

12.2. Broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti u slučaju vrlo velikih serija

Kad se uzorkuju veliki dijelovi (uzorkovani dijelovi > 500 tona), broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti = 100 pojedinačnih uzoraka + $\sqrt{\text{tona}}$. Međutim, u slučaju kad je serija manja od 1 500 tona i može se podijeliti na podserije u skladu s Tablicom 1. točke 2. ovog Aneksa te uz uvjet da je podserije moguće fizički odvojiti, treba uzeti broj pojedinačnih uzorka predviđen u točki 2.

12.3. Velike serije koje se prevoze brodom

12.3.1. Dinamičko uzorkovanje velikih serija koje se prevoze brodom

Uzorkovanje velikih serija u brodovima po mogućnosti se provodi dok je proizvod u protoku (dinamičko uzorkovanje).

Uzorkovanje se provodi u brodskom skladištu (subjekt koji se može fizički odvojiti). Međutim, brodska se skladišta djelomično prazne jedna za drugim tako da početno fizičko odvajanje više ne postoji nakon prijenosa u skladišne objekte. Uzorkovanje se stoga može provesti na temelju početnog fizičkog odvajanja ili na temelju odvajanja nakon prijenosa u skladišne objekte.

Istovar broda može trajati nekoliko dana. Obično se uzorkovanje mora provesti u redovitim intervalima za sve vrijeme trajanja istovara. Međutim, nije uvijek moguće ili nije prikladno da službeni inspektor bude prisutan uzorkovanju za sve vrijeme trajanja istovara. Stoga je dopušteno provesti uzorkovanje dijela serije (uzorkovani dio). Broj pojedinačnih uzoraka određuje se uz uzimanje u obzir veličine uzorkovanog dijela.

Prisutnost inspektora potrebna je čak i kada je službeni uzorak uzet automatski. Međutim, ako se automatsko uzorkovanje provodi na temelju unaprijed zadanih parametara koje nije moguće mijenjati za vrijeme uzorkovanja, a pojedinačni se uzorci skupljaju u zapečaćeni prijemni spremnik, čime se sprječava svaka moguća prijevara, tada je prisutnost inspektora potrebna samo na početku uzorkovanja, pri svakoj promjeni spremnika za uzorak i na kraju uzorkovanja.

12.3.2. Statičko uzorkovanje serija koje se prevoze brodom

Ako se provodi statičko uzorkovanje, primjenjuje se istovjetni postupak koji je predviđen za skladišne objekte (silose) kojima se pristupa odozgo (vidjeti točku 12.5.1.).

Uzorkovanje se mora provesti na pristupačnom dijelu (odozgo) serije/brodske skladišta. Broj pojedinačnih uzoraka određuje se uz uzimanje u obzir veličine uzorkovanog dijela.

12.4. Uzorkovanje velikih serija koje se skladište u skladištima

Uzorkovanje se mora provesti na pristupačnom dijelu serije. Broj pojedinačnih uzoraka određuje se uz uzimanje u obzir veličine uzorkovanog dijela.

12.5. Uzorkovanje skladišnih objekata (silosa)

12.5.1. Uzorkovanje silosa kojima se (jednostavno) pristupa odozgo

Uzorkovanje se mora provesti na pristupačnom dijelu serije. Broj pojedinačnih uzoraka određuje se uz uzimanje u obzir veličine uzorkovanog dijela.

12.5.2. Uzorkovanje silosa kojima se ne pristupa odozgo (zatvoreni silosi)

12.5.2.1. Silosi kojima se ne pristupa odozgo (zatvoreni silosi) pojedinačne veličine > 100 tona

Hrana skladištena u tim silosima ne može se uzorkovati na statički način. Stoga, ako se hrana u silosu mora uzorkovati i ne postoji mogućnost premještanja pošiljke, potrebno je sklopiti dogovor sa subjektom u skladu s kojim je on ili ona dužan obavijestiti inspektora o tome kada će se silos, djelomično ili

potpuno, istovariti da bi se omogućilo uzorkovanje u trenutku kada je hrana u protoku.

12.5.2.2. Silosi kojima se ne pristupa odozgo (zatvoreni silosi) pojedinačne veličine < 100 tona

Suprotno odredbi točke 12.1. (uzorkovani dio najmanje 10 %), postupak uzorkovanja uključuje ispuštanje u prijemni spremnik količine od 50 do 100 kg i uzimanje uzorka iz njega. Veličina skupnog uzorka u skladu je s cijelom serijom, a broj pojedinačnih uzoraka odnosi se na količinu hrane puštenu iz silosa u prijemni spremnik za uzorkovanje.

12.6. Uzorkovanje hrane u rasutom stanju u velikim zatvorenim spremnicima

Te se serije često mogu uzorkovati samo nakon istovara. U određenim slučajevima nije moguće obaviti istovar na mjestu utovara ili kontrole te, stoga, uzorkovanje treba obavljati pri istovaru tih spremnika. Subjekt mora obavijestiti inspektora o mjestu i vremenu istovara spremnika.

13. METODA UZORKOVANJA DODATAKA ISHRANI ČIJA JE OSNOVA RIŽA KOJA JE FERMENTIRALA S POMOĆU CRVENE PLIJESNI *MONASCUS PURPUREUS*

Ova se metoda uzorkovanja primjenjuje na službenu kontrolu najvećih dopuštenih količina utvrđenih za citrinin u dodacima prehrani čija je osnova riža koja je fermentirala s pomoću crvene plijesni *Monascus purpureus*.

Postupak uzorkovanja i veličina uzorka

Postupak uzorkovanja temelji se na pretpostavci da se dodaci prehrani čija je osnova riža koja je fermentirala s pomoću crvene plijesni *Monascus purpureus* stavljaju na tržište u maloprodajnim pakiranjima koja uobičajeno sadrže od 30 do 120 kapsula po maloprodajnom pakiranju.

Veličina serije (broj maloprodajnih pakiranja)	Broj maloprodajnih pakiranja koje treba uzeti za uzorak	Veličina uzorka
1–50	1	Sve kapsule
51–250	2	Sve kapsule
251–1 000	4	Iz svakog maloprodajnog pakiranja uzetog za uzorak polovica kapsula
> 1 000	4 + 1 maloprodajno pakiranje na 1 000 maloprodajnih pakiranja s najviše 25 maloprodajnih pakiranja	≤ 10 maloprodajnih pakiranja: iz svakog maloprodajnog pakiranja polovica kapsula > 10 maloprodajnih pakiranja: iz svakog maloprodajnog pakiranja uzima se istovjetan broj kapsula kako bi se dobio uzorak istovrsnog sadržaja kao 5 maloprodajnih pakiranja"

Članak 7.

U Aneksu II. točke 4.2. "Opći zahtjevi", 4.3. "Posebni zahtjevi" i 4.4. "Procjena mjerne nesigurnosti, izračun iskorištenja (eng. *Recovery*) i izvješćivanje o rezultatima" mijenjaju se i glase:

"4.2. Opći zahtjevi

Potvrde metode analize koje se koriste u svrhe kontrole hrane sukladne su odredbama toč. 1. i 2. Aneksa II. Pravilnika o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja sukladno odredbama propisa o hrani i hrani za životinje te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja ("Službeni glasnik BiH", broj 5/13).

4.3. Posebni zahtjevi

4.3.1. Posebni zahtjevi u pogledu potvrđenih metoda

4.3.1.1. Kriteriji učinkovitosti

Preporučuje se primjena potpuno validiranih potvrđenih metoda (tj. metoda koje su validirane međulaboratorijskim ispitivanjem relevantnih matrica) prema potrebi i dostupnosti. Moguće je primjenjivati i druge odgovarajuće validirane potvrđene metode (npr. metode koje su validirane u laboratoriju na

relevantnim matricama koje pripadaju skupini proizvoda od interesa), uz uvjet da ispunjuju kriterije učinkovitosti utvrđene sljedećim tablicama.

Ako je moguće, validacijom metoda koje su validirane u laboratoriju obuhvaća se certificirani referentni materijal.

