

Дистрикта Босне и Херцеговине, на 106. сједници, одржаној 22. јуна 2017. године, донио је

**ПРАВИЛНИК
О МЕТОДАМА УЗОРКОВАЊА И АНАЛИТИЧКИМ
МЕТОДАМА ЗА КОНТРОЛУ КОЛИЧИНА
ДИОКСИНА, ДИОКСИНИМА СЛИЧНИХ РСВ-а И
РСВ-а КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ ДИОКСИНУ У
ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ**

ДИО ПРВИ - ОПШТЕ ОДРЕДБЕ

Члан 1.

(Предмет)

- (1) Правилником о методама узорковања и аналитичким методама за контролу количина диоксида, диоксинима сличних РСВ-а и РСВ-а који нису слични диоксину у одређеној храни (у даљем тексту: Правилник) прописују се методе узорковања те методе припреме узорка и анализе за које се врше у сврху спровођења службених контрола на присуство диоксида, диоксинима сличних РСВ-а и РСВ-а који нису слични диоксину у одређеној храни, која се помиње у Дијелу 5. Анекса Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни ("Службени гласник БиХ", број 68/14).
- (2) Узорковање за службену контролу количина диоксида, диоксинима сличних РСВ-а и РСВ-а који нису слични диоксину у одређеној храни наведеној у Дијелу 5. Анекса Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни врши се у складу с методама из Анекса II овог правилника.
- (3) Припрема узорка и анализе за контролу количина диоксида, диоксинима сличних РСВ-а и РСВ-а који нису слични диоксину у одређеној храни наведеној у Дијелу 5. Анекса Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни обављају се у складу с методама из Анекса III овог правилника.
- (4) Анализе за контролу количина РСВ-а који нису слични диоксину у храни наведеној у Дијелу 5. Анекса Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни врше се у складу са захтјевима за методе анализе из Анекса IV овог правилника.
- (5) Праг за покретање истраге ради утврђивања извора контаминације прописан је у Анексу V овог правилника.

Члан 2.

(Анекси)

Анекси I, II, III, IV и V саставни су дио овог правилника.

ДИО ДРУГИ - ПРЕЛАЗНЕ И ЗАВРШНЕ ОДРЕДБЕ

Члан 2.

(Престанак важења прописа)

Даном ступања на снагу овог правилника престаје да важи Правилник о методама узорковања и анализе за службену контролу количине диоксида и полихлорованих бифенила сличних диоксинима у храни ("Службени гласник БиХ", број 43/09).

Члан 3.

(Ступање на снагу)

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

СМ број 174/17
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 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

АНЕКС I

ДЕФИНИЦИЈЕ И СКРАЋЕНИЦЕ

I. ДЕФИНИЦИЈЕ

За потребе овог правилника примјењују се дефиниције из Правилника о спровођењу аналитичких метода и тумачењу резултата ("Службени гласник БиХ", број 95/10).

За потребе овог правилника, осим њих, примјењују се сљедеће дефиниције:

- 1.1. "Праг за покретање поступка" је количина дотичне супстанце како је утврђено у Анексу V овог правилника, која захтијева истрагу за откривање извора те супстанце у случајевима када су откривене повећане количине те супстанце.
- 1.2. "Оријентационе методе" су методе употријебљене за одабир оних узорака са нивоима PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а које прелазе максимално дозвољене количине (у даљем тексту: МДК), или прагове за покретање поступка. Оне омогућавају трошковано економичну велику пропусност узорака и тако повећавају могућност за откривање нових инцидента са великом изложеношћу и ризицима за здравље потрошача. Оријентационе методе заснивају се на биоаналитичким и GC/MS методама. Резултати из узорака који прелазе граничну (cut-off) вриједност за провјеру усклађености са МДК провјеравају се пуном поновљеном анализом оригиналног узорка потврдом методом.
- 1.3. "Потврдне методе" су методе које обезбјеђују потпуне или допуске информације које омогућавају недвосмислено откривање и квантификовање МДК PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а, или у случају потребе, прага за покретање поступка. При таквим методама користе се гасна хроматографија и масена спектрометрија високе разлучивости (GC-HRMS) или гасна хроматографија и тандем масена спектрометрија (GC-MS/MS).
- 1.4. "Биоаналитичке методе" су методе које се заснивају на биолошким принципима, као што су хелијске биоанализе, рецепторски или имунолошки тестови. Те методе не дају резултате на нивоу конгенера већ само наводе (2) вриједности TEQ изражене у биоаналитичким еквивалентима (BEQ), с обзиром да сви спојеви присутни у изолату узорка који произведу одговор при испитивању можда не испуњавају све захтјеве принципа TEQ.
- 1.5. "Искоришћење добијено биоанализом" је BEQ количина израчуната из TCDD или PCB 126 калибрационе криве, кориговане за вриједност слијепе пробе и затим подијелене са вриједношћу TEQ одређеном потврдом методом. Том методом покушавају се кориговати фактори као што су губитак PCDD/PCDF и диоксину слични спојеви током екстракције и чишћења, коекстракцијски спојеви који повећавају или смањују одговор (агонистички и антагонистички учинци), квалитет прилагођавања криве или разлике између вриједности TEF и REP. Искоришћење добијено биоанализом израчунава се из одговарајућих референтних узорака који имају репрезентативно распоређене конгенере око МДК или прага за покретање поступка.
- 1.6. "Семиквантитативне методе" су методе које показују приближну концентрацију анализата, а нумерички резултат не испуњава захтјеве квантитативних метода.

- 1.7. "Прихваћена граница квантификације појединога конгенера у узорку" је најмањи удио анализата који се може измјерити са разумном статистичком сигурношћу, који испуњава критеријуме идентификације како су описани у међународно признатим нормама, на примјер у норми BAS EN 16215:2012 (Храна за животиње – одређивање диоксида и диоксину сличних PCB-а помоћу GC/HRMS и PCB индикатора с помоћу GC/HRMS) и/или у методама EPA 1613 и 1668 како су ревидиране.

Граница квантификације појединог конгенера може се одредити као:

- а) концентрација анализата у изолату узорка која даје одговор инструмента на два различита јона, коју треба пратити уз омјер сигнала и шума (сигнал/noise ratio) 3:1 при мање осјетљивом сигналу необрађених података; или, ако из техничких разлога израчун омјер сигнала и шума не осигура поуздане резултате,
- б) тачка најниже концентрације на калибрационој кривој која даје прихватљиво ($\leq 30\%$) и досљедно (мјерено најмање на почетку и на крају аналитичког низа узорака) одступање од просјечног релативног фактора одговора израчунатог за све тачке на калибрационој кривој у свакој серији узорака⁽³⁾.
- 1.8. "Горњи" је појам који захтијева примјену границе квантификације за израчун доприноса сваког појединачног неквантитифи-кованог конгенера.
- 1.9. "Доњи" је појам који захтијева примјену нуле за израчун доприноса сваког појединачног неквантитификованог конгенера.
- 1.10. "Средњи" је појам који захтијева примјену половине границе квантификације за израчун доприноса сваког појединачног неквантитификованог конгенера.
- 1.11. "Серија" је тачно одређена количина хране испоручена једнократно и за коју надлежни инспектор може одредити да има заједничке карактеристике као што су поријекло, врста, врсте паковања, особу која је паковала, пошиљаоца или ознаке. У случају када се ради о риби и риблим производима и величина рибе мора бити упоређива. У случају када величина и/или маса рибе није упоређива у истој пошиљци, пошиљка се може сматрати серијом, али се тада узорковање мора обавити према посебном поступку.
- 1.12. "Подсерија" је одређени дио велике серије на којој се врши узорковање. Свака подсерија мора бити физички одвојена и препознатљива.
- 1.13. "Појединачни узорак" је количина материјала узетог са једног мјеста из серије, односно подсерије.
- 1.14. "Груни узорак" је збир свих појединачних узорака узетих из серије, односно подсерије.
- 1.15. "Лабораторијски узорак" је репрезентативни дио/количина групног узорка намијењен лабораторијској анализи.

