

DIO A METODE UZORKOVANJA

A.1. OPŠTE ODREDBE

A.1.1. Materijal koji se uzorkuje

Svaka partija ili podpartija koja se ispituje se uzorkuje zasebno.

A.1.2. Pojedinačni uzorci

Koliko god je to moguće, pojedinačni uzorci uzimaju se na različitim mjestima raspoređenim po cijeloj partiji ili podpartiji. Svako odstupanje od ove procedure evidentira se u zapisniku koji se vodi u skladu sa tačkom A.1.6.

A.1.3. Priprema zbirnog uzorka

Zbirni uzorak se formira kombinovanjem pojedinačnih uzoraka. Njegova masa iznosi najmanje 1 kilogram ili 1 litar, osim ako to nije izvodljivo, na primjer kada je uzorkovana pojedinačna ambalažna jedinica ili kada proizvod ima veoma visoku komercijalnu vrijednost.

A.1.4. Duplikat uzorka

U slučaju kada se uzimaju duplikati uzorka za potrebe sprovođenja kontrole, odbrane ili referentnih analiza, ti duplikati se uzimaju iz homogenizovanog zbirnog uzorka, osim ako takva procedura nije u skladu sa propisima koji se odnose na prava subjekta u poslovanju hranom.

A.1.5. Mjere opreza

Tokom uzorkovanja i pripreme uzoraka preduzimaju se mjere opreza kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi mogle uticati na sadržaj PFAS jedinjenja ili negativno uticati na analitičko određivanje ili učiniti zbirne uzorke nereprezentativnim.

Lice odgovorno za uzorkovanje preduzima sledeće mjere:

(a) ne smije nositi odjeću ili rukavice koje sadrže obloge od fluoropolimera ili koje su tretirane PFAS jedinjenjima radi poboljšanja otpornosti na vodu i mrlje;

(b) ne smije koristiti proizvode koji sadrže PFAS jedinjenja, kao što su hidratantne kreme, kozmetika, kreme za ruke, kreme za sunčanje i slični proizvodi na dan uzorkovanja.

Materijali korišćeni tokom uzorkovanja, skladištenja i transporta uzoraka treba da su bez PFAS jedinjenja. Uzorak ne smije doći u kontakt sa materijalima kao što su daske za sječenje, posude za uzorkovanje i obloge poklopaca posuda izrađene od politetrafluoroetilena (PTFE ili teflon), poliviniliden fluorida (PVDF) ili drugih fluoropolimera. Treba izbjegavati kontakt sa svim drugim materijalima koji sadrže PFAS jedinjenja.

A.1.6. Zatvaranje i obilježavanje uzoraka

Svaki uzorak treba da je zatvoren (zapečaćen) na mjestu uzorkovanja i obilježen u skladu sa propisima.

O svakom uzorkovanju void se zapisnik, koji omogućava jednoznačnu identifikaciju svakog uzorka, sa datumom i mjestom uzorkovanja, kao i svim dodatnim informacijama koje mogu biti od pomoći pri tumačenju rezultata.

A.1.7. Pakovanje i transport uzoraka

Svaki uzorak treba da je smješten u čistu posudu, inertnu, izrađenu od polipropilena, polietilena ili drugog materijala bez PFAS jedinjenja, radi očuvanja integriteta uzorka i obezbjeđivanja

odgovarajuće zaštite od kontaminacije, gubitka analita adsorpcijom na unutrašnje zidove posude i oštećenja tokom transporta.

Upotreba staklenih posuda nije dozvoljena.

Potrebno je preduzeti sve mjere kako bi se izbjegle promjene u sastavu uzorka koje mogu nastati tokom transporta ili skladištenja.

A.2. PLANOVI UZORKOVANJA

A.2.1. Podjela partija na podpartije

Velike partije se dijele na podpartije pod uslovom da se podpartije mogu fizički razdvojiti.

Za proizvode kojima se trguje u velikim rasutim pošiljkama (npr. biljna ulja) primenjuje se Tabela 1, a za ostale proizvode primenjuje se Tabela 2.

Uzimajući u obzir da masa partije nije uvijek tačan višekratnik mase podpartije, masa podpartije može premašiti navedenu masu najviše za 20 %.

Tabela 1: Podjela partija na podpartije za proizvode kojima se trguje u rasutim pošiljkama

Masa partije (tona)	Masa ili broj podpartija
$\geq 1\ 500$	500 tona
> 300 i $< 1\ 500$	3 podpartije
≥ 100 i ≤ 300	100 tona
< 100	—

Tabela 2: Podjela partija na podpartije za proizvode kojima se ne trguje u rasutim pošiljkama

Masa partije (tona)	Masa ili broj podpartija
≥ 15	15–30 tona
< 15	—

A.2.2. Broj pojedinačnih uzoraka

Minimalan broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz partije ili podpartije naveden je u Tabelama 3 i 4 ovog priloga.