Kriteriji učinkovitosti za aflatoksine				
Kriterij	Raspon koncentracije	Preporučena vrijednost	Najveća dopuštena vrijednost	
Slijepa proba	Sve	Zanemarivo	-	
Iskorištenje – aflatoksin M1	0,01–0,05 mg/kg	od 60 do 120 %		
	> 0,05 mg/kg	od 70 do 110 %		
Iskorištenje – aflatoksini B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 mg/kg	od 50 do 120 %		
	1–10 mg/kg	od 70 do 110 %		
	> 10 mg/kg	80 do 110 %		
Obnovljivost RSDR	Sve	Dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe (*), (**)	2 × vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe (*), (**)	
Ponovljivost RSDr može se izračunati kao 0,66 puta obnovljivost RSDR pri koncentraciji od interesa				
Napomena: — Vrijednosti koje treba primijeniti na B ₁ i na zbroj B ₁ + B ₂ + G ₁ + G ₂ — Ako treba izraziti zbroj pojedinih aflatoksina B ₁ + B ₂ + G ₁ + G ₂ , tada odgovor svakog na analitički sustav mora biti ili poznat ili jednak.				
Kriteriji učinkovitosti za ohratoksin A				
Razina µg/kg	Ohratoksin A			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
< 1	≤ 40	≤ 60	od 50 do 120	
≥ 1	≤ 20	≤ 30	od 70 do 110	
Kriteriji učinkovitosti za patulin				
Razina µg/kg	Patulin			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
< 20	≤ 30	≤ 40	od 50 do 120	
20–50	≤ 20	≤ 30	od 70 do 105	
> 50	≤ 15	≤ 25	od 75 do 105	
Kriteriji učinkovitosti za deoksinivalenol				
Razina µg/kg	Deoksinivalenol			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
> 100–≤ 500	≤ 20	≤ 40	od 60 do 110	
> 500	≤ 20	≤ 40	od 70 do 120	
Kriteriji učinkovitosti za zearalenon				
Razina µg/kg	Zearalenon			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
≤ 50	≤ 40	≤ 50	od 60 do 120	
> 50	≤ 25	≤ 40	od 70 do 120	
Kriteriji učinkovitosti za fumonizin B ₁ i B ₂ zasebno				
Razina µg/kg	Fumonizin B ₁ i B ₂ zasebno			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
≤ 500	≤ 30	≤ 60	od 60 do 120	
> 500	≤ 20	≤ 30	od 70 do 110	
Kriteriji učinkovitosti za toksine T-2 i HT-2 zasebno				
Razina µg/kg	Toksini T-2 i HT-2 zasebno			
	RSD _r %	RSD _R %	Iskorištenje %	
15–250	≤ 30	≤ 50	od 60 do 130	
> 250	≤ 25	≤ 40	od 60 do 130	
Kriteriji učinkovitosti za citrinin				
Razina µg/kg	Citrinin			
	RSD _r %	Preporučeni RSD _R %	Najviši dopušteni RSD _R %	Iskorištenje %
Sve	0,66 × RSD _r	Dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe (*), (**)	2 × vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe (*), (**)	od 70 do 120
i) Napomene uz kriterije učinkovitosti za mikotoksine: — Granice detekcije korištenih metoda nisu navedene jer su vrijednosti preciznosti dane za koncentracije od interesa. — Vrijednosti preciznosti računaju se iz Horwitzove jednadžbe, a posebno iz izvorne Horwitzove jednadžbe (za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) (*) te iz preinačene Horwitzove jednadžbe (za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$) (**). (*) Horwitzova jednadžba za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$: $RSD_R = 2(1 - 0,5 \log C)$ (izvor: W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc. Off. Anal. Chem., 1980., 63., 1344.) (**) Preinačena Horwitzova jednadžba (*) za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$: $RSD_R = 22 \%$ (izvor: M. Thompson, Analyst, 2000., 125., str. 385.–386.) pri čemu je: — RSD _R relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih uz uvjete obnovljivosti $[(sR/ \times 100)]$, — C omjer koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Ovo je opća jednadžba preciznosti koja se pokazala neovisnom o analitu i matrici, već isključivo ovisi o koncentraciji za većinu rutinskih metoda analize.				

4.3.1.2. Pristup 'spremnost za svrhu' (eng. Fitness for purpose)

Za metode koje su validirane u laboratoriju može se, kao alternativa, primijeniti pristup 'spremnost za svrhu' (***) kako bi se ocijenila njihova pogodnost za primjenu tijekom službene kontrole. Metode pogodne za primjenu tijekom službene kontrole moraju dati rezultate sa standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od najveće standardne mjerne nesigurnosti izračunate primjenom formule u nastavku:

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

pri čemu je:

- Uf najveća standardna mjerna nesigurnost ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD granica detekcije metode ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α konstanta, broječni faktor koji se koristi ovisno o vrijednosti C. Vrijednosti koje treba koristiti utvrđene su u tablici u nastavku,
- C koncentracija od interesa ($\mu\text{g}/\text{kg}$).

Ako metoda analize daje rezultate s mjernom nesigurnošću manjom od najveće standardne nesigurnosti, metoda se smatra jednako pogodnom kao i ona koja udovoljava kriterijima učinkovitosti iz točke 4.3.1.1.

Tablica

Brojčane vrijednosti koje treba koristiti za α kao konstantu u formuli utvrđenoj ovom točkom, ovisno o koncentraciji od interesa

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51–500	0,18
501–1 000	0,15
1 001–10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

(***) Izvor: M. Thompson i R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006., 10., str. 471–478.

4.3.2. Posebni zahtjevi u pogledu polukvantitativnih orijentacijskih metoda

4.3.2.1. Područje primjene

Područjem primjene obuhvaćene su bioanalitičke metode koje se temelje na imunološkom prepoznavanju ili vezivanju na receptore (poput ELISA-e, biokemijskih traka za testiranje eng. *dip-sticks*, imunokromatografskih testova eng. *lateral flow*, imunosenzora) te fiziokemijske metode koje se temelje na kromatografiji ili na izravnoj detekciji s pomoću masene spektrometrije (npr. masena spektrometrija u ambijentalnom okruženju). Druge se metode (npr. tankoslojna kromatografija) ne isključuju, uz uvjet da su dobiveni signali izravno povezani s mikotoksinima od interesa te da se njima dopušta primjenjivost načela opisanog u ovom dokumentu.

Posebni se zahtjevi primjenjuju u pogledu metoda čiji je rezultat mjerenja numerička vrijednost, naprimjer (relativni) odgovor dobiven s pomoću čitača biokemijske trake, signal iz vezanog sustava tekućinske kromatografije – masene spektrometrije (LC-MS) itd. i da se primjenjuju uobičajeni statistički podaci.

Zahtjevi se ne primjenjuju u pogledu metoda kojima se ne dobiva numerička vrijednost (npr. kada je riječ samo o crti koja je prisutna ili nije prisutna), a u pogledu njih zahtijevaju se drugačiji pristupi validaciji. Posebni zahtjevi u pogledu ovih metoda navedeni su u točki 4.3.3.

Ovim se dokumentom opisuju postupci validacije orijentacijskih metoda s pomoću unutarlaboratorijske validacije, provjere učinkovitosti metode validirane s pomoću unutarlaboratorijske vježbe te validacije orijentacijske metode u jednom laboratoriju.

4.3.2.2. Pojmovi

Orijentacijska ciljna koncentracija (STC): koncentracija od interesa za detekciju mikotoksina u uzorku. Kada je svrha ispitivanje sukladnosti s regulatornim dopuštenim količinama, STC je jednak najvećoj primjenjivoj razini. Za ostale potrebe ili kada nije utvrđena najveća razina, STC se unaprijed određuje u laboratoriju.

Orijentacijska metoda: metoda koja se koristi za odabir onih uzoraka čije količine mikotoksina s određenom sigurnošću premašuju orijentacijsku ciljnu koncentraciju (STC). Za potrebe orijentacije u pogledu mikotoksina, postojanje 95-postotne sigurnosti smatra se spremnim za svrhu. Rezultat orijentacijske analize izražava se kao 'negativan' ili 'sumnjiv'. Orijentacijskim je metodama omogućena jeftina analiza velikog broja uzoraka te se tako povećava mogućnost otkrivanja novih pojava visoke izloženosti i rizika za zdravlje potrošača. Ove se metode temelje na bioanalitičkim metodama LC-MS (tekućinska kromatografija – masena spektrometrija) ili HPLC (tekućinska kromatografija visoke učinkovitosti). Rezultate dobivene iz uzoraka koji premašuju graničnu vrijednost (eng. *cut-off value*) provjerava se provođenjem potpune ponovne analize izvornog uzorka s pomoću potvrđene metode.

'**Negativni uzorak**' je uzorak čiji je udjel mikotoksina u uzorku $<$ STC sa sigurnošću od 95 % (tj. postoji 5-postotna mogućnost da su uzorci netočno prikazani kao negativni).

'**Lažno negativni uzorak**' je uzorak čiji je udjel mikotoksina u uzorku $>$ STC, no utvrđen je kao negativan.

'**Sumnjivi uzorak**' (orijentacijski pozitivan) je uzorak koji premašuje graničnu vrijednost (vidjeti u nastavku) te može sadržavati veće količine mikotoksina nego STC. U slučaju sumnjivog rezultata pokreće se potvrđna analiza radi jednoznačnog utvrđivanja mikotoksina i njegove kvantifikacije.

'**Lažno sumnjivi uzorak**' je negativni uzorak koji je utvrđen kao sumnjiv.

'**Potvrđne metode**' su metode kojima se dobivaju potpuni ili dopunski podaci, čime se omogućuje utvrđivanje mikotoksina i nedvojbeno kvantificiranje pri količini od interesa.

Razina granične vrijednosti: odgovor, signal ili koncentracija dobiveni orijentacijskom metodom iznad koje se uzorak razvrstava kao 'sumnjiv'. Granična vrijednost određuje se tijekom validacije te se njome uzima u obzir varijabilnost mjerenja.

Negativni kontrolni uzorak (slijepa proba matrice): uzorak za koji je poznato da u njemu nema (¹) mikotoksina za orijentaciju, npr. prethodno je utvrđena dostatna osjetljivost primjenom potvrđne metode. Ako nije moguće dobiti slijepi uzorak, tada se može koristiti materijal s najnižom dostupnom količinom, sve dok se na temelju te količine dolazi do zaključka da je orijentacijska metoda spremna za svrhu.

Positivni kontrolni uzorak: uzorak koji sadrži mikotoksin u orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji, npr. certificirani referentni materijal, materijal poznatog sadržaja (npr. ispitni materijal iz ispitivanja sposobnosti) ili na drukčiji način dovoljno obilježen s pomoću potvrđne metode. Ako ne postoji nijedna od prethodno navedenih mogućnosti, može se uzeti mješavina uzoraka različitih razina kontaminacije ili obogaćeni uzorak pripremljen u laboratoriju koji je dovoljno obilježen, uz uvjet da se može dokazati da je razina kontaminacije provjerena.