II. КОРИШЋЕНЕ СКРАЋЕНИЦЕ

| | |
|-------|---|
| BEQ | биоаналитички еквиваленти |
| GC | гасна хроматографија |
| HRMS | масена спектрометрија високе разлучивости |
| LRMS | масена спектрометрија ниске разлучивости |
| MS/MS | тандем масена спектрометрија |
| PCB | полихлоровани бифенили |

| | |
|------|----------------------------------|
| PCDD | полихлоровани дибензо-п-диоксини |
| PCDF | полихлоровани дибензофурани |
| QC | контрола квалитета |
| REP | релативна ефикасност |
| TEF | фактори еквивалентне токсичности |
| TEQ | токсични еквиваленти |
| TCDD | тетрахлородибензодиоксин |
| U | проширена мјерна несигурност |

(²) Биоаналитичке методе нису специфичне за одређивање спојева конгенера укључених у систем TEF. Други структурно повезани спојеви који се вежу на рецептор ароматских угљоводоника (AhR) могу бити присутни у изолату узорка што доприноси општем одговору. Стога биоаналитички резултати нису процјена већ више показатељ TEQ вриједности у узорку.

(³) LOQ се израчунава из тачке најниже концентрације узимајући у обзир искоришћење унутрашњих стандарда и унос узорка.

АНЕКС II

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА ЗА СЛУЖБЕНЕ КОНТРОЛЕ КОЛИЧИНА ДИОКСИНА (PCDD/PCDF), ДИОКСИНУ СЛИЧНИХ РСВ-а I РСВ-а КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ ДИОКСИНУ У ПОЈЕДИНОЈ ХРАНИ

I. ОБЛАСТ ПРИМЈЕНЕ

Узорци који су намијењени службеним контролама количина диоксина (PCDD/PCDF), диоксину сличних РСВ-а и РСВ-а који нису слични диоксину, даље у тексту диоксини и РСВ, морају се узимати у храни у складу са методама описанима у овом анексу. Групни узорци добијени на тај начин сматрају се репрезентативним узорцима серије или подсерије из којих су узети. Усаглашеност са МДК-има прописаним Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни успоставља се на основу количина одређених у лабораторијским узорцима.

II. ОПШТЕ ОДРЕДБЕ

1. Особље

Узорковање обавља овлашћена особа.

2. Материјал за узорковање

Свака серија коју треба испитати узоркује се одвојено.

3. Мјере предострожности које треба предузети

Током узорковања и припреме узорка предузимају се мјере предострожности како би се избјегле све промјене које би могле утицати на садржај диоксина и РСВ-а, штетно дјеловати на аналитичко одређивање или групни узорак учинити нерепрезентативним.

4. Појединачни узорци

Што је више могуће, појединачни узорци се узимају на различитим мјестима раздијељеним унутар серије или подсерије. Одступање од овог поступка мора се забиљежити у евиденцији предвиђеној у тачки II.8. овог анекса.

5. Припрема групног узорка

Групни узорак састављен је обједињавањем свих појединачних узорка. Мора имати најмање 1 кг, осим ако то није могуће, нпр. ако се узоркује једно паковање или ако производ има високу комерцијалну вриједност.

6. Поновљени узорци

Поновљени узорци због спровођења службене контроле, судских спорова и референтних наmjена морају се узимати из хомогенизованог групног узорка. Количина лабораторијског узорка за потребе спровођења контрола мора бити довољна да се омогући најмање двострука анализа.

7. Паковање и достављање узорка

Сваки узорак ставља се у чист, инертан контејнер који пружа одговарајућу заштиту од загађења, губитка анализа адсорпцијом на зидове контејнера те од оштећења током достављања. Предузимају се све мјере опреза како би се избјегле промјене у саставу узорка до којих би могло доћи током достављања или складиштења.

8. Печаћење и означавање узорка

Сваки узорак узет за службене потребе службено се печати на мјесту узорковања и обиљежава у складу са важећим прописима.

О сваком узорковању саставља се записник који омогућава јасно препознавање сваке серије, а садржи податке о времену и мјесту узорковања те остале додатне податке који могу послужити аналитичару.

III. ПЛАН УЗОРКОВАЊА

Метода узорковања која се користи мора осигурати репрезентативност групног узорка за (под)серију која се контролише.

1. Подјела серија у подсерије

Велике серије дијеле се на подсерије под условом да се подсерије могу физички одвојити. За производе који се у промету налазе у великим расутиим пошиљкама (нпр. биљно уље) примјењује се табела 1. За остале производе примјењује се табела 2. Узимајући у обзир да маса серије не представља увијек тачан производ масе и броја узорка из подсерије, маса подсерије може одступати за највише 20%.

Табела 1.

Подјела серија на подсерије за производе који се продају у расутиим пошиљкама

| Маса серија (тона) | Маса или број подсерије |
|--------------------|-------------------------|
| ≥ 1 500 | 500 тона |
| > 300 и < 1 500 | 3 подсерије |
| ≥ 50 и < 300 | 100 тона |
| < 50 | — |

Табела 2.

Подјела серија на подсерије за остале производе

| Маса серија (тона) | Маса или број подсерије |
|--------------------|-------------------------|
| ≥ 15 | 15-30 тона |
| < 15 | — |

2. Број појединачних узорка

Групни узорак који обједињава све појединачне узорке не смије бити мањи од 1 кг у складу са тачком II.5. овог анекса.

Најмањи број појединачних узорка који се узима из серије или подсерија приказан је у табелама 3. и 4.

У случају да се ради о течним производима у расутој пошиљци, серија или подсерија морају се добро промијешати ручно или механичким средствима до мјере до које то неће утицати на квалитет производа непосредно прије узорковања. У том случају претпоставља се да ће се контаминанти равномерно распоредити у цијелој серији или подсерији. Стога је за групни узорак довољно узети три појединачна узорка из серије односно подсерије.

Појединачни узорци треба да буду подједнаке масе. Маса појединачних узорка не смије бити мања од 100 г.

Одступање од оваквог поступка мора се навести у записнику из тачке II.8. овог анекса. У складу с одредбама Одлуке о праћењу резидуа и других материја у живим животињама и производима животињског поријекла ("Службени гласник БиХ", број 1/04, 40/09 и 44/11), групни узорак за кокошја јаја је најмање 12 јаја (за непаковане

серије, као и за серије које се састоје од појединачних паковања примјењују се табеле 3. и 4).

Табела 3.

Најмањи број појединачних узорака који се узимају из серије или подсерије

| Маса или волумен серије/подсерије (у кг или литрама) | Најмањи број појединачних узорака које треба узети |
|--|--|
| < 50 | 3 |
| 50 до 500 | 5 |
| > 500 | 10 |

Ако се серија или подсерија састоји од појединачних пакирања или јединица, тада је број паковања или јединица који ће се узети за групни узорак наведен у табели 4.

Табела 4.

Број паковања или јединица (појединачних узорака) који се узоркују за групни узорак кад се серија или подсерија састоји од појединачних паковања или јединица

| Број паковања или јединица у серији/подсерији | Број паковања или јединица које треба узети |
|---|---|
| 1 до 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 |

3. Посебне одредбе за узорковање серија које садржавају цијеле рибе подједнаке величине и масе

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

Број појединачних узорака који се узимају из серије утврђен је у табели 3. Групни узорак који обједињава све појединачне узорке не смије бити лакши од 1 кг у складу са тачком П5.

- У случају да серија која се узоркује садржи ситну рибу (риба чија је појединачна маса мања од 1 кг), као појединачни узорак за творбу групног узорака узима се цијела риба. Када тако добијени групни узорак тежи више од 3 кг, појединачни узорци могу бити узети од средине рибе, ако сваки такав узорак, од риба које чине групни узорак, тежи најмање 100 грама. Цијели дио на који се примјењује МДК користи се за хомогенизацију узорака.