U slučaju rasutih tečnih proizvoda, partija ili podpartija se, koliko god je to moguće i ukoliko to ne utiče na kvalitet proizvoda, temeljno miješa ručno ili mehanički neposredno prije uzorkovanja.

U tom slučaju se pretpostavlja homogena raspodjela kontaminenata u datoj partiji ili podpartiji, a broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz partije ili podpartije radi formiranja zbirnog uzorka iznosi tri (3).

Kada se partija ili podpartija sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica, broj pakovanja ili jedinica (tj. pojedinačnih uzoraka) koji se uzimaju za formiranje zbirnog uzorka određen je u skladu sa Tabelom 4 ovog priloga.

Pojedinačni uzorci treba da su uporedive mase ili zapremine. Masa ili zapremina pojedinačnog uzorka treba da je najmanje 100 grama ili 100 mililitara, što daje zbirni uzorak mase/zapremine od približno 1 kilogram ili 1 litar, a ako to nije moguće, primenjuju se odredbe tačke A.2.6.

Tabela 3: Minimalan broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz partije ili podpartije hrane kada se partija ne sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica hrane

Masa ili zapremina partije/podpartije (u kilogramima ili litrima)	Minimalan broj pojedinačnih uzoraka
< 50	3
≥ 50 i ≤ 500	5
> 500	10

Tabela 4: Broj pakovanja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzimaju za formiranje zbirnog uzorka kada se partija ili podpartija sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica hrane

Broj pakovanja ili jedinica u partiji/podpartiji	Broj pakovanja ili jedinica koji se uzimaju
≤ 25	najmanje 1 pakovanje ili jedinica
26–100	oko 5 %, najmanje 2 pakovanja ili jedinice
> 100	oko 5 %, najviše 10 pakovanja ili jedinica

A.2.3. Posebne odredbe za uzorkovanje partija koje sadrže cijelu ribu uporedive veličine ili težine

Broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz partije naveden je u Tabeli 3 ovog priloga.

Zbirni uzorak koji objedinjuje sve pojedinačne uzorke koji treba da teže najmanje 1 kilogram (vidjeti tačku A.1.3). Kada partija koja se uzorkuje sadrži manju ribu (pojedinačna riba teži manje od 1 kilograma), cijela riba se uzima kao pojedinačni uzorak za formiranje zbirnog uzorka. Ako zbirni uzorak time teži više od 3 kilograma, pojedinačni uzorci mogu se sastojati od srednjih djelova ribe, pri čemu svaki dio treba da teži najmanje 100 grama, a svi zajedno čine zbirni uzorak. Za homogenizaciju uzorka koristi se cijeli dio ribe na koji se odnosi maksimalni dozvoljeni nivo kontaminanata.

Srednji dio ribe nalazi se u težišnoj zoni, koja se u većini slučajeva nalazi kod leđnog peraja (ako ga riba ima) ili na polovini rastojanja između otvora škrge i anusa.

Kada partija sadrži veću ribu (pojedinačna riba teži ≥ 1 kg), pojedinačni uzorak čini srednji dio ribe. Svaki pojedinačni uzorak treba da teži najmanje 100 grama. Za ribu srednje veličine (≥ 1 kg i < 6 kg), pojedinačni uzorak uzima se kao poprečni odrezak ribe, od kičme do stomaka, u srednjem dijelu tijela. Za veoma veliku ribu (≥ 6 kg), pojedinačni uzorak uzima se iz dorso-lateralnog mišićnog mesa sa desne strane ribe (gledano sprema), u srednjem dijelu tijela.

Ako bi uzimanje takvog dijela prouzrokovalo značajnu ekonomsku štetu, može se smatrati dovoljnim uzimanje tri pojedinačna uzorka mase od najmanje 350 grama svaki, nezavisno od veličine partije. Alternativno, može se uzeti po tri pojedinačna uzorka mase od najmanje 350 grama svaki, sastavljena od jednakih djelova (po 175 grama) mišićnog mesa blizu repnog dijela i glavnog dijela svake ribe; i to se smatra dovoljnim nezavisno od veličine partije.

A.2.4. Posebne odredbe za uzorkovanje partija ribe koje sadrže cijele ribe različite veličine ili težine

Primjenjuju se odredbe iz tačke A.2.3.

Ako je u partiji pretežno određena klasa veličine ili težine (otprilike 80 % ili više od ukupne količine), uzorak se uzima od ribe sa tom pretežnom veličinom ili težinom. Takav uzorak se smatra reprezentativnim za cijelu partiju.

Ako nema dominantne klase veličine ili težine, obezbjeđuje se da izabrane ribe za uzorak budu reprezentativne za partiju.