4.3.2.3. Postupak validacije

Cilj je validacije dokazati spremnost orijentacijske metode za svrhu. To se postiže određivanjem granične vrijednosti i određivanjem postotka lažno negativnih i lažno sumnjivih rezultata. U ova su dva parametra ugrađene značajke učinkovitosti, poput osjetljivosti, selektivnosti i preciznosti.

Orijentacijske je metode moguće validirati unutar laboratorija odnosno unutar jednog laboratorija. Ako su već dostupni podaci unutarlaboratorijske validacije za određene kombinacije mikotoksina/matrice/STC-a, dostatno je obaviti provjeru učinkovitosti metode u laboratoriju koji primjenjuje metodu.

4.3.2.3.1. Početna validacija s pomoću validacije u jednom laboratoriju

Mikotoksini:

Za svaki se pojedinačni mikotoksin iz područja primjene provodi validacija. U slučaju bioanalitičkih metoda kojima se dobiva kombinirani odgovor za određenu skupinu mikotoksina (npr. aflatoksini B₁, B₂, G₁ i G₂; fumonizini B₁ i B₂), mora se dokazati primjenjivost te se u području primjene metode moraju navesti ograničenja u pogledu ispitivanja. Ne smatra se da se nepoželjnom unakrsnom reaktivnošću (npr. DON-3-glukozid, 3-ili 15-acetil-DON u imunološkim metodama ispitivanja DON-a) povećava postotak lažno negativnih rezultata u pogledu ciljnih mikotoksina, no može doći do povećanja postotka lažno sumnjivih rezultata. Nepoželjno povećanje opada provedbom potvrdne analize radi jednoznačnog utvrđivanja mikotoksina i njihove kvantifikacije.

Matrice:

Početnu validaciju treba provesti za svaki proizvod, odnosno, ako je poznato da se metoda može primijeniti na više proizvoda, za svaku skupinu proizvoda. U potonjem se slučaju iz te skupine odabire jedan reprezentativni i relevantni proizvod (vidjeti Tablicu A).

Skup uzoraka:

Minimalan broj različitih uzoraka koji je nužan za provedbu validacije jest 20 homogenih negativnih kontrolnih uzoraka i 20 homogenih pozitivnih kontrolnih uzoraka koji sadrže mikotoksin u orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji, a koje se analizira pri uvjetima srednje preciznosti (RSD_R) tijekom pet različitih dana. Druga je opcija mogućnost dodavanja skupu za validaciju dodatnog skupa od 20 uzoraka koji sadrže drukčije količine mikotoksina radi dobivanja uvida u kojoj se mjeri metodom mogu razlikovati različite koncentracije mikotoksina.

Koncentracija:

U pogledu svake orijentacijske ciljne koncentracije koju treba koristiti za rutinsku primjenu, mora se provesti validacija.

4.3.2.3.2. Početna validacija međulaboratorijskim ispitivanjem

Validacija međulaboratorijskim ispitivanjem provodi se u skladu s međunarodno priznatim protokolom o međulaboratorijskim ispitivanjima (npr. ISO 5725:1994 ili IUPAC – Međunarodno usklađeni protokol) na temelju kojeg se zahtijeva uključivanje važećih podataka iz najmanje osam različitih laboratorija. Osim toga, jedina razlika u odnosu na validaciju u jednom laboratoriju očituje se u tome što se ≥ 20 uzoraka po proizvodu/količini može ujednačeno podijeliti među laboratorijima koji sudjeluju, uz uvjet da jedan laboratorij obrađuje najmanje dva uzorka.

4.3.2.4. Određivanje granične razine i postotka lažno sumnjivih rezultata slijepih uzoraka

Za osnovu za izračun traženih parametara uzimaju se (relativni) odgovori u slučaju negativnih i pozitivnih kontrolnih uzoraka.

Orijentacijske metode pri kojima je odgovor razmjern koncentraciji mikotoksina

Na orijentacijske metode pri kojima je odgovor razmjern koncentraciji mikotoksina primjenjuje se sljedeće:

$$R_{STC} = \text{srednji odgovor pozitivnih kontrolnih uzoraka (pri orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji)}$$

$$t\text{-vrijednost} = \text{jednosmjerna } t\text{-vrijednost kod koje je postotak lažno negativnih rezultata } 5\% \text{ (vidjeti Tablicu B)}$$

$$SD_{STC} = \text{standardna devijacija orijentacijske metode kod koje je odgovor obratno razmjern koncentraciji mikotoksina}$$

Slično tome, za orijentacijske metode pri kojima je odgovor obratno razmjern koncentraciji mikotoksina granična vrijednost određuje se kao:

$$\text{Granična vrijednost} = R_{STC} + t\text{-vrijednost}_{0,05} * SD_{STC}$$

Primjenom ove specifične t-vrijednosti radi utvrđivanja granične vrijednosti unaprijed je zadan postotak lažno negativnih rezultata i iznosi 5 %.

Ocjena spremnosti za svrhu

Rezultati dobiveni na temelju negativnih kontrolnih uzoraka koriste se za procjenu odgovarajućeg postotka lažno sumnjivih rezultata. T-vrijednost izračunava se u slučaju kad je rezultat negativnog kontrolnog uzorka veći od granične vrijednosti te je tako pogrešno razvrstan kao sumnjiv.

t-vrijednost == (granična vrijednost – srednja vrijednost_{slijepa proba})/SD_{slijepa proba} za orijentacijske metode pri kojima je odgovor razmjern koncentraciji mikotoksina ili

t-vrijednost == (srednja vrijednost slijepa proba – granična vrijednost)/SD_{slijepa proba} za orijentacijske metode kod kojih je odgovor obratno razmjern koncentraciji mikotoksina

Iz dobivene t-vrijednosti, na temelju stupnjeva slobode izračunatih iz brojnih opita, može se izračunati mogućnost pojave lažno sumnjivih uzoraka za jednosmjernu raspodjelu (npr. funkcija proračunske tablice „TDIST”) ili preuzeti iz tablice t-raspodjele.

Odgovarajućom vrijednošću jednosmjerne t-raspodjele određuje se postotak lažno sumnjivih rezultata.

Ovaj je koncept detaljno opisan uz navođenje primjera u časopisu *Analytical and Bioanalytical Chemistry* DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.3.2.5. Proširenje područja primjene metode

4.3.2.5.1. Proširenje područja primjene na druge mikotoksine:

Kada se području primjene postojeće orijentacijske metode dodaju novi mikotoksini, nužno je provesti potpunu validaciju radi dokazivanja pogodnosti metode.

4.3.2.5.2. Proširenje na druge proizvode

Ako je orijentacijska metoda poznata ili se očekuje da će biti primjenjiva na druge proizvode, provjerava se pouzdanost njezine primjene na te druge proizvode. Sve dok novi proizvod pripada skupini proizvoda (vidjeti Tablicu A) za koju je već provedena početna validacija, dostatno je provesti dodatnu ograničenu validaciju. Za to je potrebno analizirati najmanje 10 homogenih negativnih i 10 homogenih pozitivnih kontrolnih uzoraka (pri orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji) uz uvjete srednje preciznosti. Pozitivni su kontrolni uzorci iznad granične vrijednosti. Ako se ne ispuni ovaj kriterij, nužno je provesti potpunu validaciju.

4.3.2.6. Provjera metoda koje su već validirane međulaboratorijskim ispitivanjima

U pogledu orijentacijskih metoda koje su već uspješno validirane međulaboratorijskim ispitivanjima, provjerava se njihova učinkovitost. Za to je potrebno analizirati najmanje 6 negativnih kontrolnih i 6 pozitivnih kontrolnih uzoraka (pri orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji). Pozitivni su kontrolni uzorci iznad granične vrijednosti. Ako se ne ispuni ovaj kriterij,

laboratorij mora provesti analizu osnovnog uzroka kako bi utvrdio razlog zbog kojeg ne mogu udovoljiti specifikacijama koje su dobivene međulaboratorijskim ispitivanjem. Tek nakon poduzimanja popravnih radnji u vlastitom laboratoriju ponovno se provjerava učinkovitost metode. U slučaju da laboratorij nije u mogućnosti provjeriti rezultate međulaboratorijskog ispitivanja, trebat će utvrditi vlastite granične vrijednosti provodeći cjelovitu validaciju u jednom laboratoriju.

4.3.2.7. Postojana provjera metode/neprekidna validacija metode

Nakon početne validacije dodatni se podaci o validaciji dobivaju uključivanjem najmanje dva pozitivna kontrolna uzorka u svaku seriju uzoraka koje se provjerava. Jedan pozitivni kontrolni uzorak je poznat uzorak (npr. jedan korišten tijekom početne validacije), drugi je od različitog proizvoda iz iste skupine proizvoda (u slučaju kad se analizira samo jedan proizvod, koristi se drugi uzorak tog proizvoda). Nije obvezno uključivanje negativnog kontrolnog uzorka. Rezultati dobiveni za dva pozitivna kontrolna uzorka dodaju se postojećem skupu za validaciju.

Najmanje jednom godišnje ponovno se utvrđuje granična vrijednost, a pouzdanost metode ponovno ocjenjuje. Postojana provjera metode služi za različite svrhe:

- kontrole kvalitete serije uzoraka koje se provjerava,
- dostave podataka o otpornosti metode pri uvjetima u laboratoriju koji primjenjuje metodu,
- opravdanosti primjenjivosti metode na različite proizvode,
- dopuštanja prilagodbe graničnih vrijednosti u slučaju postupnih odstupanja tijekom vremena.