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

- Када серија која се узоркује садржи веће рибе (свака риба је тежа од 1 кг), појединачни узорак састоји се од средњег дијела рибе. Сваки појединачни узорак тежи најмање 100 г.

Код риба средње величине (од око 1 до 6 кг) појединачни узорак се одреже у средњем дијелу рибе који се протеже од кичме до трбуха.

Код велике рибе (нпр. теже од 6 кг) узима се појединачни узорак са десне стране (гледано сприједом) дорзо-латералног (одозго и са стране) дијела мишића из средине рибе. У случају када тако узети узорак изазива велики трошак, може се сматрати довољним узимање три појединачна узорка од којих сваки има најмање 350 грама без обзира на величину серије, или алтернативно једнаки дио мишићног меса у близини репа рибе и дио мишићног меса у близини главе исте рибе могу се узети као појединачни

узорак који ће бити репрезентативан за одређивање диоксида у цијелој риби.

4. Узорковање серија риба које се састоје од цијелих риба различите величине и/или масе

- За припрему узорака примјењују се одредбе из тачке П3.
- Када превладава одређена категорија, величина или маса (око 80% серије и више), узорак се узима од риба чија величина или маса превладава. Овакав узорак се сматра репрезентативним за цијелу серију.
- Када не превладава одређена категорија, величина или маса, мора се осигурати да се за узорковање изабери рибе које су репрезентативне за цијелу пошиљку. Посебне упуте за ове случајеве налазе се у Смјерницама за узорковање цијелих риба различитих величина и/или масе (¹).

5. Узорковање у малопродаји

Узорковање хране у малопродаји врши се, ако је могуће, у складу с одредбама тачке П2. овог анекса.

Ако то није могуће, примјењује се друга метода узорковања у малопродаји, под условом да она обезбјеђује довољну репрезентативност узорковане серије или подсерије.

IV. УСАГЛАШЕНОСТ СЕРИЈЕ ИЛИ ПОДСЕРИЈЕ СА СПЕЦИФИКАЦИЈАМА

1. У погледу РСВ-а који нису слични диоксину

Серија се прихвата ако аналитички резултат не прелази МДК за РСВ-е који нису слични диоксину како је прописано у Правилнику о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни узимајући у обзир мјерну несигурност.

Серија није у складу са МДК-ом из Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни ако горњи аналитички резултат потврђен двоструком анализом (²) прелази без сумње МДК узимајући у обзир мјерну несигурност. Средња вриједност два одређивања користи се за провјеру усклађености, узимајући у обзир мјерну несигурност.

Мјерна несигурност може се узети у обзир у складу са једним од следећих приступа:

- израчуном проширене несигурности, користећи фактор покривања 2, чиме се добија поузданост од око 95%. Серија односно подсерија није усаглашена ако је измјерена вриједност умањена за мјерну несигурност (U) изнад утврђене највише дозвољене количине,
- постављањем граничне количине (СС_α) у складу с одредбама Правилника о спровођењу аналитичких метода и тумачењу резултата (примјер супстанце с одређеном дозвољеном количином). Серија или подсерија није усаглашена ако је измјерена вриједност једнака или изнад СС_α.

Горе наведена правила примјењују се на резултате анализе добијене из узорка за службене контроле.

2. У погледу диоксида (PCDD/PCDF) и диоксида сличних РСВ-а

- Серија се прихвата, ако резултат појединачне анализе урађене оријентацијском методом с удјелом лажно усклађених резултата мањим од 5% указује да ниво не прелази дотичне МДК PCDD/PCDF-а и збир PCDD/PCDF-а и диоксида сличних РСВ-а како је прописано Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни;

- урађене потврдом методом не прелази дотичне МДК PCDD/PCDF-а и збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а како је прописано Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

За оријентационе тестове потребно је одредити граничну вриједност за одлуку о усклађености са дотичним МДК-ом одређеним за PCDD/PCDF или за збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а.

Серија није у складу са највећим дозвољеним количинама како су одређене Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни ако горњи аналитички резултат добијен потврдом методом и потврђен двоструком анализом⁽¹⁾ прелази без сумње МДК узимајући у обзир мјерну несигурност. Средња вриједност два одређивања користи се за провјеру усклађености узимајући у обзир мјерну несигурност.

Мјерна несигурност може се узети у обзир у складу са једним од сљедећих приступа:

- израчуном проширене несигурности, користећи фактор покривања 2, чиме се добија поузданост од око 95%. Серија односно подсерија није усаглашена ако је измјерена вриједност умањена за мјерну несигурност (У) изнад МДК. У случају када се одвојено одређују PCDD/PCDF и диоксину слични РСВ-и, тада се користи збир процијењених проширених несигурности за сваки резултат анализе PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а засебно, како би се добио збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а,
- постављањем граничне количине (ССα) у складу са одредбама Правилника о спровођењу аналитичких метода и тумачењу резултата (примјер: супстанце с одређеном дозвољеном количином. Серија или подсерија није усаглашена ако је измјерена вриједност једнака или изнад ССα.

Наведена правила примјењују се на резултате анализе добијене на узорку службене контроле. У случају потребе додатне анализе или референтне потребе, примјењују се посебни прописи.

V. ПРЕЛАЗЕЊЕ ПРАГА ЗА ПОКРЕТАЊЕ ПОСТУПКА

Прагови за покретање поступка представљају алат за одабир узорака у оним случајевима у којима је примјерено утврдити извор контаминације и предузети мјере за њезино смањење или уклањање. Оријентационе методе успостављају одговарајуће граничне вриједности за одабир тих узорака. Мјере потребне за откривање извора и за смањење или уклањање контаминације спровешће се само ако је прелажење прага за покретање поступка потврђено двоструком анализом користећи потврду методу и узимајући у обзир мјерну несигурност⁽²⁾.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/safety/docs/cs_contaminants_catalogue_dioxins_guidance-sampling_exemples-dec2006_en.pdf

⁽²⁾ Двострука анализа је потребна ако резултат првог одређивања, у којем се примјењују потврдне методе примјеном 13С-обилеженог унутрашњег стандарда, за одговарајуће анализе, није усклађен. Двострука анализа је потребна како би се искључила могућност унутрашње узајамне контаминације или случајне замјене узорака. У случају да се анализа изводи у оквиру инцидента контаминације, потврђивање двоструком анализом може се заобићи у случају да су узорци који су одабрани за анализу утврђивањем поријекла повезани с инцидентом контаминације и откривена количина је значајно већа од највеће дозвољене количине.

⁽³⁾ Једнако образложење и захтјеви за двоструку анализу за контролу прагова за покретање поступка као у биљешци 2 за МДК. (*)

АНЕКС III

ПРИПРЕМА УЗОРКА И ЗАХТЈЕВИ ЗА МЕТОДЕ АНАЛИЗЕ КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ ЗА КОНТРОЛУ КОЛИЧИНА ДИОКСИНА (PCDD/PCDF) И ДИОКСИНУ СЛИЧНИХ РСВ-а У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

1. ОБЛАСТ ПРИМЈЕНЕ

Захтјеви из овог анекса примјењују се за службену контролу хране у којој се одређују количина 2,3,7,8-супституираних полихлорованих дибензо-п-диоксина и полихлорованих дибензофурана (PCDD/PCDF) и диоксину и диоксину сличних полихлорованих бифенила (диоксину слични РСВ-и) и за друге регулаторне потребе.

Мониторинг присуства PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а у храни може се обављати помоћу два различита типа аналитичких метода:

а) Оријентационе методе

Циљ оријентационих метода је одабир оних узорака са нивоима PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а које прелазе МДК или праг за покретање поступка. Оријентационе методе требало би да омогуће трошковно економичну велику пропустљивост узорака и тако повећати могућност за откривање нових инцидената са великом изложеношћу и ризицима за здравље потрошача. Осмишљене су тако да се њима избегавају лажно усклађени резултати. Оне могу укључивати биоаналитичке методе и GC/MS методе.

Оријентационим методама упоређују се аналитички резултат са граничном вриједношћу, уз навођење одлуке да или не у погледу могућег прелажења МДК или прага за покретање поступка. Концентрација PCDD/PCDF-а и збир PCDD/F и диоксину сличних РСВ-а у узорцима за које се сумња да су неусаглашени са МДК мора бити одређена/потврђена потврдом методом.

Осим тога, оријентационе методе могу показати нивое PCDD/PCDF и диоксину сличних РСВ-а присутне у узорку. У случају примјене биоаналитичких оријентационих метода резултат се изражава као биоаналитички еквивалент (BEQ), док се у случају примјене физикално-хемијских GC-MS метода изражава као токсични еквиваленти (TEQ). Нумерички наведени резултати оријентационих метода прикладни су за доказивање усклађености или сумње на неусклађеност или прелажења прага за покретање поступка и показују распон нивоа у случају даљег праћења помоћу потврђених метода. Они нису прикладни у сврхе као што су оцјена количине присуства, процјена уноса, праћење временских кретања код количина или поновљена оцјена прагова за покретање поступка и МДК.

б) Потврдне методе

Потврдне методе омогућавају недвосмислено одређивање количине PCDD/PCDF и диоксину сличних РСВ у узорку и обезбјеђују пуну информацију на основу конгенера. Стога те методе омогућавају контролу МДК и прагова за покретање поступка укључујући потврду резултата добијених оријентационим методама. Осим тога резултати се могу користити у друге сврхе као што су одређивање ниских количина присуства код праћења хране, праћење временских кретања, процјена изложености популације и стварање базе података због могуће поновне оцјене прагова за покретање поступка и МДК. Оне су важне и за одређивање узорака конгенера како би се установио извор могуће контаминације. При таквим методама користи се GC-HRMS. За потврђивање усклађености или неусклађености са МДК може се користити и GC-MS/MS.

2. ПОЗАДИНА

За израчун концентрација токсичних еквивалената (TEQ), концентрације појединачних супстанци у датом узорку помноже се са њиховим одговарајућим фактором токсичне еквивалентности (TEF) како га је одредила Свјетска здравствена организација и навела у Додатку овом анексу, а затим саберу како би се добила укупна концентрација диоксину сличних спојева изражених као TEQ.

Оријентационе и потврдне методе могу се користити само за контролу одређене матрице, ако су методе довољно осјетљиве за поуздано откривање количине која достигне ниво МДК или праг за покретање поступка.

3. ЗАХТЈЕВИ ЗА ОБЕЗБЈЕЂИВАЊЕ КВАЛИТЕТА

- Мјере за спречавања узајамног загађења морају се предузети у сваком степену узорковања и анализе.
- Узорци се морају чувати и превозити у контејнерима од стакла, алуминијума, полипропилена или полиетилена који су примјерени за чување и не утичу на садржај PCDD/PCDF и диоксину сличних РСВ-а у узорцима. Трагови папирне прашине морају се уклонити из контејнера.
- Складиштење и превоз морају бити обављени тако да се очува цјеловитост узорка хране.
- Гдје је то примјенљиво, сваки лабораторијски узорак треба ситно самљети и добро промијешати користећи поступак којим се постиже потпуна хомогенизација (нпр. просијавањем самљевеног узорка кроз сито отвора 1 мм); ако је садржај влаге у узорку превисок, узорак се прије мљењења мора осушити.
- Контрола реагенса, стакловине и опреме због могућег утицаја на резултате изражене у TEQ или BEQ од опште је важности.
- Слијепу пробу треба анализирати, спроводећи цијели аналитички поступак али без узорка.
- За биоаналитичке методе врло је важно да су сва стакловина и раствори који се користе у анализи испитани да су слободни од спојева који интерферирају с откривањем циљних спојева у радном распону. Стакловину треба испрати растворима или/и гријати на температурама које су примјерене за отклањање трагова PCDD/PCDF, диоксину сличних спојева те интерферирајућих спојева с њене површине.
- Маса узорка за екстракцију мора бити довољна да се задовоље захтјеви у погледу довољно ниског радног распона укључујући концентрације на нивоу МДК или прагу за покретање поступка.
- Посебни поступци припреме узорка који се користе за дотичне производе морају слиједити међународно признате смјернице.
- Код рибе треба уклонити кожу јер су највише дозвољене количине 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 анализира.

4. ЗАХТЈЕВИ ЗА ЛАБОРАТОРИЈЕ

- У складу с одредбама Правилника о службеним контролама које се спроводе 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), лабораторије акредитују призната тијела која раде у складу са захтјевима ISO Guide 58 како би се обезбиједило да примјењују аналитичко обезбјеђивање квалитета.

Лабораторије се акредитују према норми BAS EN ISO/IEC 17025:2006.

- Способност лабораторија доказује се континуираним успјешним учешћем у међулабораторијским студијама за одређивање PCDD/PCDF и диоксину сличних РСВ у релевантним матрицама хране и распонима концентрација.
- Лабораторије које спроводе оријентационе методе при рутинским контролама узорка морају успоставити уску сарадњу са лабораторијама које спроводе потврдне методе због контроле квалитета, и због потврде аналитичких резултата сумњивих узорка.

5. ОСНОВНИ ЗАХТЈЕВИ ЗА АНАЛИТИЧКЕ ПОСТУПКЕ ЗА ДИОКСИНЕ (PCDD/PCDF) И ДИОКСИНУ СЛИЧНЕ РСВ

5.1. Висока осјетљивост и ниске границе детекције

- За PCDD/PCDF, осјетљивост одређивања мора бити на нивоу пикограма (10^{-15} г) због високе токсичности неких од ових спојева. За већину РСВ конгенера довољна је осјетљивост у подручју нанограма (10^{-9} г). Међутим, за мјерење токсичнијих конгенера диоксину сличних РСВ-а (посебно не-орто супституираних конгенера) доњи дио радног распона мора достићи доње пикограмско подручје (10^{-12} г).

5.2. Висока селективност (специфичност)

- Потребно је разликовати између PCDD, PCDF и диоксину сличних РСВ-а и многобројних других, истовремено екстрахованих и вјероватно интерферирајућих спојева, присутних у концентрацијама које су неколико редова величине веће од концентрација предметних анализата. Код метода гасне хроматографије/масене спектрометрије (GC-MS), неопходно је разликовати између различитих конгенера, нпр. између токсичних (нпр. 17 2,3,7,8-супституираних PCDD/PCDF и 12 диоксину сличних РСВ) и других конгенера.
- Биоаналитичке методе морају моћи открити циљне спојеве као збир PCDD/PCDF и/или диоксину сличних РСВ-а. Циљ чишћења узорка је уклањање спојева који узрокују лажну неусклађеност резултата или спојева који могу смањити одговор и проузроковати лажно усклађене резултате.

5.3. Висока тачност (истинитост и прецизност, очигледно искоришћење при биолошким тестовима)

- Код метода GC/MS одређивање треба обезбиједити ваљану процјену праве концентрације у узорку. Висока тачност (тачност мјерења: подударност између резултата мјерења и стварне или прихваћене референтне вриједности мјерењег) потребна је да би се избјегло одбијање резултата анализе узорка на основу непоуздане процјене резултата TEQ-а. Тачност се изражава као истинитост (разлика између измјерене средње вриједности за аналит у сертификованом материјалу и његове сертификоване вриједности, изражене као проценат ове вриједности) и прецизност (RSD_R релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у условима обновљивости).
- Код биоаналитичких метода потребно је одредити очигледно искоришћење при биолошким тестовима.