Posebna uputstva za takve slučajeve data su u dokumentu: Uputstvo za uzorkovanje cijele ribe različite veličine i/ili težine (*Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight*)¹.

A.2.5. Posebne odredbe za uzorkovanje kopnenih životinja

Za meso i iznutrice svinja, goveda, ovaca, koza i konja, uzima se uzorak mase 1 kilogram od najmanje jedne životinje. Ako nije moguće uzeti uzorak mase 1 kilogram od jedne životinje, uzimaju se jednake količine uzoraka od više životinja kako bi se dobila ukupna količina uzorka od 1 kilogram.

¹ https://ec.europa.eu/food/system/files/2022-05/cs_contaminants_sampling_guid-samp-fishes.pdf

Za meso živine, uzimaju se jednake količine uzoraka od najmanje tri jedinke kako bi se dobio zbirni uzorak mase 1 kilogram. Za iznutrice živine, uzimaju se jednake količine uzoraka od najmanje tri jedinke kako bi se dobio zbirni uzorak mase 300 grama.

Za meso i iznutrice uzgojene divljači i divljih kopnenih životinja, uzima se uzorak mase 300 grama od najmanje jedne životinje. Ako nije moguće uzeti uzorak mase 300 grama od jedne životinje, uzimaju se jednake količine uzoraka od više životinja kako bi se dobila ukupna količina uzorka od 300 grama.

A.2.6. Alternativne metode uzorkovanja

Kada nije moguće sprovesti uzorkovanje prema metodologiji utvrđenoj u tački A.2, zbog neprihvatljivih komercijalnih posljedica (npr. zbog oblika pakovanja ili oštećenja partije), ili kada je to praktično neizvodljivo, može se primjeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uslovom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu partiju ili podpartiju i da je potpuno dokumentovana.

Ova činjenica se bilježi u zapisniku o uzorkovanju u skladu sa tačkom A.1.6.

A.2.7. Uzorkovanje u maloprodajnoj fazi

Uzorkovanje prehrambenih proizvoda u maloprodajnoj fazi sprovodi se, kad god je to moguće, u skladu sa odredbama tačke A.2. Kada to nije moguće, može se primjeniti alternativna metoda uzorkovanja na maloprodajnom nivou, pod uslovom da obezbeđuje dovoljnu reprezentativnost za uzorkovanu partiju ili podpartiju.

DIO B

PRIPREMA UZORAKA I ANALIZA

B.1. Standardi kvaliteta laboratorija

Potrebno je slijediti principe opisane u **Vodiču EURL o analitičkim parametrima za određivanje per- i polifluoroalkilnih supstanci (PFAS) u hrani i hrani za životinje**².

B.2. Priprema uzoraka

B.2.1. Opšti zahtjevi

Osnovni zahtjev jeste da se dobije reprezentativan i homogen laboratorijski uzorak, bez unošenja sekundarne kontaminacije. Kompletan zbirni uzorak koji primi laboratorija se fino samlje (gde je primjenljivo) i temeljno izmiješa postupkom kojim se postiže potpuna homogenizacija.

Za proizvode osim ribe, sav materijal uzorka koji primi laboratorija, a na koji se primenjuje maksimalni nivo kontaminanata se homogenizuje i koristi za pripremu laboratorijskog uzorka.

Za ribu, sav materijal uzorka koji primi laboratorija, a na koji se primenjuje maksimalni nivo kontaminanata se homogenizuje, a zatim se iz homogenizovanog zbirnog uzorka uzima reprezentativni deo ili količina za pripremu laboratorijskog uzorka.

B.2.2. Posebne procedure i mjere opreza pri pripremi uzoraka

Analitičar u laboratoriji obezbjeđuje da uzorci ne budu kontaminirani tokom pripreme, pridržavajući se mjera opreza navedenih u tački A.1.5.

Pored toga, kad god je to moguće, aparati i oprema koji dolaze u kontakt sa uzorkom ne smiju sadržati PFAS jedinjenja i treba ih zamijeniti djelovima izrađenim, na primjer, od nerđajućeg čelika, polietilena visoke gustine (HDPE) ili polipropilena.

² Dostupno na: https://ec.europa.eu/food/system/files/2022-05/cs_contaminants_sampling_guid-doc-analyt-para_0.pdf

Ova oprema treba da je očišćena vodom, rastvaračima i deterdžentima bez PFAS jedinjenja. Reagensi i ostala oprema korišćeni za analizu i uzorkovanje se kontrolišu kako bi se izbjeglo moguće unošenje ili gubitak PFAS jedinjenja.

Analiza reagenskog slijepog uzorka sprovodi se primjenom cijele analitičke procedure na isti način kao i za ispitivani uzorak. Prilikom pripreme reagenskih slijepih uzoraka, voda se može koristiti umjesto matriksa. Nivoi u reagenskim slijepim uzorcima prate se u svakoj seriji analiziranih uzoraka.