4.3.2.8. Izvješće o validaciji

Izvješće o validaciji sadrži:

- izjavu o orijentacijskoj ciljnoj koncentraciji (STC),
- izjavu o dobivenoj graničnoj vrijednosti.

Napomena: granična vrijednost mora imati jednak broj značajnih znamenki kao i STC. Numeričke vrijednosti koje se koriste za izračun granične vrijednosti moraju imati najmanje jednu značajnu znamenku više od STC-a.

- izjavu o izračunatom postotku lažno sumnjivih rezultata.
- izjavu o načinu dobivanja postotka lažno sumnjivih rezultata.

Napomena: izjavom o izračunatom postotku lažno sumnjivih rezultata naznačuje se je li metoda spremna za svrhu s obzirom na to da naznačuje broj slijepih (ili nisku razinu kontaminacije) uzoraka koji podliježu provjeri.

Tablica A

Skupine proizvoda u usporedbi s kojima se vrednuju orijentacijske metode

Skupine proizvoda	Kategorije proizvoda	Tipični reprezentativni proizvodi obuhvaćeni kategorijom
Visok udjel vode	Voćni sokovi	Jabučni sok, sok od grožđa
	Alkoholna pića	Vino, pivo, jabukovača
	Korjenasto i gomoljasto povrće	Svježi đumbir
	Žitarice ili voćni pire	Pire za dojenčad i malu djecu
Visok udjel masti	Orašasti plodovi	Orah, lješnjak, kesten
	Uljarice i njihovi proizvodi	Uljana repica, suncokret, pamukovo sjeme, soja, kikiriki, sezam itd.
	Uljasto voće i njihovi proizvodi	Ulja i paste (npr. maslac od kikirikija, tahina)
Visok udjel škroba i/ili proteina te nizak udjel	Zrna žitarica i njihovi proizvodi	Pšenica, raž, ječam, kukuruz, riža, zob, integralni kruh, kruh od bijelog brašna,

vode i masti		krekeri, žitarice za doručak, tjestenina
	Proizvodi za posebne medicinske potrebe	Suhi prašci za pripremu hrane za dojenčad i malu djecu
Visok udjel kiseline i visok udjel vode (2)	Čitrusni proizvodi	
„Komplicirani ili jedinstveni proizvodi“ (2)		Kakao i njegovi proizvodi, kopra i njezini proizvodi, kava, čaj, začini, sladić
Visok udjel šećera, nizak udjel vode	Sušeno voće	Smokve, grožđice (od bijelog grožđa, od bijelog grožđa bez sjemenki, od crnog grožđa bez sjemenki)
Mlijeko i mliječni proizvodi	Mlijeko	Kravlje, kozje i bivolje mlijeko
	Sir	Kravlji, kozji sir
	Mliječne preradevine (npr. mlijeko u prahu)	Jogurt, vrhnje

Tablica B

Jednosmjerna t-vrijednost za postotak lažno negativnih rezultata od 5 %

Stupnjevi slobode	Broj ponavljanja	t-vrijednost (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. Zahtjevi u pogledu kvalitativnih orijentacijskih metoda (metode koje ne daju numeričke vrijednosti)

Izradom smjernica za validaciju binarnih ispitnih metoda trenutno se bave razna tijela za normizaciju (npr. AOAC, ISO). Nedavno je AOAC pripremio smjernice o ovoj temi. Taj se dokument može smatrati najnovijim važećim dokumentom u tom području. Stoga metode koje daju binarne rezultate (npr. vizualni pregled biokemijske trake za testiranje) treba validirati u skladu s tim smjernicama¹.

4.4. Procjena mjerne nesigurnosti, izračun iskorištenja i izvješćivanje o rezultatima (4)

4.4.1. Potvrđne metode

Rezultat analize mora se prikazati na sljedeći način:

- s korekcijom za iskorištenje, pri čemu se navodi razina iskorištenja. Korekcija za iskorištenje nije potrebna ako je postotak iskorištenja od 90 % do 110 %;
- kao $x \pm U$, pri čemu je x rezultat analize, a U proširena mjerna nesigurnost uz primjenu faktora

¹ http://www.aoc.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

покривања 2, чиме се постиже разина поузданости од око 95 %.

За храну животињског подријетла, узимање у обзир мјерне несигурности може се провести и утврђивањем границе одлучивања (CC α) у складу с Правилником о provoђењу аналитичких метода и тумачењу резултата ("Службени гласник БиХ" број 95/10). (– у случају твари с утврђеном допуштеном границом).

Међутим, ако је резултат анализе знатно (> 50 %) нижи од највеће разине или много виши од највеће разине (тј. више од пет пута већи од највеће разине) и уз увјет да су коришћени примјерени поступци за осигурање квалитете, а сврха је анализе само провјера суkladности са законским одредбама, резултат анализе може се приказати без корекције за искоришћење и у тим се случајевима корекција за искоришћење и мјерна несигурност могу изоставити.

Тренутачна правила тумачења резултата анализе с обзиrom на прихваћање или одбацивање серије примјенјују се на аналитички резултат добивен на узорку за службену контролу. У случају анализе у сврху одбране или арбитраже, примјенјују се посебна правила.

4.4.2. Оријентацијске методе

Резултат оријентацијске методе исказује се тако да је узорак суkladан или да постоји сумња о његовој неусклађености.

„Сумња о неусклађености” значи да узорак премашује граничну вриједност те може садржавати веће количине микотоксина него STC. У случају сумњивог резултата, покрене се потврдна анализа ради једнозначног утврђивања микотоксина и његове квантификације.

„Суkladан” значи да је удјел микотоксина у узорку < STC с 95-постотном сигурношћу (тј. постоји 5-постотна могућност да су узорци неточно приказани као негативни). Резултат анализе приказује се као „< разине STC-а”, при чему је разина STC-а наведена.

(¹) Сматра се да у узорцима нема анализа ако количина присутна у узорку не премашује више од једне петине оријентацијске циљне концентрације (STC). Ако је могуће квантифицирати количину с помоћу потврдне методе, мора се узети у обзир количина ради оцјене валидације.

(²) Ако се током екстракције за стабилизацију pH промјена користи пуферска отопина, тад је могуће припојити ову групу производа једној групи производа „висок удјел воде”.

(³) „Комплициране или јединствене производе” треба потпуно валидирати само ако их се учестало анализира. Ако их се тек повремено анализира, валидација се може свести на провјеру разина извјешћавања уз примјену обогаћених екстраката слијепе пробе.

(⁴) Више се појединости о поступцима за процјену мјерне несигурности и поступцима за оцјену искоришћења може пронаћи у Извјешћу о односу између аналитичких резултата, мјерне несигурности, фактора искоришћења и одредба законодавства ЕУ-а о храни и храни за животиње – http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

Чланак 8.

Овај правилник ступа на снагу осмога дана од дана објаве у "Службеном гласнику БиХ".

VM број 173/17
22. липња 2017. године
Сарајево

Предсједатељ
Вјешћа министара БиХ
Dr. Denis Zvizdić, v. r.

На основу члана 17. став 3. и члана 72. Закона о храни ("Службени гласник БиХ", број 50/04) и члана 17. Закона о Савјету министара Босне и Херцеговине ("Службени гласник БиХ", бр. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 и 24/08), Савјет министара Босне и Херцеговине, на приједлог Агенције за безбједност хране Босне и Херцеговине, у сарадњи са надлежним органима ентитета и Брчко Дистрикта Босне и Херцеговине, на 106. сједници, одржаној 22. јуна 2017. године, донио је

ПРАВИЛНИК

О ИЗМЈЕНАМА И ДОПУНАМА ПРАВИЛНИКА О МЕТОДАМА УЗОРКОВАЊА И АНАЛИЗА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ КОЛИЧИНЕ МИКОТОКСИНА У ХРАНИ

Члан 1.

У Правилнику о методама узорковања и анализа за службену контролу количине микотоксина у храни ("Службени гласник БиХ", бр. 37/09 и 68/12), у Анексу I. тачки 2.2., табела 1. замјењује се табелом:

"Табела 1. Подјела серија на подсерије зависно од производа и масе серије

Производ	Тежина серије (тоне)	Тежина или број подсерија	Нема појединачних узорака	Тежина групног узорка (у кг)
Житарнице и производи од житарица	> 300 и < 1 500	3 подсерије	100	10
	≥ 50 и ≤ 300	100 тона	100	10
	< 50	-	3-100 ¹	1-10

Члан 2.

У Анексу I, у тачки 2.3. на крају друге алинеје додаје се текст:

"За серије > 500 тона број појединачних узорака предвиђен је у тачки 12.2. Анекса I."

Фуснота (¹) мијења се и гласи:

"

(¹) Узорковање тих серија изводи се у складу са правилима утврђенима у дијелу Ј. Смјернице за узорковање великих серија наводе се у смјерницама које су доступне на следећем линку: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf>

Правила узорковања, која у складу с BAS EN ISO 24333:2011 или правилима узорковања ГАФТА-е бр. 124 примјењују субјекти у пословању са храном како би осигурали усклађеност с одредбама у законодавству идентична су правилима узорковања утврђеним дијелом Ј.

У погледу узорковања серија на присуство токсина *Fusarium* плијесни, правила узорковања, која у складу са EN ISO 24333:2009 или правилима узорковања ГАФТА-е бр. 124 примјењују субјекти у пословању са храном како би осигурали усклађеност с одредбама у законодавству, идентична су правилима узорковања утврђеним у дијелу Б."

Члан 3.

У Анексу I, у тачки 4.2. након прве реченице додаје се текст:

"Ова метода узорковања примјењује се и на службену контролу максимално дозвољених количина прописаних за охратоксин А, афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у зачинима чије су честице релативно велике (величина честица упоредива са кикирикијем или већа, нпр. мушкатни орашчић)."

Члан 4.

У Анексу I, у тачки 5, прва реченица замјењује се текстом:

"Ова метода узорковања примјењује се на службену контролу максимално дозвољених количина прописаних за охратоксин А, афлатоксин Б1 и укупне афлатоксине у зачинима, осим у случајевима зачина чије су честице релативно велике (хетерогена дистрибуција контаминације микотоксином)."

¹ Зависно од тежине серије – видјети табелу 2

Члан 5.

У Анексу I, у тачки 9. наслов и прва реченица замјенјују се текстом:

"9. МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА ЗА ЧВРСТЕ ПРОИЗВОДЕ ОД ЈАБУКА

Ова метода узорковања примјењује се на службену контролу максимално дозвољених количина прописаних за патулин у чврстим производима од јабука, укључујући чврсте производе од јабука за дојенчад и малу дјецу."

У тачки 9.1, иза текста: "наведен је у Табели 1." брише се сљедећи текст:

"Ако се ради о течним производима, серија се мора потпуно измијешати у оној мјери у којој је то могуће било ручним или механичким путем непосредно прије узорковања. У том случају, подразумијева се хомогена дистрибуција патулина у датој серији. Довољно је узети три појединачна узорка из серије да би се добио групни узорак."

Члан 6.

У Анексу I, иза тачке 11.3. додају се нове тачке 12. и 13. које гласе:

"12. МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ЗА ВРЛО ВЕЛИКЕ СЕРИЈЕ ИЛИ СЕРИЈЕ КОЈЕ СЕ СКЛАДИШТЕ ИЛИ ПРЕВОЗЕ ТАКО ДА УЗОРКОВАЊЕ У ЧИТАВОЈ СЕРИЈИ НИЈЕ МОГУЋЕ**12.1. Општи принципи**

Ако начин превоза или складиштења серије онемогућава узимање појединачних узорака у читавој серији, узорковање тих серија треба по могућности вршити када је серија у протоку (динамичко узорковање).

У случају великих складишта намијењених складиштењу хране, субјекте треба подстицати да у складиште уграде опрему којом се омогућавају (аутоматско) узорковање читаве складиштене серије.

Када се примјењују поступци узорковања на начин предвиђен у дијелу 12, субјекте у пословању са храном или његове представнике треба обавијестити о поступцима узорковања. Ако субјекат у пословању са храном или његов представник доведе у питање тај поступак узорковања, субјекат у пословању са храном или његов представник омогућава надлежном органу спровођење узорковања у читавој серији на сопствени трошак.

Дозвољава се узорковање дијела серије уз услов да количина узоркованог дијела износи најмање 10% серије коју треба узорковати. Ако је дио једне серије хране једнаког разреда или описа узоркован те се утврди да не задовољава захтјеве прописа, претпоставља се да ни цијела серија не задовољава те захтјеве, осим ако се даљом детаљном анализом утврди да нема доказа да остатак серије не задовољава захтјеве.

Релевантне одредбе попут масе појединачног узорка предвиђене у другим дијеловима ове тачке примјењују се на узорковање врло великих серија или серија које се складиште или превозе тако да узорковање у читавој серији није могуће.

12.2. Број појединачних узорака које треба узети у случају врло великих серија

Кад се узоркују велики дијелови (узорковани дијелови > 500 тона), број појединачних узорака које треба узети = 100 појединачних узорака + $\sqrt{\text{тона}}$. Међутим, у случају кад је серија мања од 1 500 тона и може се подијелити на подсерије у складу са табелом 1. тачке 2. овог анекса те уз услов да је подсерије могуће физички одвојити, треба узети број појединачних узорака предвиђен у тачки 2.

12.3. Велике серије које се превозе бродом**12.3.1. Динамичко узорковање великих серија које се превозе бродом**

Узорковање великих серија у бродовима, по могућности, обавља се док је производ у протоку (динамичко узорковање).

Узорковање се обавља у бродском складишту (субјекат који се може физички одвојити). Међутим, бродска складишта се дјелимично празне једна за другим тако да почетно физичко одвајање више не постоји након преноса у складишне објекте. Узорковање се стога може обавити и на основу почетног физичког одвајања или на основу одвајања након преноса у складишне објекте.

Истовар брода може трајати неколико дана. Обично се узорковање мора обавити у редовним интервалима за све вријеме трајања истовара. Међутим, није увијек могуће или прикладно да службени инспектор присуствује узорковању за све вријеме трајања истовара. Стога је дозвољено извршити узорковање дијела серије (узорковани дио). Број појединачних узорака одређује се узимањем у обзир величине узоркованог дијела.

Присуство инспектора је потребно чак и када је службени узорак узет аутоматски. Међутим, ако се аутоматско узорковање врши на основу унапријед задатих параметара које није могуће мијењати током узорковања, а појединачни узорци се скуљају у запечаћени пријемни контејнер чиме се спречава свака могућа превара, присуство инспектора је потребно само на почетку узорковања, при свакој промјени контејнера за узорак и на крају узорковања.

12.3.2. Статичко узорковање серија које се превозе бродом

Ако се врши статичко узорковање, примјењује се идентичан поступак који је предвиђен за складишне објекте (силосе) којима се приступа одозго (видјети тачку 12.5.1).

Узорковање се мора извршити на приступачном дијелу (одозго) серије/бродског складишта. Број појединачних узорака одређује се узимањем у обзир величине узоркованог дијела.

12.4. Узорковање великих серија које се складиште у складиштима

Узорковање се мора извршити на приступачном дијелу серије. Број појединачних узорака одређује се узимањем у обзир величине узоркованог дијела.

12.5. Узорковање складишних објеката (силоса)**12.5.1. Узорковање силоса којима се (једноставно) приступа одозго**

Узорковање се мора извршити на приступачном дијелу серије. Број појединачних узорака одређује се узимањем у обзир величине узоркованог дијела.

12.5.2. Узорковање силоса којима се не приступа одозго (затворени силоси)**12.5.2.1. Силоси којима се не приступа одозго (затворени силоси) појединачне величине > 100 тона**

Храна складиштена у тим силосима не може се узорковати на статички начин. Стога, ако се храна у силосу мора узорковати и не постоји могућност премјештања пошиљке, потребно је са субјектом склопити договор у складу с којим је он или она дужан да обавијести инспектора о томе када ће се силос истоварити, дјелимично или потпуно, како би се омогућило узорковање у тренутку када је храна у протоку.

12.5.2.2. Силоси којима се не приступа одозго (затворени силоси) појединачне величине < 100 тона

Супротно одредби тачке 12.1. (узорковани дио најмање 10%), поступак узорковања укључује испуштање у пријемни контејнер количине од 50 кг до 100 кг и узимање узорка из њега. Величина групног узорка у складу је са читавом серијом, а број појединачних узорака односи се на количину хране пуштену из силоса у пријемни контејнер за узорковање.

12.6. Узорковање хране у расутом стању у великим затвореним контејнерима

Те серије често се могу узорковати само након истовара. У одређеним случајевима није могуће обавити истовар на мјесту утовара или контроле те стога узорковање треба обављати при истовару тих контејнера. Субјекат мора обавијестити инспектора о мјесту и времену истовара контејнера.

13. МЕТОДА УЗОРКОВАЊА ДОДАТАКА ИСХРАНИ ЧИЈА ЈЕ ОСНОВА РИЖА КОЈА ЈЕ ФЕРМЕНТИРАЛА ПОМОЋУ ЦРВЕНЕ ПЛИЈЕСНИ *MONASCUS PURPUREUS*

Ова метода узорковања примјењује се на службену контролу максимално дозвољених количина утврђених за цитринин у додацима исхрани чија је основа рижа која је ферментирала помоћу црвене плијесни *Monascus purpureus*.

Поступак узорковања и величина узорка

Поступак узорковања заснива се на претпоставци да се додаци исхрани чија је основа рижа која је ферментирала помоћу црвене плијесни *Monascus purpureus* стављају на тржиште у малопродајним паковањима која уобичајено садржавају од 30 до 120 капсула по малопродајном паковању.

Величина серије (број малопродајних паковања)	Број малопродајних паковања које треба узети за узорак	Величина узорка
1-50	1	Све капсуле
51-250	2	Све капсуле
251-1 000	4	Из сваког малопродајног паковања узетог за узорак половина капсула

> 1 000	4 + 1 малопродајно паковање на 1.000 малопродајних паковања с највише 25 малопродајних паковања	≤ 10 малопродајних паковања: из сваког малопродајног паковања половина капсула > 10 малопродајних паковања: из сваког малопродајног паковања узима се идентичан број капсула како би се добио узорак истоврсног садржаја као 5 малопродајних паковања."
---------	---	--

Члан 7.

У Анексу II, тачке 4.2. "Општи захтјеви", 4.3. "Посебни захтјеви" и 4.4. "Процјена мјерне несигурности, израчунавање искоришћења (енгл. *Recovery*) и извјештавање о резултатима" мијењају се и гласе:

" 4.2. Општи захтјеви

Потврдне методе анализе које се употребљавају у сврхе контроле хране у складу су с одредбама тач. 1. и 2. Анекса II Правилника о службеним контролама које се врше ради верификације поступања у складу с одредбама прописа о храни и храни за животиње те прописа о здрављу и добробити животиња ("Службени гласник БиХ", број 5/13).

4.3. Посебни захтјеви**4.3.1. Посебни захтјеви у погледу потврђених метода****4.3.1.1. Критеријуми ефикасности**

Препоручује се примјена потпуно валидираних потврђених метода (тј. метода које су валидирани међулабораторијским испитивањем релевантних матрица) према потреби и доступности. Могуће је примјењивати и друге одговарајуће валидираних потврђених методе (нпр. методе које су валидирани у лабораторији на релевантним матрицама које припадају групи производа од интереса), уз услов да испуњавају критеријуме ефикасности утврђене следећим табелама.

Ако је могуће, валидацијом метода које су валидирани у лабораторији обухвата се сертификовани референтни материјал.

Критеријуми ефикасности за афлатоксине

Критеријум	Распон концентрације	Препоручена вриједност	Највећа дозвољена вриједност
Слијеп проба	Све	Занемариво	-
Искоришћење - афлатоксин М1	0,01-0,05 мг/кг	од 60 до 120 %	
	≥ 0,05 мг/кг	од 70 до 110 %	
Искоришћење - афлатоксини Б ₁ , Б ₂ , Г ₁ , Г ₂	< 1,0 мг/кг	од 50 до 120 %	
	1-10 мг/кг	од 70 до 110 %	
	≥ 10 мг/кг	80 до 110 %	
Обновљивост RSDR	Све	Добијена помоћу Хорвицове једначине (*), (**)	2 × вриједност добијена помоћу Хорвицове једначине (*), (**)
Поновљивост RSD _G може се израчунати као 0,66 пута Обновљивост RSDR при концентрацији од интереса			

Напомена:

-Вриједности које треба примјенити на Б₁ и на збир Б₁ + Б₂ + Г₁ + Г₂

-Ако треба изразити зброј појединих афлатоксина Б₁ + Б₂ + Г₁ + Г₂, тада одговор сваког на аналитички систем мора бити или познат или једнак.

(б) Критеријуми ефикасности за охратоксин А

Ниво µg/kg	Охратоксин А		
	RSD _F %	RSD _R %	Искоришћење %
< 1	≤ 40	≤ 60	од 50 до 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	од 70 до 110

(ц) Критеријуми ефикасности за патулин

Ниво µg/kg	Патулин		
	RSD _f %	RSD _R %	Искоришћење %
≤ 20	≤ 30	≤ 40	од 50 до 120
20-50	≤ 20	≤ 30	од 70 до 105
> 50	≤ 15	≤ 25	од 75 до 105

(д) Критеријуми ефикасности за деоксиниваленол

Ниво µg/kg	Деоксиниваленол		
	RSD _f %	RSD _R %	Искоришћење %
> 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	од 60 до 110
> 500	≤ 20	≤ 40	од 70 до 120

(е) Критеријуми ефикасности за зеараленон

Ниво µg/kg	Зеараленон		
	RSD _f %	RSD _R %	Искоришћење %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	од 60 до 120
> 50	≤ 25	≤ 40	од 70 до 120

(ф) Критеријуми ефикасности за фумонизин В₁ и В₂ засебно

Ниво µg/kg	Фумонизин В ₁ и В ₂ засебно		
	RSD _f %	RSD _R %	Искоришћење %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	од 60 до 120
> 500	≤ 20	≤ 30	од 70 до 110

(г) Критеријуми ефикасности за токсине Т-2 и НТ-2 засебно

Ниво µg/kg	Токсини Т-2 и НТ-2 засебно		
	RSD _f %	RSD _R %	Искоришћење %
15-250	≤ 30	≤ 50	од 60 до 130
> 250	≤ 25	≤ 40	од 60 до 130

(х) Критеријуми ефикасности за цитринин

Ниво µg/kg	Цитринин			
	RSD _f %	Препоручени RSD _R %	Највиши дозвољени RSD _R %	Искоришћење %
Sve	0,66 × RSD _f	Добијена помоћу Хорвицове једначине (*), (**)	2 × вриједност добијена помоћу Хорвицове једначине (*), (**)	од 70 до 120

(и) Напомене уз критеријуме ефикасности за микотоксине:

- Границе детекције коришћених метода нису наведене јер су вриједности прецизности дате код концентрације од интереса.
- Вриједности прецизности рачунају се из Хорвицове једначине, а посебно из оригиналне Хорвицове једначине (за концентрације $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) (*) те из преиначене Хорвицове једначине (за концентрације $C < 1,2 \times 10^{-7}$) (**).

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

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

(извор: W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 1980, 63, 1344)

(**) Преиначена Хорвицова једначина (*) за концентрације $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

(извор: M. Thompson, Analyst, 2000, 125, стр. 385-386)

при чему је:

- RSD_R релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених уз услове обновљивости $[(sR /) \times 100]$,

- С омјер концентрације (тј. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Ово је генерализована једначина прецизности која се показала као независна од анализе и матрице, већ искључиво зависи од концентрације за већину рутинских метода анализе.

4.3.1.2. Приступ, спремност за сврху (енгл. *Fitness for purpose*)

За методе које су валидиране у лабораторији може се, као алтернатива, употребљавати приступ, спремност за сврху (***) како би се оцијенила њихова погодност за коришћење током службене контроле. Методе погодне за коришћење током службене контроле морају дати резултате са стандардном мјерном несигурношћу (у) која је мања од максималне стандардне мјерне несигурности израчунате примјеном формуле у наставку:

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

при чему је:

- Uf максимална стандардна мјерна несигурност (µg/kg),
- LOD граница детекције методе (µg/kg),
- α константа, бројчани фактор који се употребљава зависно од вриједности С. Вриједности које треба употребљавати утврђене су у табели у наставку,

- С концентрација од интереса (µg/kg).

Ако метода анализе даје резултате са мјерном несигурношћу мањом од максималне стандардне несигурности, метода се сматра једнако погодном као и она која задовољава критеријуме ефикасности из тачке 4.3.1.1.

Табела

Нумеричке вриједности које треба употребљавати за α као константу у формули утврђеној овом тачком, зависно од концентрације од интереса

C (µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
> 10 000	0,1

(***) Извор: M. Thompson i R. Wood, Accred. Qual. Assur, 2006, 10, стр. 471-478.

4.3.2. Посебни захтјеви у погледу полуквантитативних оријентационих метода

4.3.2.1. Област примјене

Облашћу примјене обухваћене су биоаналитичке методе које се заснивају на имунолошком препознавању или везивању на рецепторе (попут ELISA-е, биохемијских трака за тестирање енгл. *dip-sticks*, имунохроматографских тестова енгл. *lateral flow*, имуносензора) те физиохемијске методе које се заснивају на хроматографији или на директној детекцији помоћу масене спектрометрије (нпр. масена спектрометрија у амбијенталном окружењу). Друге методе (нпр. танкослојна хроматографија) не искључују се уз услов да су добијени сигнали директно повезани са микотоксинима од интереса те да се њима дозвољава примјењивост принципа описаног у овом документу.

Посебни захтјеви се примјењују у погледу метода чији је резултат мјерења нумеричка вриједност, на примјер (релативни) одговор добијен помоћу читача биохемијске траке, сигнал из везаног система течне хроматографије - масене спектрометрије (LC-MS) итд. и да се примјењују уобичајени статистички подаци.

Захтјеви се не примјењују у погледу метода којима се не добија нумеричка вриједност (нпр. када је ријеч само о црти која је присутна или није присутна), а у погледу њих захтијевају се другачији приступи валидацији. Посебни захтјеви у погледу ових метода наведени су у тачки 4.3.3.

Овим документом описују се поступци валидације оријентационих метода помоћу унутарлабораторијске валидације, провјере ефикасности методе валидиране помоћу унутарлабораторијске вјежбе те валидације оријентационе методе у једној лабораторији.

4.3.2.2. Појмови

Оријентациона циљна концентрација (STC): концентрација од интереса за детекцију микотоксина у узорку. Када је сврха испитивања усклађености са регулаторним дозвољеним количинама, STC је једнак највећем примјењивом нивоу. За остале потребе или када није утврђен највећи ниво, STC се унапријед одређује у лабораторији.

Оријентациона метода је метода која се употребљава за одабир оних узорака чије количине микотоксина са одређеном сигурношћу прелазе оријентациону циљну концентрацију (STC). За потребе оријентације у погледу микотоксина постојање 95-постотне сигурности сматра се спремним за сврху. Резултат оријентационе анализе изражава се као „негативан“ или „сумњив“. Оријентационим методама омогућена је јефтина анализа великог броја узорака те 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 високе дјелотворности). Резултате добијене из узорака који прелазе граничну вриједност (енгл. *cut-off value*) провјерава се спровођењем потпуне поновне анализе оригиналног узорка помоћу потврдне методе.

„Негативни узорак“ је узорак чији је удио микотоксина у узорку < STC са сигурношћу од 95% (тј. постоји 5-постотна могућност да су узорци нетачно приказани као негативни).

„Лажно негативни узорак“ је узорак чији је удио микотоксина у узорку > STC, но утврђен је као негативан.

„Сумњиви узорак“ (оријентациони позитиван) јесте узорак који прелазе граничну вриједност (видјети у наставку) те може садржавати веће количине микотоксина него STC. У случају сумњивог резултата покреће се потврдна

анализа ради једнозначног утврђивања микотоксина и његове квантификације.