5.4. Валидација у распону МДК и опште мјере за контролу квалитета

- Лабораторије морају доказати ефикасност извођења методе у одређеном распону МДК, нпр. $0,5 \times$, $1 \times$ и $2 \times$ већом количином од МДК, са прихватљивом релатив-

ном стандардном девијацијом поновљене анализе током поступка валидације и/или рутинске анализе.

- Редовне слијепе пробе и пробе са додавањем или анализе контролних узорка (ако је доступан, пожељан је сертификовани референтни материјал) спроводе се као мјере унутрашње контроле квалитета. Дијаграми контроле квалитета (QC) за слијепе пробе, пробе са додавањем или анализе контролних узорка биљеже се и провјеравају како би се обезбиједило спровођење анализа у складу са захтјевима.

5.5. Граница одређивања

- За биоаналитичку оријентациону методу, одређивање LOQ није нужно потребно, али је потребно доказати да метода може разликовати слијепу вриједност од граничне вриједности. При одређивању вриједности BEQ одређује се праг извјештавања због поступања с узорцима који дају одговор испод тог нивоа. За праг извјештавања потребно је доказати да се разликује најмање за три пута од поступка са слијепим узорцима с одговором испод радног распона. Стога се израчунава на основу узорака који садрже циљне спојеве близу најниже захтијеваног нивоа, а не из омјера између сигнала и шума или слијепе пробе.
- Граница одређивања (LOQ) за потврдну методу мора бити приближно једна петина највеће дозвољене количине.

5.6. Аналитички критеријуми

- За поуздане резултате потврђених или оријентационих метода морају бити испуњени следећи критеријуми у распону МДК или прага за покретање поступка, за TEQ вриједности односно BEQ вриједности, које се одређују као укупна вриједност TEQ (као зброј PCDD/PCDF и диоксину сличних PCB-а), или одвојено за PCDD/PCDF и диоксину сличне PCB.

| | Оријентационе методе са биоаналитичким или физикално-хемијским методама | Потврдне методе |
|--|---|------------------|
| Учесталост лажно усклађених резултата (%) | < 5 % | |
| Истинитост | | - 20 % до + 20 % |
| Поновљивост (RSD _r) | < 20 % | |
| Интерна лабораторијска обновљивост (RSD _R) | < 25 % | < 15 % |

5.7. Посебни захтјеви за оријентационе методе

- Могу се користити GC/MS методе анализе и биоаналитичке методе. За GC/MS методе примјењују се захтјеви утврђени у тачки 6. овог анекса. За хелијске биоаналитичке методе примјењују се посебни захтјеви утврђени у тачки 7. овог анекса.
- Лабораторије које примјењују оријентационе методе за рутинску контролу узорка морају успоставити уску сарадњу са лабораторијама које примјењују потврдну методу.
- Током рутинске анализе потребно је спровести провјеру могућности оријентационе методе помоћу контроле аналитичке квалитете и сталног вредновања метода. Континуирано се мора примјењивати програм за контролу усклађених резултата.
- Провјера могућег смањења хелијског одговора и цитотоксичности.

20% изолата узорка мјери се у рутинском оријентационом прегледу без и са додатим 2,3,7,8-TCDD који одговара највећој дозвољеној количини или прагу за

покретање поступка како би се провјерило да ли је одговор можда смањен због интерферирајућих супстанци присутних у изолату узорка. Измјерена концентрација узорка са додатком упореди се са збиром концентрација изолата без додатка и концентрације за додавање. Ако је та измјерена концентрација за више од 25% мања од израчунате (збирне) концентрације, то указује на могуће смањење сигнала и тај резултат треба подвргнути потврдној анализи. Резултати се прате на дијаграмима контроле квалитета.

- Контрола квалитета усклађених узорка
Отприлике од 2% до 10% усклађених узорка, зависно од матрице узорка и лабораторијских искустава, биће потврђено.
- Одређивање учесталости лажно усклађених резултата на основу података QC
Одређује се учесталост лажно усклађених резултата добијених оријентационим методама анализе узорка испод и изнад МДК или прага за покретање поступка. Стварна учесталост лажно усклађених резултата мора бити испод 5%.
Након што је најмање 20 потврђених резултата по матрици/групи матрица доступно из контроле квалитета усклађених узорка, доноси се закључци о учесталости лажно усклађених резултата из те базе података. Резултати узорка анализирани прстенастим пробама или током инцидената контаминације који покривају распон концентрације до нпр. 2 × МДК могу се укључити и у минимум од 20 резултата за процјену учесталости лажно усклађених резултата. Узорци морају укључивати најчешће узорке конгенера који представљају различите изворе.

Иако су оријентационе методе усмјерене првенствено на откривање узорка који прелазе праг за покретање поступка, критеријум за одређивање лажно усклађених резултата је МДК, узимајући у обзир мјерну несигурност потврдне методе.

- Могући неусклађени резултати из оријентационе методе морају се увијек провјерити цијелом поновљеном анализом на оригиналном узорку потврдном методом. Ти узорци се могу користити и за процјену учесталости лажно неусклађених резултата. Код оријентационих метода учесталост "лажних неусклађених резултата" је дио резултата за које је потврђено да су усклађени потврдном анализом, док је претходном оријентационом методом анализе за узорак изражена сумња да није усклађен. Међутим, процјена предности оријентационе методе заснива се на поређењу лажно неусклађених резултата с укупним бројем прегледаних узорка. Та учесталост мора бити довољно ниска да је примјена оријентационе методе корисна.
- Биоаналитичке методе морају барем у условима валидације ваљано показати количину TEQ, израчунату и изражену као BEQ.
- И код биоаналитичких метода примијењених у условима поновљивости, интерна лабораторијска поновљивост RSD_r је уобичајено мања него обновљивост RSD_R.

6. ПОСЕБНИ ЗАХТЈЕВИ КОЈЕ МОРАЈУ ИСПУЊАВАТИ МЕТОДЕ GC/MS ЗА ОРИЈЕНТАЦИОНЕ ИЛИ ПОТВРДНЕ МЕТОДЕ

6.1. Прихватљиве разлике између горње и доње границе разина WHO-TEQ

- Разлика између горње и доње границе не смије бити већа од 20 % да би се потврдило прелажење МДК или у случају потребе прелажења прага за покретање поступка.

6.2. Контрола искоришћења

- Додавање (¹³C)-означених 2,3,7,8- хлор супституираних унутрашњих стандарда за PCDF/F и (¹³C)-означених унутрашњих стандарда за диоксину сличне PCB-е је потребно провести на самом почетку методе анализе, на примјер прије екстракције како би се вредновао аналитички поступак. Најмање се мора додати по један конгенер за све тетра до окта-хлороване хомологне групе за PCDD/PCDF и најмање по један конгенер за све хомологне групе за диоксинима сличне PCB-е (односно најмање по један конгенер за сваки изабрани јон у спектрометрији маса која се користи за праћење PCDD/PCDF-а односно диоксинима сличних PCB-а). У случају потврних метода користи се свих 17 (¹³C)-означених 2,3,7,8-хлор супституираних унутрашњих стандарда за PCDD/PCDF-е и свих 12 (¹³C)-означених унутрашњих стандарда за диоксину сличне PCB-е.
- Релативне факторе одговора треба утврдити и за оне конгенере за које се не додаје ниједан (¹³C)-означен аналог, тако што ће се користити одговарајући калибрациони раствори.
- За храну биљног и животињског поријекла која садржи мање од 10% масти, унутрашњи стандарди се обавезно додају прије екстракције. За храну животињског поријекла у којој је удио масти већи од 10%, унутрашњи стандарди се могу додати прије или после екстракције масти. Мора се извршити одговарајуће вредновање ефикасности екстракције, што зависи од тога да ли се додаје унутрашњи стандард прије или након екстракције масти, те о тога да ли се исказују резултати на удио масти у узорку или на цијели узорак.
- Прије GC/MS анализе треба додати 1 или 2 (сурогат) стандарда ради провјере искоришћења.
- Потребно је контролисати искоришћење. За потврдне методе, искоришћење појединачних унутрашњих стандарда мора бити у распону између 60% и 120%. Мање или веће искоришћење за појединачне конгенере, а посебно за неке хепта- и окта-хлороване дибензо-п-диоксине и дибензофуране, прихватљиво је под условом да је њихов допринос TEQ вриједности мањи од 10% укупне TEQ вриједности (добијене на основу збира PCDD/PCDF-а и диоксинима сличних PCB-а). За оријентационе методе GC/MS искоришћење мора бити у распону између 30% и 140%.