B.3. Metode analize: specifični zahtjevi performansi

Laboratorije mogu izabrati bilo koju validiranu metodu analize za odgovarajuću matricu, pod uslovom da izabrana metoda ispunjava specifične kriterijume performansi navedene u Tabeli 5 ovog priloga.

Treba koristiti potpuno validirane metode (tj. metode validirane putem međulaboratorijskih ispitivanja za odgovarajuću matricu), ili, kada to nije moguće, druge validirane metode (npr. interne, tj. in-house validirane metode za datu matricu), pod uslovom da ispunjavaju kriterijume performansi iz Tabele 5 ovog priloga.

Kada je moguće, validacija internih metoda treba da uključuje korišćenje sertifikovanog referentnog materijala i/ili učestvovanje u međulaboratorijskim studijama.

Tabela 5: Parametri i kriterijumi performansi metoda analize

Parametar	Kriterijum
Primjena	Hrana navedena u Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Selektivnost	Analitičke metode treba da pokazuju sposobnost da pouzdano i dosljedno razdvoje ispitivane analite od drugih koekstrahovanih i potencijalno interferirajućih jedinjenja koja mogu biti prisutna.
Unutar-laboratorijska ponovljivost (posredna preciznost, RSDR)	$\leq 20 \%$
Tačnost (Trueness)	od -20% do $+20 \%$
Granična vrijednost kvantifikacije (LOQ)	LOQ za PFOS, PFOA, PFNA i PFHxS treba da je manji ili jednak maksimalnom nivou propisanom za odgovarajući pojedinačni PFAS. Ispunjenje ovog zahtjeva znači da se ne određuje LOQ za zbirnu koncentraciju PFOS, PFOA, PFNA i PFHxS; zbir se izračunava sabiranjem samo onih koncentracija PFOS, PFOA, PFNA i PFHxS koje su kvantifikovane na ili iznad svojih pojedinačnih LOQ.

DIO C

IZVJEŠTAVANJE I TUMAČENJE REZULTATA

C.1. IZVJEŠTAVANJE

C.1.1. Izražavanje rezultata

Rezultati se izvještavaju kao anjoni i izražavaju u istim jedinicama i sa istim brojem značajnih cifara kao maksimalni nivoi utvrđeni Uredbom (EZ) br. 1881/2006.

Za zbir PFOS, PFOA, PFNA i PFHxS uzimaju se u obzir samo koncentracije koje su na ili iznad LOQ vrijednosti pri izračunavanju zbira.

C.1.2. Mjerna nesigurnost

Analitički rezultat izvještava se u obliku „ $x \pm U$ ”, gdje je:

- a) x – analitički rezultat,

b) U – proširena mjerna nesigurnost, izračunata korišćenjem faktora pokrivanja 2, što odgovara nivou povjerenja od približno 95 % ($U = 2u$).

Za izvještavanje zbirnih parametara i njihovo moguće poređenje sa zakonskim granicama, potrebno je procijeniti i proširenu mjernu nesigurnost za te zbirne parametre.

Za PFAS jedinjenja, ovo se odnosi na:

- zbir PFOS, PFOA, PFNA i PFHxS, i

- ukupni PFOS (ako se računa kao zbir linearnih i razgranatih oblika PFOS).

U ovim slučajevima, kombinovana standardna mjerna nesigurnost („u”) za zbirni parametar računa se kao kvadratni korijen zbira kvadrata pojedinačnih kombinovanih nesigurnosti.

Analitičar treba da se pozove na dokument „Izveštaj o odnosu između analitičkih rezultata, mernih nesigurnosti, faktora oporavka i odredaba zakonodavstva EU o hrani i hrani za životinje”³.

C.2. TUMAČENJE REZULTATA

C.2.1. Prihvatanje partije ili podpartije

Partija ili podpartija se prihvata ako analitički rezultat laboratorijskog uzorka ne prelazi odgovarajući maksimalni nivo utvrđen Uredbom (EZ) br. 1881/2006, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost.

C.2.2. Odbijanje partije ili podpartije

Partija ili podpartija se odbija ako analitički rezultat laboratorijskog uzorka prelazi odgovarajući maksimalni nivo utvrđen Uredbom (EZ) br. 1881/2006, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost.

C.2.3. Primjena

Pravila iz ovog odeljka o tumačenju rezultata primenjuju se na analitičke rezultate dobijene na uzorku koji se koristi za sprovođenje službene kontrole. U slučaju analiza sprovedenih za potrebe odbrane ili referentne svrhe, primenjuju se nacionalni propisi.

³ Dostupno na: https://ec.europa.eu/food/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf