сваку серију узорака која се испитује треба да се укључи једна слепа проба или по могућности слепа матрица и један референтни узорак са прописаном максималном концентрацијом или на нивоу за покретање поступка. Ови узорци се екстрахују и испитују истовремено у истим условима. Референтни узорак треба да покаже много јаснији одговор од слепог узорка, чиме се осигурава примереност теста. Ти узорци се могу користити за корекцију слепе пробе и аналитичког приноса.

Референтни узорци одабрани за корекцију аналитичког приноса треба да буду репрезентативни за тестне узорке, што значи да модели конгенера не смеју да доведу до подцењивања нивоа.

Приликом провере прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка могу се укључити додатни референтни узорци са вредностима, на пример, 0,5 и 2 пута веће од прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка како би се утврдила ефикасност испитивања у значајном распону. У комбинацији, ови узорци се могу користити за израчунавање нивоа BEQ у тестним узорцима (видети подтачку 7.1.2.2.).

## Е.3. Одређивање граничних вредности

Треба да се утврди однос између биоаналитичких резултата изражених у BEQ и резултата метода потврђивања изражених у TEQ (нпр. експериментима калибрације подударних матрица - у којима се узима у обзир утицај матрице на калибрационе линије - и који укључују референтне узорке са додатком 0, 0,5, 1 и 2 пута максимални дозвољени износ са 6 понављања на сваком нивоу ( $n = 24$ ) Корекциони фактори (за слепу пробу и аналитички принос) могу се проценити из овог односа, али треба да се провере за сваку серију испитивања, укључивањем поступака са слепим пробама или слепе пробе матрица, као и узорака за аналитички принос (видети пододељак Е.2).

Граничне вредности одређују се за доношење одлуке о усаглашености узорка са прописаним максималним концентрацијама или за контролу нивоа за покретање поступка, ако је релевантно, с обзиром на дотичну прописану максималну концентрацију или ниво за покретање поступка одређене посебно за PCDD/PCDF-ове и РСВ-ије сличне диоксинима или за суму PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима. Приказује их доња крајња тачка дистрибуције биоаналитичких резултата (кориговано за вредност слепе пробе и за аналитички принос) што одговара одлучујућој (критичној) граници потврдне методе на основу нивоа поузданости од 95 %, што подразумева да је удео лажно усаглашених резултата  $< 5 \%$  и на основу  $RSD_R < 25 \%$ . Одлучујућа

(критична) граница потврдне методе је прописана максимална концентрација узимајући у обзир проширену мерну несигурност.

У пракси, гранична вредност (у BEQ) се може израчунати на следећи начин (видети слику 1):

*Е.3.1. Коришћење доње границе 95 %-тног интервала поузданости на одлучујућој (критичној) граници потврдне методе*

$$\text{Гранична вредност} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - s_{y,x} \times t_{\alpha, f=m-2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

где је:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  = BEQ који одговара одлучујућој (критичној) граници потврдне методе, која је прописана максимална концентрација, узимајући у обзир проширену мерну несигурност;

$s_{y,x}$  = стандардна девијација резидуа;

$t_{\alpha, f=m-2}$  = студент фактор ( $\alpha = 5\%$ ,  $f$  = степени слободе, једнострано);

$m$  = укупан број калибрацијских тачки (индекс  $j$ );

$n$  = број понављања на сваком нивоу;

$x_i$  = концентрација узорка (у TEQ) калибрационе тачке  $i$  одређене потврдном методом;

$\bar{x}$  = средња вредност концентрација (у TEQ) свих калибрисаних узорака;

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2$$

= параметар суме квадрата;

$i$  = индекс за калибрациону тачку  $i$ .

*Е.3.2. Израчунавање засновано на биоаналитичким резултатима*

Израчунавање засновано на биоаналитичким резултатима (кориговано за вредност слепе пробе и за аналитички принос) из више анализа узорака ( $n \geq 6$ ) контаминираних на одлучујућој (критичној) граници потврдне методе, као доња крајња тачка дистрибуције података при одговарајућој средњој BEQ вредности:

$$\text{Гранична вредност} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

где је:  $\text{SD}_R$  = стандардна девијација резултата биоаналитичких тестова при  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$ , измерено у условима унутарлабораторијске поновљивости.