„Лажно сумњиви узорак“ је негативни узорак који је утврђен као сумњив.

„Потврдне методе“ су методе којима се добијају потпуни или допунски подаци чиме се омогућава утврђивање микотоксина и недвосмислено квантификовање при количини од интереса.

Ниво граничне вриједности: одговор, сигнал или концентрација добијени оријентационом методом, изнад које се узорак разврстава као „сумњив“. Гранична вриједност одређује се током валидације те се њоме у обзир узима варијабилност мјерења.

Негативни контролни узорак (слијеп проба матрице) јесте узорак за који је познато да у њему нема⁽¹⁾ микотоксина за оријентацију, нпр. претходно је утврђена довољна осјетљивост примјеном потврдне методе. Ако није могуће добити слијепи узорак, тада се може употребљавати материјал са најнижом доступном количином, све док се на основу те количине долази до закључка да је оријентациона метода спремна за сврху.

Позитивни контролни узорак је узорак који садржава микотоксин у оријентационој циљној концентрацији, нпр. сертификовани референтни материјал, материјал познатог садржаја (нпр. испитни материјал из испитивања способности) или на другачији начин довољно обиљежен помоћу потврдне методе. Ако не постоји ниједна од претходно наведених могућности, може се узети мјешавина узорака различитих нивоа контаминације или обogaћени узорак припремљен у лабораторији који је довољно обиљежен уз услов да се може доказати да је ниво контаминације провјерен.

4.3.2.3. Поступак валидације

Циљ валидације је доказивање спремности оријентационе методе за сврху. То се постиже одређивањем граничне вриједности и одређивањем процента лажно негативних и лажно сумњивих резултата. У ова два параметра уграђене су карактеристике ефикасности као што су осјетљивост, селективност и прецизност.

Оријентационе методе могуће је валидирати у лабораторији односно у једној лабораторији. Ако су већ доступни подаци унутарлабораторијске валидације за одређене комбинације микотоксина/матрице/STC-а, довољно је урадити провјеру ефикасности методе у лабораторији која примјењује методу.

4.3.2.3.1. Почетна валидација помоћу валидације у једној лабораторији

Микотоксини:

За сваки појединачни микотоксин из области примјене врши се валидација. У случају биоаналитичких метода којима се добија комбиновани одговор за одређену групу микотоксина (нпр. афлатоксини B₁, B₂, G₁ и G₂; фумонизини B₁ и B₂) мора се доказати примјењивост те се у област примјене методе морају навести ограничења у погледу испитивања. Не сматра се да се нежељеном унакрсном реактивношћу (нпр. DON-3-глукозид, 3- или 15-ацетил-DON у имунолошким методама испитивања DON-а) повећава проценат лажно негативних резултата у погледу циљних микотоксина, но може доћи до повећања процента лажно сумњивих резултата. Нежељено повећање опада спровођењем потврдне анализе ради једнозначног утврђивања микотоксина и њихове квантификације.

Матрице:

Почетну валидацију треба урадити за сваки производ, односно, ако је познато да се метода може примјенити на више производа, за сваку групу производа. У потоњем случају из те групе одабире се један репрезентативни и релевантни производ (видјети табелу А).

Скуп узорака:

Минималан број различитих узорака који је нужен за спровођење валидације јесте 20 хомогених негативних контролних узорака и 20 хомогених позитивних контролних узорака који садржавају микотоксин у оријентационој циљној концентрацији, а који се анализира при условима средње прецизности (RSD_{R_i}) током пет различитих дана. Друга опција је могућност додавања скупу за валидацију додатног скупа од 20 узорака који садржавају другачије количине микотоксина ради добијања увида у то у којој мјери се методом могу разликовати различите концентрације микотоксина.

Концентрација:

У погледу сваке оријентационе циљне концентрације коју треба употребљавати за рутинску примјену мора се спровести валидација.

4.3.2.3.2. Почетна валидација међулабораторијским испитивањем

Валидација међулабораторијским испитивањем врши се у складу са међународно признатим протоколом о међулабораторијским испитивањима (нпр. ISO 5725:1994 или IUPAC - Међународно усклађени протокол) на основу којег се захтијева укључивање важећих података из најмање осам различитих лабораторија. Осим тога, једина разлика у односу на валидацију у једној лабораторији огледа се у томе да се ≥ 20 узорака по производу/количини може уједначено подијелити 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 слијених узорака

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

Оријентационе методе код којих је одговор пропорционалан концентрацији микотоксина

На оријентационе методе код којих је одговор пропорционалан концентрацији микотоксина примјењује се следеће:

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

R_{STC} = средњи одговор позитивних контролних узорака (при оријентационој циљној концентрацији)

t-вриједност: једносмјерна t-вриједност код којих је постотак лажно негативних резултата 5 % (видјети табелу Б)

SD_{STC} = стандардна девијација оријентационих метода код којих је одговор обрнуто пропорционалан концентрацији микотоксина

Слично томе, за оријентационе методе код којих је одговор обрнуто пропорционалан концентрацији микотоксина гранична вриједност одређује се као:

$$\text{Гранична вриједност} = R_{STC} + t\text{-вриједност}_{0,05} * SD_{STC}$$

Примјеном ове специфичне t-вриједности ради утврђивања граничне вриједности унапријед је задат проценат лажно негативних резултата и износи 5%.

Оцјена спремности за сврху

Резултати добијени на основу негативних контролних узорака употребљавају се за процјену одговарајућег процента лажно сумњивих резултата. Т-вриједност се израчунава у случају кад је резултат негативног контролног узорка већи од граничне вриједности те је тако погрешно разврстан као сумњив.

t-вриједност = (гранична вриједност - средња вриједност_{слијена проба})/SD_{слијена проба} за оријентационе методе код којих је одговор пропорционалан концентрацији микотоксина

или
t-вриједност = (средња вриједност_{слијена проба} - гранична вриједност)/SD_{слијена проба} за оријентационе методе код којих је одговор обрнуто пропорционалан концентрацији микотоксина

Из добијене t-вриједности, на основу степена слободе израчунаних из бројних експеримената, може се израчунати могућност појаве лажно сумњивих узорака за једносмјерну расподелу (нпр. функција прорачунске табеле „TDIST“) или преузети из табеле t-расподјеле.

Одговарајућом вриједношћу једносмјерне t-расподјеле одређује се проценат лажно сумњивих резултата.

Овај концепт је детаљно описан уз навођење примјера у часопису *Analytical and Bioanalytical Chemistry DOI 10.1007/s00216-013-6922-1*.

4.3.2.5. Проширење области примјене методе**4.3.2.5.1. Проширење области примјене на друге микотоксине:**

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

4.3.2.5.2. Проширење на друге производе

Ако је оријентациона метода позната или се очекује да ће бити примјењива на друге производе, провјерава се поузданост њене примјене на те друге производе. Све док нови производ припада групи производа (видјети табелу А) за коју је већ извршена почетна валидација, довољно је извршити додатну ограничену валидацију. За то је потребно анализирати минимално 10 хомогених негативних и 10 хомогених позитивних контролних узорака (при оријентационој циљној концентрацији), уз услове средње прецизности. Позитивни су контролни узорци изнад граничне вриједности. Ако се не испуни овај критеријум, неопходно је обавити потпуну валидацију.

4.3.2.6. Провјера метода које су већ валидиране међулабораторијским испитивањима

У погледу оријентационих метода које су већ успјешно валидиране међулабораторијским испитивањима провјерава се њихова ефикасност. За то је потребно анализирати минимално шест негативних контролних и шест позитивних контролних узорака (при оријентационој циљној концентрацији). Позитивни су контролни узорци изнад граничне вриједности. Ако се не испуни овај критеријум, лабораторија мора урадити анализу основног узрока како би утврдио разлог због којег не могу задовољити спецификације које су добијене међулабораторијским испитивањем. Тек након предузимања поправних радњи у сопственој лабораторији поново се провјерава ефикасност методе. У случају да лабораторија није у могућности да провјери резултате међулабораторијског испитивања, треба да утврди своје граничне вриједности спроводећи цјеловиту валидацију у једној лабораторији.

4.3.2.7. Постојана провјера методе/непрекидна валидација методе

Након почетне валидације додатни подаци о валидацији добијају се укључењем најмање два позитивна контролна узорка у сваку серију узорака који се провјеравају. Један позитивни контролни узорак је познат узорак (нпр. један коришћен током почетне валидације), други је од различитог производа из исте групе производа (у случају кад се анализира само један производ, употребљава се други узорак тог производа). Не постоји обавеза укључивања негативног контролног узорка. Резултати добијени за два позитивна контролна узорка додају се постојећем скупу за валидацију.

Најмање једном годишње поново се утврђује гранична вриједност, а поузданост методе поново се оцјењује. Постојана провјера методе служи различитим сврхама:

- контроли квалитета серије узорака која се провјерава,
- достављању података о отпорности методе при условима у лабораторији која примјењује методу,
- оправданости примјењивости методе на различите производе,
- допуштању прилагођавања граничних вриједности у случају поступних одступања током времена.

4.3.2.8. Извјештај о валидацији

Извјештај о валидацији садржи:

- изјаву о оријентационој циљној концентрацији (STC),
- изјаву о добијеној граничној вриједности,

Напомена: Гранична вриједност мора имати једнак број значајних знаменки као и STC. Нумеричке вриједности које се употребљавају за израчун граничне вриједности морају имати најмање једну значајну цифру више од STC-а.

- изјаву о израчунатом проценту лажно сумњивих резултата,
- изјаву о начину добијања процента лажно сумњивих резултата.

Напомена: Изјавом о израчунатом проценту лажно сумњивих резултата назначаваче се да ли је метода спремна за сврху с обзиром на то да назначаваче број слијепих (или низак ниво контаминације) узорака који подлијежу провјери.

Табела А

Групе производа у поређењу с којима се вреднују оријентационе методе

Групе производа	Категорије производа	Типични репрезентативни производи обухваћени категоријом
Висок удιο воде	Воћни сокови	Сок од јабуке, сок од грожђа
	Алкохолна пића	Вино, пиво, јабуковача
	Корјенасто и гомољасто поврће	Свјежи ђумбир
Висок удιο масти	Житарице или воћни пире	Пире за дојенчад и малу дјецу
	Орашати плодови	Орах, љешник, кестен
	Уљарице и њихови производи	Уљана репица, сунцокрет, памуково сјеме, соја, кикирики, еусам итд.
Висок удιο скроба и/или протеина те низак удιο воде и масти	Уљасто воће и њихови производи	Уља и пасте (нпр. маслац од кикирикија, тахина)
	Зрна житарица и њихови производи	Пшеница, раж, јечам, кукуруз, пиринач, зоб Интегрални хљеб, хљеб од бијелог брашна, крекери, житарице за доручак, тјестенина
Висок удιο киселине и висок удιο воде (2)	Производи за посебне медицинске потребе	Суви прашчи за припрему хране за дојенчад и малу дјецу
	Цитрусни производи	

„Компликовани или јединствени производи“ (2)		Какао и његови производи, копра и њени производи, кафа, чај Зачини, сладић
Висок удιο шећера, низак удιο воде	Сушено воће	Смокве, грожђице (од бијелог грожђа, од бијелог грожђа без сјеменки, од црног грожђа без сјеменки)
Млијеко и млијечни производи	Млијеко	Кравље, козје и бивоље млијеко
	Сир	Крављи, козји сир
	Млијечне прерађевине (нпр. млијеко у праху)	Јогурт, павлака

Табела Б

Једносмјерна т-вриједност за постотак лажно негативних резултата од 5%

Степени слободе	Број понављања	т-вриједност (5%)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. Захтјеви у погледу квалитативних оријентационих метода (методе које не дају нумеричке вриједности)

Израдом смјерница за валидацију бинарних испитних метода тренутно се баве разна тијела за нормизацију (нпр. AOAC, ISO). Недавно је AOAC о овој теми припремио смјернице. Тај документ може се сматрати најновијим важећим документом у тој области. Стога методе које дају бинарне резултате (нпр. визуелни преглед биохемијске траке за тестирање) треба валидирати у складу с тим смјерницама ¹.

4.4. Пројена мјерне несигурности, израчун искоришћења и извјештавање о резултатима (4)

4.4.1. Потврдне методе

Резултат анализе мора се приказати на следећи начин:

- с корекцијом за искоришћење, при чему се наводи ниво искоришћења. Корекција за искоришћење није потребна ако је проценат искоришћења од 90% до 110%;
- као $x \pm U$, при чему је x резултат анализе, а U проширена мјерна несигурност уз употребу фактора покривања 2, чиме се постиже ниво поузданости од око 95%.

За храну животињског поријекла, узимање у обзир мјерне несигурности може се спровести и утврђивањем границе одлучивања ($CC\alpha$) у складу са Правилником о

¹ http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

спровођењу аналитичких метода и тумачењу резултата ("Службени гласник БиХ", број 95/10). (- у случају супстанце са утврђеном дозвољеном границом).

Међутим, ако је резултат анализе знатно (> 50%) нижи од највећег нивоа или много виши од највећег нивоа (тј. више од 5 пута већи од највећег нивоа) и уз услов да су коришћени примјерени поступци за обезбјеђивање квалитета, а сврха анализе је само провјера усклађености са законским одредбама, резултат анализе може се приказати без корекције за искоришћење и у тим случајевима се корекција за искоришћење и мјерна несигурност могу изоставити.

Тренутна правила тумачења резултата анализе с обзиром на прихватање или одбацивање серије примјењују се на аналитички резултат добијен на узорку за службену контролу. У случају анализе у сврху одбране или арбитраже, примјењују се посебна правила.

4.4.2. Оријентационе методе

Резултат оријентационе методе исказује се тако да је узорак усклађен или да постоји сумња о његовој неусклађености.

'Сумња о неусклађености' значи да узорак прелази граничну вриједност те може садржавати веће количине микотоксина него STC. У случају сумњивог резултата покреће се потврдна анализа ради једнозначног утврђивања микотоксина и његове квантификације.

'Усклађен' значи да је удио микотоксина у узорку < STC са 95-постотном сигурношћу (тј. постоји 5-постотна могућност да су узорци нетачно приказани као негативни). Резултат анализе приказује се као '< нивоа STC-а', при чему је ниво STC-а наведен.

(¹) Сматра се да у узорцима нема анализата ако количина присутна у узорку не прелази више од једне петине оријентационе циљне концентрације (STC). Ако је могуће квантификовати количину помоћу потврдне методе, мора се у обзир узети количина ради оцјене валидације.

(²) Ако се током екстракције за стабилизацију рН промјена употребљава пуферски раствор, могуће је припојити ову групу производа једној групи производа 'Висок удио воде'.

(³) 'Компликоване или јединствене производе' треба потпуно валидирати само ако се често анализирају. Ако се само повремено анализирају, валидација се може свести на провјеру нивоа извјештавања уз примјену обогаћених екстраката слијепе пробе.

(⁴) Више појединости о поступцима за процјену мјерне несигурности и поступцима за оцјену искоришћења може се пронаћи у Извјештају о односу између аналитичких резултата, мјерне несигурности, фактора искоришћења и одредаба законодавства ЕУ о храни и храни за животиње' - http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

Члан 8.

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у "Службеном гласнику БиХ".

СМ број 173/17
22. јуна 2017. године
Сарајево

Председавајући
Савјета министара БиХ
Др **Денис Звиздић**, с. р.

На основу члана 17. став 3. и члана 72. Закона о храни ("Службени гласник БиХ", број 50/04) и члана 17. Закона о Вијећу министара Босне и Херцеговине ("Службени гласник БиХ", бр. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 и 24/08), Вијеће министара Босне и Херцеговине, на приједлог Агенције за сигурност хране Босне и Херцеговине, у сарадњи с надлежним органима ентитета и Брчко Дистрикта Босне и Херцеговине, на 106. сједници одржаног 22. јуна 2017. године, донијело је

PRAVILNIK O IZMJENAMA I DOPUNAMA PRAVILNIKA O METODAMA UZORKOVANJA I ANALIZA ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINE MIKOTOKSINA U HRANI

Члан 1.

У Правилнику о методима узorkовања и анализа за службену контролу количине микотоксина у храни ("Службени гласник БиХ", бр. 37/09 и 68/12), у Анексу I. таčki 2.2., табела 1. замjenjuje се табелом:

" *Табела 1. Подјела серија на подсерије зависно од производа и масе серије*

Производ	Тежина серије (tone)	Тежина или број подсерија	Нема појединачних узорака	Тежина групног узорака (u kg)
Џитарике и производи од ѓитарика	> 300 i < 1 500	3 подсерије	100	10
	≥ 50 i ≤ 300	100 тона	100	10
	< 50	–	3–100 ¹	1–10

Члан 2.

У Анексу I. у таčki 2.3. на крају друге аlineје додаје се текст:

"За серије > 500 тона број појединачних узорака предвиђен је у таčki 12.2. Анекса I."

Fusnota (¹) мијенја се и гласи:

" (¹) Узorkовање тих серија изводи се у складу с правилима утврђеним у дијелу L. Смјернице за узorkовање великих серија наводе се у смјерницама које су доступне на слjедећем линку: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guida-nce-sampling-final.pdf>

Правила узorkовања, која у складу с BAS EN ISO 24333:2011 или правилима узorkовања GAFTA-e бр. 124 примjenjuju субјекти у пословању с храном како би осигурали усклађеност с одредбама у законодавству, идићна су правилима узorkовања утврђеним у дијелу L.

У погледу узorkовања серија на присуство тoксина *Fusarium* пљисни, правила узorkовања, која у складу с EN ISO 24333:2009 или правилима узorkовања GAFTA-e бр. 124 примjenjuju субјекти у пословању с храном како би осигурали усклађеност с одредбама у законодавству, идићна су правилима узorkовања утврђеним у дијелу B."

Члан 3.

У Анексу I. у таčki 4.2. након прве рећенице додаје се текст:

"Oва метода узorkовања примjenjuje се и на службену контролу максимално дозвољених количина прописаних за оhrатоксин A, аflatоксин B1 и укупне аflatоксине у зачинима чије су честике релативно велике (величина честика упоређива с кикирикјем или већа, нпр. мушкатни орашчић)."

Члан 4.

У Анексу I. у таčki 5. прва рећеница замjenjuje се текстом: "Oва метода узorkовања примjenjuje се на службену контролу максимално дозвољених количина прописаних за оhrатоксин A, аflatоксин B1 и укупне аflatоксине у зачинима, осим у случајевима зачина чије су честике релативно велике (heterогена дистрибуција контаминације микотоксином)."

Члан 5.

У Анексу I. у таčki 9. наслов и прва рећеница замjenjuju се текстом:

¹ Зависно од тежине серије – видјети табелу 2;