*Е.3.3. Израчунавање као средња вредност биоаналитичких резултата*

Израчунавање као средња вредност биоаналитичких резултата (изражено у BEQ, кориговано за вредност слепе пробе и за аналитички принос) више анализа узорака ( $n \geq 6$ ) контаминираних на две трећине прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка. Ово је на основу

запажања да ће вредност бити око граничних вредности одређених у пододељцима Е.3.1. или Е.3.2.

Израчунавање граничне вредности на основу нивоа поузданости од 95 %, што значи да је удео лажно усаглашених резултата  $< 5 \%$  и на основу  $RSD_R < 25 \%$ :

– из доње границе 95 %-тног интервала поузданости на одлучујућој (критичној) граници потврдне методе;

– из више анализа узорак ( $n \geq 6$ ) контаминираних на одлучујућој (критичној) граници потврдне методе као доња крајња тачка дистрибуције (на слици 1. приказана са кривом у облику звона) при одговарајућој средњој BEQ вредности.

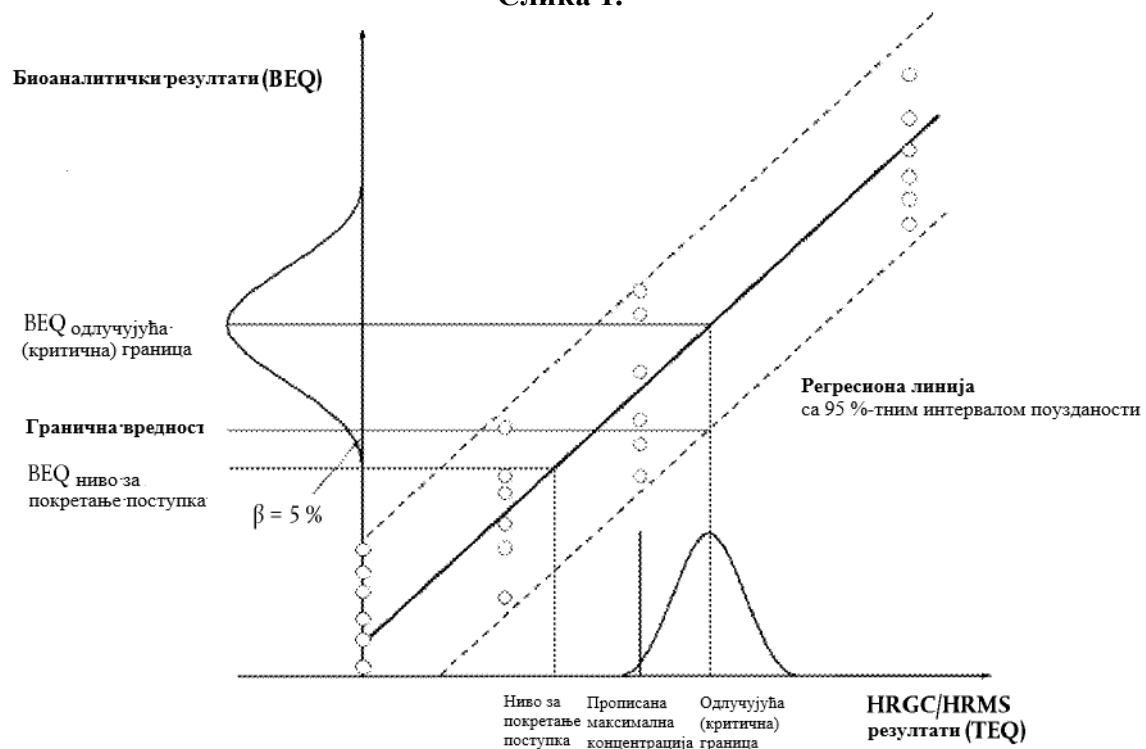
#### Е.3.4. Ограничавање граничних вредности

Граничне вредности на основу на тему BEQ, израчунате из  $RSD_R$  постигнуте током валидације користећи ограничен број узорака са различитим узорцима матрице/конгенера могу бити веће од прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка, на основу TEQ због веће прецизности од оне рутински добијене када је потребно контролисати непознати спектар могућих узорака конгенера. У таквим се случајевима граничне вредности се израчунавају из  $RSD_R = 25\%$ , или се даје предност двома трећинама прописане максималне концентрације или нивоа за покретање поступка.

#### Е.4. Карактеристике изводљивости

С обзиром на то да се у биоаналитичким методама не могу користити интерни стандарди, спроводе се испитивања поновљивости како би се добили подаци о стандардној девијацији унутар и између серија испитивања. Поновљивост мора бити мања од 20 %, а интерна лабораторијска поновљивост мања од 25 %. То се заснива на нивоима израчунатим у BEQ након корекције за вредност слијепе пробе и за аналитички принос.

Слика 1.



У поступку валидације доказује се да тест прави разлику између слепе пробе и нивоа граничне вредности омогућавајући идентификацију узорака изнад одговарајуће граничне вредности (видети тачка Е.1.2.).

Утврђују се циљна једињења, могуће интерференције и максимални нивои за слепе пробе.

Процент стандардне девијације у одговору или концентрацији израчунае из одговора (могуће само у радном распону) при троструком одређивању изолата узорка не треба да буде изнад 15 %.

Некориговани резултати референтног/референтних узорка изражени у ВЕQ (вредност слијепе пробе и при прописаној максималној концентрацији или нивоу за покретање поступка) користе се за оцену изводљивости биоаналитичке методе у току континуираног временског периода.

Дијаграми контроле квалитете (QC) за поступке са слепим пробама и свака врста референтног узорка се евидентирају и проверавају како би се осигурало да је изводљивост анализа у складу са захтевима, посебно за поступак са слепим узорцима у погледу захтеване најмање разлике до доњег дела радног распона и за референтне узорке у погледу унутарлабораторијске обновљивости. Поступке са слепим пробама потребно је добро контролисати како би се избегли лажно усаглашени резултати у одбитку.

Резултати анализа потврдним методама сумњивих узорка и 2 до 10 % усаглашених узорка (најмање 20 узорка по матрици) прикупљају се и користе за процену изводљивости скрининг методе и односа између ВЕQ-ова и ТЕQ-ова. Ова база података може се користити за поновљену евалуацију граничних вредности које се примењују на рутинске узорке за валидиране матрице.

Успешна изводљивост методе може се доказати и прстенастим пробама. Резултати узорка анализираних прстенастим пробама које укључују распон концентрација од нпр.  $2 \times$  прописане максималне концентрације, могу такође бити укључени у процену учесталости лажно усаглашених резултата, ако лабораторија може да докаже успешну изводљивост. Узорци укључују најчешће узорке конгенера који представљају различите изворе.

У току инцидената граничне вредности се могу поново проценити, узимајући у обзир посебне узорке матрица и конгенера који се појављују у том инциденту.

## Ж) ИЗВЕШТАВАЊЕ О РЕЗУЛТАТИМА

### Ж.1. Потврдне методе

Аналитички резултати треба да садрже количине појединачних PCDD/PCDF-ова и конгенера РСВ-ија сличних диоксинима, а о вредностима се извештава као о доњим, горњим или средњим како би се у извештај укључило што више података о резултатима и на тај начин омогућило тумачење резултата према посебним захтевима.

У извештај је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију PCDD/PCDF-ова, РСВ-ија сличних диоксинима и масти. Удео масти у узорку одређује се и исказује за матрице хране са прописаним максималним концентрацијама израженим на основу масти и са очекиваном концентрацијом масти у распону од 0 – 2 % (у складу са постојећим законодавством). За друге узорке одређивање удела масти није обавезно.

Аналитички приноси појединих интерних стандарда се наводе у случају да су изван распона наведеног у Одељку Ђ, пододељак Ђ.2, у случају да је добијени резултат већи од прописане максималне концентрације (у том случају аналитички принос за једну или две двоструке анализе), а у другим случајевима на захтев.

С обзиром да проширену мерну несигурност треба узети у обзир при одлуци о усаглашености узорка, потребно је навести и тај параметар. Стога се аналитички резултати приказују као  $x \pm U$ , при чему је  $x$  аналитички резултат, а  $U$  је проширена мерна несигурност користећи фактор покривања 2, чиме се добија ниво поузданости од приближно 95 %. У случају када се PCDD/PCDF-ови и РСВ-ији слични диоксинима одређују одвојено, тада се сума процењене проширене несигурности за појединачне аналитичке резултате PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима користи за сума PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима.

Резултати се изражавају у истим јединицама и заокружују се на исти број битних децималних места као и прописане максималне концентрације.

## Ж.2. Биоаналитичке скрининг методе

Резултат скрининг методе изражава се као усаглашен или се за њега сумња да је неусаглашен („сумњив”).

Осим тога, оквирни резултат за PCDD/PCDF-ове и/или РСВ-ије сличне диоксинима може се изразити у BEQ (не TEQ) (видети део 2, одељак А овог прилога). За узорке са одговором испод границе извештавања наводи се да су испод границе извештавања. За узорке са одговором изнад радног опсега наводи се да прелазе радни опсег и ниво који одговара горњем делу радног опсега наводи се у BEQ.

У извјештају се, за сваку врсту узорка матрице, наводи прописана максимална концентрација или ниво за покретање поступка на којима се процена заснива.

У извјештају се наводи врста испитивања која се користи, основно начело испитивања и врста калибрације.

У извјештај је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију PCDD/PCDF-ова, РСВ-ија сличних диоксинима и масти. Удео масти у узорку одређује се и исказује за матрице хране са прописаним максималним концентрацијама израженим на основу масти и са очекиваном концентрацијом масти у распону од 0 – 2 % (у складу са постојећим законодавством). За друге узорке одређивање удела масти није обавезно.

У случају узорака за које се сумња да нису усаглашени, извјештај укључује напомену о поступку који треба предузети. Концентрација PCDD/PCDF-ова и сума PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у тим узорцима са повећаним нивоима одређује се/потврђује се потврдном методом.

Неусаглашни резултати се наводе само из потврдне анализе.

## Ж.3. Физичко-хемијске скрининг методе

Резултат скрининг методе изражава се као усаглашен или се за њега сумња да је неусаглашен („сумњив”).

У извјештају се, за сваку врсту узорка матрице, наводи прописана максимална концентрација или ниво за покретање поступка на којима се процена заснива.

Осим тога, могу се навести нивои за поједине PCDD/PCDF-ове и/или конгенере РСВ-ија сличних диоксинима као и TEQ вредности изражене као доње, горње и средње. Резултати се изражавају у истим јединицама и заокружују се (барем) на исти број битних децималних места као и прописане максималне концентрације.

Аналитички приноси појединих интерних стандарда се наводе у случају да су изван распона наведеног у Одељку Ћ, поделељак Ћ.2, а у другим случајевима на захтев.

У извештају се наводи примењена GC-MS метода.

У извештај треба укључити и методу која се користи за екстракцију PCDD/PCDF-ова, РСВ-ија сличних диоксинима и масти. Удео масти у узорку одређује се и исказује за матрице хране са прописаним максималним концентрацијама израженим на основу масти и са очекиваном концентрацијом масти у распону од 0 – 2 % (у складу са постојећим законодавством). За друге узорке одређивање удела масти није обавезно.

У случају узорака за које се сумња да нису усаглашени, извјештај укључује напомену о поступку који треба предузети. Концентрација PCDD/PCDF-ова и сума PCDD/PCDF-ова и РСВ-ија сличних диоксинима у тим узорцима са повећаним нивоима одређује се/потврђује се потврдном методом.

О неусаглашености се може одлучити само након потврдне анализе.

#### Додатак

WHO-TEFs за процену ризика за здравље људи заснована је на закључцима заседања Међународног програма о безбедности хемикалија (*International Programme on Chemical Safety*) Светске здравствене организације, одржаног у Женеви, јуна 2005. године<sup>52</sup>.

Конгенер	TEF вредност	Конгенер	TEF вредност
<b>Dibenzo-p-dioksini (PCDD-ови):</b>		<b>PCB-ији „слични диоксинима“: Не орто PCB-ији + mono-orto PCB-ији:</b>	
2,3,7,8-TCDD	1	<i>He orto PCB-ији:</i>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,03
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0003		

#### Наставак табеле са претходне стране

Конгенер	TEF вредност	Конгенер	TEF вредност
<b>Dibenzofurani (PCDF-ови):</b>		<i>Mono-orto PCB-ији:</i>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,0003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,0003

<sup>52</sup> Тренутни захтеви заснивају се на TEF-овима објављенима у: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223.–241. (2006.).

1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,0003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		0,0003
OCDF	0,0003		
Коришћене скраћенице: „Т” = тетра; „Ре” = пента; „Нн” = хекса; „Нр” = хепта; „О” = окта; „СDD” = хлордобензодиоксин, „CDF” = хлордобензофуран, „СВ” = хлоробифенил.			

### 3. ПРИПРЕМА УЗОРКА И ЗАХТЕВИ ЗА МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ НИВОА РСВ-ИЈА КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ ДИОКСИНИМА У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

Захтеви из овог дела примењују се кад се испитује храна за службену контролу количина РСВ-ија који нису слични диоксинима и у погледу припреме узорка и аналитичких захтева за друге регулаторне сврхе, укључујући контроле које спроводи субјект у пословању храном ради обезбеђења усаглашености са одредбама посебног прописа о хигијени хране.

Одредбе о припреми узорка из Дела 2. Одељак В) овог прилога примељиве су и на контролу количина РСВ-ија који нису слични диоксинима у храни.

#### А) МЕТОДЕ ДЕТЕКЦИЈЕ КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ

Гасна хроматографија/детектор хватања електрона (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS/MS, GC-HRMS или еквивалентне методе.

#### Б) ИДЕНТИФИКАЦИЈА И ПОТВРДА РЕЛЕВАНТНИХ АНАЛИТА

– Релативно ретенционо време у односу на интерне стандарде или референтне стандарде (прихваћена девијација од  $\pm 0,25$  %).

– Раздвајање РСВ-ија који нису слични диоксинима гасном хроматографијом (раздвајање од ометајућих супстанци, нарочито ко-елуираних РСВ-ија, а посебно ако су узорци у распону законски дозвољених граница и неусаглашеност се мора потврдити<sup>53</sup>).

– За технике GC-MS: Праћење најмање следећег броја молекуларних јона или карактеристичних јона из молекуларног кластера:

- два специфична јона за HRMS;
- три специфична јона за LRMS;
- два специфична јонска прекурсора, сваки са посебним јоном прелазног производа за MS-MS.

– Највећа дозвољена одступања за однос заступљености одабраних масених фрагмената: Релативна девијација односа заступљености

<sup>53</sup> Конгенери за које је често установљено да ко-елуирају су нпр. PCB 28/31, PCB 52/69 и PCB 138/163/164. За GC/MS такође треба узети у обзир могуће сметње узроковане фрагментима конгенера са већим садржајем хлора.

одабраних масених фрагмената у односу на теоретску заступљеност или калибрациони стандард за циљни јон (праћени јон са највећом заступљеношћу) и потврдни јон/потврдне конене:  $\pm 15\%$ .

За технике GC-ECD: Потврда резултата који прелазе прописане максималне концентрације са две GC са стационарним фазама различитог поларитета.

## В) ДОКАЗИВАЊЕ ЕФИКАСНОСТИ МЕТОДЕ

Валидација у опсегу прописане максималне концентрације (0,5 до 2 пута више од прописане максималне концентрације) са прихватљивим коефицијентом варијације за поновљене анализе (видети захтеве за средњу прецизност у Делу 3, Одељак Ж.)

## Г) ГРАНИЦА КВАНТИФИКАЦИЈЕ

Сума LOQ -ија<sup>54</sup> РСВ-ија који нису слични диоксинима не треба да буде већа од једне трећине прописане максималне концентрације<sup>55</sup>.

## Д) КОНТРОЛА КВАЛИТЕТА

Редовне слепе пробе, анализе узорака са додатком референтног материјала, анализе узорака за контролу квалитета, учешће у међулабораторијским студијама са релевантним матрицама узорака.

## Ђ) КОНТРОЛА АНАЛИТИЧКОГ ПРИНОСА

– Коришћење примерених интерних стандарда са физичко-хемијским својствима који одговарају предметним аналитима.

– Додавање интерних стандарда:

- додавање производима (пре екстракције и поступка чишћења);

- могуће је додавање екстрахованој масти (пре поступка чишћења), ако се прописане максималне концентрације одређују на основу масти.

Захтеви за методе у којима се користи свих шест изотопски обележених конгенера РСВ-ија који нису слични диоксинима:

- корекција резултата за аналитички принос интерних стандарда;

- опште прихватљив аналитички принос изотопски обележених интерних стандарда је између 60 и 120 %;

<sup>54</sup> Тамо где је то примењиво, треба се придржавати принципа описаних у Смерницама за процену LOD и LOQ за мерења у области контаминената у храни и храни за животиње (Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food)

<sup>55</sup> Изразито се препоручује да удео нивоа реагенса у слепој проби буде што нижи у односу на ниво контаминента у узорку. Лабораторија је одговорна за контролу варијација нивоа вредности слепих проба, нарочито ако су те вредности одузете.



- нижи или виши аналитички приноси су прихватљиви за појединачне конгенере у којима је удео суме РСВ-ија који нису слични диоксинима мањи од 10%.

– Захтеви за методе у којима се не користи свих шест изотопски обележених интерних стандарда или се користе други интерни стандарди:

- контрола аналитичког приноса интерног/интерних стандарда за сваки узорак;

- прихватљиви аналитички приноси интерног/интерних стандарда између 60 и 120 %;

- корекција резултата за аналитичке приносе интерних стандарда.

– Аналитички приноси неозначених конгенера проверавају се анализом узорака са додатком референтног материјала или контролних узорака са концентрацијама у распону прописане максималне концентрације. Прихватљиви аналитички приноси за те конгенере су између 60 и 120 %.

### Е) ЗАХТЕВИ ЗА ЛАБОРАТОРИЈЕ

Лабораторије се акредитишу у складу са стандардом SRPS ISO/IEC 17025 (Општи захтеви за компетентност лабораторија за испитивање и лабораторија за еталонирање). Поред тога, тамо где је примењиво, прате се начела описана у техничким смерницама за процену мерне несигурности и граница квантификације за потребе РСВ анализе<sup>56</sup>.

### Ж) КАРАКТЕРИСТИКЕ ЗА ЕФЕКТИВНОСТ

Критеријуми за суму РСВ-ија који нису слични диоксинима при прописаној максималној концентрацији

	Разређивање изотопа – масена спектрометрија(*)	Остале технике
Истинитост	– 20 до + 20 %	– 30 до + 30 %
Средња прецизност (RSD <sub>R</sub> )	≤ 15 %	≤ 20 %
Разлика између израчунавања горње и доње границе	≤ 20 %	≤ 20 %
(*) Коришћење свих шест <sup>13</sup> C-означених аналога према захтевима интерних стандарда		

### З) ИЗВЕШТАВАЊЕ О РЕЗУЛТАТИМА

Аналитички резултати садрже нивое појединачних конгенера РСВ-ија који нису слични диоксинима и суму РСВ-ија који нису слични диоксинима и наводе се као доња, горња или средња граница, како би се у извештај укључило што више информација о резултатима и на тај начин омогућило тумачење резултата у складу са посебним захтевима.

<sup>56</sup> Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry, Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food

У извештај је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију РСВ-ија и масти. Удео масти у узорку одређује се и исказује за матрице хране са прописаним максималним концентрацијама израженим на основу масти и са очекиваном концентрацијом масти у распону од 0 – 2 % (у складу са постојећим законодавством). За друге узорке одређивање удела масти није обавезно.

Аналитички приноси појединих интерних стандарда се наводе у случају да су изван распона наведеног у делу 3, одељак Д, када је премашена прописана максимална концентрација, а у другим случајевима на захтев.

С обзиром да проширену мерну несигурност треба узети у обзир при одлуци о усаглашености узорка, потребно је навести и тај параметар. Стога се аналитички резултати приказују као  $x \pm U$ , при чему је  $x$  аналитички резултат, а  $U$  је проширена мерна несигурност користећи фактор покривања 2, чиме се добија ниво поузданости од приближно 95 %.

Резултати се изражавају у истим јединицама и заокружују се на исти број битних децималних места као и прописане максималне концентрације.