6.3. Уклањање интерферирајућих супстанци

- Одвајање PCDD/PCDF од интерферирајућих хлорованих спојева као што су PCB-и који нису слични диоксину и хлоровани дифенил етери врши се помоћу одговарајућих хроматографских техника (најбоље 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).

6.4. Калибрација са стандардном кривом

- Распон калибрационе криве мора обухватати релевантни распон МДК или прагова за покретање поступка.

6.5. Посебни захтјеви за потврдне методе

- За GC-HRMS:
- У HRMS, резолуција је типично већа или једнака 10.000 за цијели масени распон при 10% најмањег размака између двије вршне вриједности једнаког интензитета.

- Испуњавање даљих критеријума за идентификацију и потврђивање како су описани у међународним признатим нормама, на примјер у норми BAS EN 16215:2013 (Храна за животиње – одређивање диоксина и диоксину сличних PCB-а помоћу GC/HRMS и PCB индикатора помоћу GC/HRMS) и/или у методама EPA 1613 и 1668, како су ревидиране.
- За GC-MS/MS:
- Праћење барем два специфична прекурсор јона, свакога с једним посебним одговарајућим прелазним јоном продукта за све означене и неозначене анализе у оквиру анализе.
- Највеће дозвољено одступање релативних интензитета јона од ± 15 % за одабрану транзицију јона продукта у поређењу са израчунатим или измјереним вриједностима (просјек из калибрационих норми), примјењујући идентичне MS/MS услове, посебно енергију колизије и притисак гаса колизије, за сваку транзицију једног анализата.
- Резолуцију за сваки квадропол треба поставити једнако или боље од јединичне масене резолуције (јединична масена резолуција: резолуција које је довољна да двије вршне тачке раздвоји за једну масену јединицу) како би се смањила могућа међудјеловања предметних анализата.
- Испуњавање даљих захтјева како су описани у међународним признатим нормама, на примјер у норми BAS EN 16215:2013 (Храна за животиње – одређивање диоксина и диоксину сличних PCB-а помоћу GC/HRMS и PCB индикатора помоћу GC/HRMS) и/или у методама EPA 1613 и 1668, како су ревидиране, осим обавезе да се користи GC-HRMS.

7. ПОСЕБНИ ЗАХТЈЕВИ ЗА БИОАНАЛИТИЧКЕ МЕТОДЕ

Биоаналитичке методе су методе које се заснивају на примјени биолошких принципа као што су тестови на ћелијској основи, тестови на основу рецептора или имунолошки тестови. У овој тачки 7. утврђују се општено захтјеви за биоаналитичке методе.

Оријентационом методом, у принципу, класификује се узорак као усклађен или као сумњив да није усклађен. У ту сврху израчуната вриједност BEQ упоређује се са граничном вриједношћу (видјети 7.3). Узорци испод граничне вриједности сматрају се усклађеним, за узорке једнаке или изнад граничне вриједности сумња се да нису усклађени, што захтијева анализу потврдом методом. У пракси BEQ вриједност која одговара 2/3 МДК може се користити као најпримјеренија гранична вриједност обезбјеђујући учесталост лажно усклађених резултата испод 5% и прихватљиву учесталост лажно неусклађених резултата. Како су МДК одвојене за PCDD/PCDF и за збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а, провјера усклађености узорака без фракционисања захтијева одговарајуће граничне вриједности за PCDD/PCDF-е код биолошких тестова. За провјеру узорака који прелазе прагове за покретање поступка, одговарајући проценат дотичног прага за покретање поступка може се користити као гранична вриједност.

Надаље, код неких биоаналитичких метода оквирна вриједност изражена у BEQ може се навести за узорке унутар радног распона који прелазе праг извјештавања (видјети 7.1.1. и 7.1.6).

7.1. Процјена одговора на испитивање

7.1.1. Општи захтјеви

- Када се концентрације израчунавају из калибрационе криве за TCDD, вриједности на доњем и горњем крају криве показују велику разлику (висок коефицијент

варијације (CV)). Радни распон је распон у којем је CV мањи од 15%. Доњи дио радног распона (праг извјештавања) мора се даље одредити у знатно већој мјери (најмање три пута више) од поступка слијепе пробе. Горњи дио радног распона обично представља вриједност EC₇₀ (70% највеће ефикасне концентрације), али је нижи ако је CV у том распону већи од 15%. Радни распон се одређује током валидације. Граничне вриједности (7.3) морају бити добро унутар радног распона.

- Стандардни раствори и изолати узорака испитују се барем двоструком анализом. Кад се користе двоструке анализе, стандардни раствори или изолати контролних узорака испитани у 4 до 6 бунарчића распоређених по плочици показују одговор или концентрацију (могуће само у радном распону) на основу CV < 15 %.

7.1.2. Калибрација

7.1.2.1. Калибрација са стандардном кривом

- Нивои у узорцима могу се процијенити поређењем одговора на испитивање с калибрационом кривом TCDD (или PCB 126 или стандардна мјешавина PCDD/PCDF-а/диоксину сличних PCB-а) за израчун BEQ вриједности у изолату и касније у узорку.
- Калибрациона крива садржи од 8 до 12 концентрација (барем двоструко) с довољно концентрација у доњем дијелу кривуље (радни распон). Посебну пажњу треба обратити на квалитет прилагођавања криве у радном распону. Тако R² вриједност има малу или никакву корист у процјени исправности прилагођавања при нелинеарној регресији. Боље прилагођавање постићи ће се смањивањем разлике између израчунатих и примјењених вриједности у радном распону криве (нпр. смањивањем збира квадрата резидуа).
- Процијенена вриједност у изолату узорка затим се коригује за вриједност BEQ, израчунату за слијепи узорак матрице/раствор (како би се узеле у обзир нечистоће из употријебљених раствора и хемикалија) и за очигледно искоришћење (израчунато из вриједности BEQ одговарајућих референтних узорака са репрезентативним узорцима конгенера у подручју МДК или прага за покретање поступка). За корекцију искоришћења, очигледно искоришћење мора увијек бити унутар захтијеваног распона (видјети тачку 7.1.4). Референтни узорци који се користе за корекцију искоришћења морају бити усклађени захтјевима из тачке 7.2.

7.1.2.2. Калибрација са референтним узорцима

Друга могућност је да се да се у близини циљног нивоа употријеби калибрациона крива припремљена из барем четири референтна узорка (видјети тачку 7.2): једна слијепа матрица те три референтна узорка са 0,5 ×, 1,0 × и 2,0 × већом вриједности од МДК или прага за покретање поступка) због чега корекција вриједности слијепих проба и искоришћења више није потребна. У овом случају може се одговор теста који одговара 2/3 МДК (видјети 7.3) израчунати непосредно из тих узорака и употријебити као гранична вриједност. За провјеру узорака који прелазе прагове за покретање поступка, одговарајући проценат прагова за покретање поступка може одговарати као гранична вриједност.

7.1.3. Одвојено одређивање PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а

Изолати се могу подијелити у фракције које садржавају PCDD/PCDF и диоксину сличне PCB-е омогућавајући одвојено исказивање вриједности TEQ за PCDD/PCDF и

диоксину сличне PCB-е (у BEQ). По могућности се користи стандардна калибрациона крива PCB 126 за процјену резултата за фракцију која садржи диоксину сличне PCB-е.

7.1.4. Очигледно искоришћење при биолошким тестовима

"Очигледно искоришћење при биолошким тестовима" израчунава се из одговарајућих референтних узорака са репрезентативним узорцима конгенера у подручју око МДК или прага за покретање поступка и изражава се као проценат вриједности BEQ у поређењу са вриједношћу TEQ. Зависно од врсте испитивања и употријебљеног или употријебљених TEF⁽³⁾ разлике између фактора TEF и REP за диоксину сличне PCB-е могу проузроковати мање очигледно искоришћење за диоксину сличне PCB-е у поређењу са PCDD/PCDF-ом. Стога, ако се врши одвојено одређивање PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а, очигледно искоришћење при биолошким тестовима износи: за диоксину сличне PCB-е од 20% до 60%, за PCDD/PCDF-е од 50% до 130% (распони вриједности за TCDD калибрациону криву). С обзиром да допринос диоксину сличних PCB-а збиру PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а може варирати код различитих матрица и узорака, очигледно искоришћење при биолошким тестовима за параметар збира одржава ове распоне који износе од 30% до 130%.

7.1.5. Контрола искоришћења при чишћењу

Губитак једињења за вријеме чишћења провјерава се током валидације. Слијепа проба са додатком мјешавине различитих конгенера подвргава се чишћењу (најмање n = 3), а искоришћење и варијабилност се провјеравају GC/HRMS анализом. Искоришћење мора износити од 60% до 120% нарочито за конгенере који доприносе више од 10% вриједности TEQ у различитим мјешавинама.

7.1.6. Праг извјештавања

За извјештавање о вриједностима BEQ, праг извјештавања се одређује на основу одговарајућих узорака матрица који укључују типичне узорке конгенера, али не на основу калибрационе криве стандарда због ниске прецизности у доњем распону криве. Ефекти екстракције и чишћења морају се узети у обзир. Праг извјештавања мора се одредити значајно изнад поступка са слијепим узорцима (најмање три пута више).

7.2. Коришћење референтних узорака

- Референтни узорци представљају узорке матрица, узорке конгенера и распоне концентрација за PCDD/PCDF и диоксину сличне PCB-е око МДК или прага за покретање поступка.
- Уз сваку серију узорака која се испитује мора се укључити једна слијепа проба или по могућности слијепа матрица и један референтни узорак с МДК или на прагу за покретање поступка. Ови узорци се морају екстраховати и анализирати истовремено у идентичним условима. Референтни узорак мора показати изразито већи одговор од слијепог узорка, што осигурава исправност теста. Ти узорци се могу користити за корекцију слијепе пробе и искоришћења.
- Референтни узорци који се биру за корекцију искоришћења су репрезентативни за пробне узорке, што значи да узорци конгенера не узрокују прениске процјене вриједности.
- Додатним референтним узорцима којима су количине 0,5 и 2 пута веће од МДК или прага за покретање поступка могу се укључити за доказивање исправности испитивања у распону прописаних количина за контролу МДК или прага за покретање поступка. Ако

се комбинују, ови узорци се могу користити за израчун вриједности BEQ у пробним узорцима (7.1.2.2).

7.3. Одређивање граничне вриједности

Однос између биоаналитичких резултата у BEQ и резултати GC/HRMS у TEQ одређује се (нпр. калибрационим пробама у матрици, које укључују референтне узорке са додатком 0, 0,5 ×, 1 × и 2 × МДК са шест понављања на сваком нивоу (n = 24)). Фактори корекције (слијепа проба и искоришћење) могу се процијенити из овог односа, али се морају провјеравати у свакој серији испитивања укључивањем слијепих узорака поступка/матрице и узорака искоришћења (7.2).

Граничне вриједности одређују се за доношење одлуке о усклађености узорка с МДК или за контролу прага за покретање поступка, ако је релевантно, с обзиром на дотичну МДК или праг за покретање поступка одређене посебно за PCDD/PCDF-е и за диоксину сличне PCB-е или за збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних PCB-а. Приказује их доња крајња тачка дистрибуције биоаналитичких резултата (кориговано за вриједност слијепе пробе и за искоришћење), што одговара одлучујућој граници потврдне методе на основу 95% нивоа поузданости, што значи да је удио лажно усклађених резултата < 5% и на основу RSD_R < 25%. Одлучујућа граница GC/HRMS је МДК узимајући у обзир мјерну несигурност.

У пракси се гранична вриједност (у BEQ) може израчунати на следећи начин (видјети слику 1):

7.3.1. Коришћење доњег распона 95% интервала предвиђања при одлучујућој граници потврдне методе

$$\text{Cut-off vrijednost} = \text{BEQ}_{DL} - s_{y,x} * t_{\alpha, f, m-2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

при чему је:

BEQ_{DL}/BEQ што одговара одлучујућој граници потврдне методе, која је највећа МДК узимајући у обзир мјерну несигурност

S_{y,x} стандардна девијација резидуа

T_{α, φ = m-2} студент фактор (α = 5 %, φ = слободни степени, једнострано)

m укупан број калибрационих тачака (индекс j)

n број понављања на сваком нивоу

x_i концентрација узорка (у TEQ) калибрационе тачке и одређена потврдном методом

\bar{x} средња вриједност концентрација (у TEQ) свих калибрисаних узорака

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2 \text{ parametar zbroja kvadrata}$$

i = индекс за калибрациону тачку и

7.3.2. Израчун из биоаналитичких резултата (кориговано за вриједност слијепе пробе и за искоришћење) вишеструких анализа узорака (n ≥ 6) контаминираних на одлучујућој граници потврдне методе, као доња крајња тачка дистрибуције података при одговарајућој средњој BEQ вриједности:

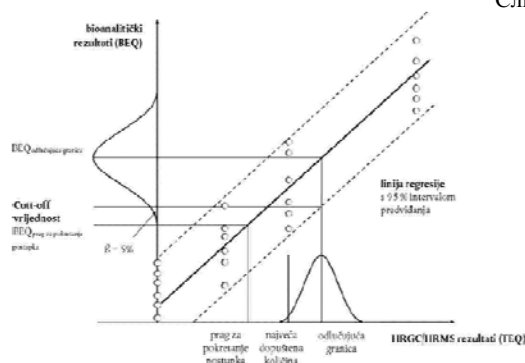
$$\text{Cut-off vrijednost} = \text{BEQ}_{DL} - 1,64 \cdot \text{SD}_R = \text{BEQ}_{DL} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

при чему је

SD_R стандардна девијација резултата биоаналитичких тестова при BEQ_{DL}, измјерено у условима унутрашње лабораторијске обновљивости

7.3.3. Израчун као средња вриједност биоаналитичких резултата (у BEQ, кориговано за вриједност слијепе пробе и за искоришћење) из вишеструких анализа узорака (n ≥ 6) контаминираних на 2/3 МДК или прага за покретање

поступка. Ово се заснива на запажању да ће та вриједност бити око граничне вриједности одређене у тачкама 7.3.1. или 7.3.2.



Слика 1

Израчун граничне вриједности на основу 95% нивоа поузданости, што значи да је удио лажно усклађених резултата < 5% и на основу RSD_R < 25%:

1. из доњег распона 95% интервала предвиђања при одлучујућој граници потврдне методе,
2. из вишеструких анализа узорака (n ≥ 6) контаминираних на одлучујућој граници потврдне методе као доња крајња тачка дистрибуције (на слици приказана с кривуљом у облику звона) при одговарајућој средњој BEQ вриједности.

7.3.4. Ограничења граничне вриједности:

Граничне вриједности на основу BEQ, израчунате из RSD_R постигнуте током валидације користећи ограничен број узорака са различитим узорцима матрице/конгенера могу бити веће од МДК или прага за покретање поступка, на основу TEQ због веће прецизности од оне рутински добијене када је потребно контролисати непознати спектар могућих узорака конгенера. У таквим случајевима граничне вриједности се израчунају из RSD_R = 25%, или се даје предност двијема трећинама МДК или прага за покретање поступка.

7.4. Карактеристике изводљивости

- С обзиром да се у биоаналитичким методама не могу користити унутрашњи стандарди, морају се вршити испитивања поновљивости како би се добили подаци о стандардној девијацији унутар и између серија испитивања. Поновљивост мора бити мања од 20%, а интерна лабораторијска обновљивост мања од 25%. То се заснива на нивоима израчунатим у BEQ након корекције за вриједност слијепе пробе и за искоришћења.
- У поступку валидације потребно је доказати да тест прави разлику између слијепе пробе и нивоа граничне вриједности омогућавајући идентификацију узорака изнад одговарајуће граничне вриједности (видјети 7.1.2).
- Морају се утврдити циљни спојеви, могуће интерференције и највеће прихватљиве количине за слијепе пробе.
- Процент стандардне девијације у одговору или концентрацији израчунат из одговора (могуће само у радном распону) при троструком одређивању изолата узорка не смије бити изнад 15%.
- Некориговани резултати референтних узорака изражени у BEQ (вриједност слијепе пробе и при највећој дозвољеној количини или прагу за покретање поступка) користе се за оцјену изводљивости биоаналитичке методе кроз континуирани временски период.

- Дијаграми контроле квалитета (QC) за поступке са слијепим узорцима и свака врста референтног узорка биљеже се и провјеравају како би се осигурало да је изводљивост анализа у складу са захтјевима, а посебно за поступак са слијепим узорцима у погледу захтијеване најмање разлике до доњег дијела радног распона и за референтне узорке у погледу унутарлабораторијске обновљивости. Поступке са слијепим узорцима потребно је добро контролисати како би се избјегли лажно усклађени резултати када се одузимају.
- Резултати анализа потврдним методама сумњивих узорака и 2 до 10% усклађених узорака (најмање 20 узорака по матрици) сакупља се и користи за процјену изводљивости оријентационе методе и односа између BEQ и TEQ. Ова база података може се користити за поновљену евалуацију граничних вриједности које се примјењују на рутинске узорке за валидиране матрице.
- Успјешна изводљивост методе може се такође доказати прстенастим пробама. Резултати узорака анализираних прстенастим пробама које укључују распон концентрација од нпр. $2 \times$ највеће дозвољене количине, могу такође бити укључени у процјену учесталости лажно усклађених резултата, ако лабораторија може доказати успјешну изводљивост. Узроци укључују најчешће узорке конгенера, који представљају различите изворе.
- Током инцидената могу се поново процијенити граничне вриједности узимајући у обзир посебне узорке матрица и конгенера који се појављују у том инциденту.

8. ИЗВЈЕШТАВАЊЕ О РЕЗУЛТАТИМА

Потврдне методе

- У оној мјери у којој то аналитички поступак дозвољава, аналитички резултати морају садржавати количине појединачних PCDD/PCDF-а и конгенера диоксину сличних РСВ-а и треба их дефинисати као доње, горње или средње како би се у извјештај укључило што више података о резултатима и на тај начин омогућило тумачење резултата према посебним захтјевима.
- У извјештај је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију PCDD/PCDF-а, диоксину сличних РСВ-а и масти. Удио масти у узорку одређује се и исказује за узорке хране са МДК одређеним на основу масти и очекиваном концентрацијом масти у распону 0 – 2% (у складу са постојећим законодавством), за друге узорке је одређивање удјела масти необавезно.
- Искоришћења појединих унутрашњих стандарда морају бити наведена у случају да су изван распона наведеног у тачки 6.2, у случају да је добијени резултат већи од МДК (у том случају искоришћења за једну или двије двоструке анализе), а у другим случајевима на захтјев.
- С обзиром да мјерну несигурност треба узети у обзир при одлуци о усклађености узорка, потребно је навести и тај параметар. Стога се резултати анализе приказују као $x \pm U$, гдје је x резултат анализе, а U је проширена мјерна несигурност користећи фактор покривања 2, чиме се добија ниво поузданости од 95%. Ако се PCDD/PCDF-и и диоксину слични РСВ-и одређују одвојено, тада се збир процијењене проширене несигурности за појединачне резултате анализа PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а користи за збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а.
- Ако се узима у обзир мјерна несигурност примјеном $CC\alpha$ (како је описано у Анексу II тачки IV2), тада се мора навести и тај параметар.

- Резултати се морају исказати у истим мјерним јединицама и заокружити (барем) на једнак број децималних мјеста као МДК, како је одређено Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

Биоаналитичке оријентационе методе

- Резултат оријентационе методе изражава се као усклађен или се за њега сумња да је неусклађен ("сумњив").
- Осим тога, резултат за PCDD/PCDF-е и/или диоксину сличне РСВ-е може се изразити у биоаналитичким еквивалентима (не TEQ) (видјети Прилог III тачку 1.). За узорке с одговором испод границе извјештавања наводи се да су испод границе извјештавања.
- За сваку врсту узорка матрице у извјештају се мора навести МДК или праг за покретање поступка на којој се процјена заснива.
- У извјештају се мора навести врста испитивања које се користи, основни принцип испитивања и врста калибрације.
- У извјештају је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију PCDD/PCDF-а, диоксину сличних РСВ-а и масти. Удио масти у узорку се одређује и исказује за узорке хране са МДК или праговима за покретање поступка одређеним на основу масти и очекиваном концентрацијом масти у распону 0 – 2% (у складу са постојећим законодавством), а за друге узорке одређивање удјела масти није обавезно.
- У случају узорака за које се сумња да нису усклађени, извјештај треба да садржи напомену о поступку који треба предузети. Концентрација PCDD/PCDF-а и збир PCDD/PCDF-а и диоксину сличних РСВ-а у тим узорцима са повишеним нивоима мора се одредити/потврдити потврдном методом.

(¹) Правилник 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)

(²) У односу на МДК.

(³) Тренутни захтјеви се заснивају на TEF објављеним у: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223.–241. (2006.).

Додатак АНЕКСУ III

WHO-TEF за процјену ризика за здравље људи на основу закључака са стручног засједања Свјетске здравствене организације (WHO) – Међународни програм за безбједност хемикалија (IPCS) - одржаног у Женеви у јуну 2005. (Martin van den Berg et al., Поновљена евалуација фактора еквивалентне токсичности за диоксине и спојеве сличне диоксину код људи и сисара, Свјетске здравствене организације, спроведена 2005. Токсиколошке науке 93(2), стр. 223–241. (2006))

| Конгенер | Вриједност TEF | Конгенер | Вриједност TEF |
|-------------------------------|----------------|---|----------------|
| Дибензо-п-диоксини ("PCDD-и") | | "Диоксинима слични" РСВ-и не орто РСВ-и + моно-орто РСВ-и | |
| 2,3,7,8-TCDD | 1 | Не орто РСВ-и | |
| 1,2,3,7,8-PeCDD | 1 | | |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDD | 0,1 | PCB 77 | 0,0001 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDD | 0,1 | PCB 81 | 0,0003 |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDD | 0,1 | PCB 126 | 0,1 |
| 1,2,3,4,6,7,8-XPcDD | 0,01 | PCB 169 | 0,03 |
| OCDD | 0,0003 | | |
| Дибензофурани ("PCDF-и") | | Моно-орто РСВ-и | |
| 2,3,7,8-TCDF | 0,1 | PCB 105 | 0,00003 |
| 1,2,3,7,8-PeCDF | 0,03 | PCB 114 | 0,00003 |
| 2,3,4,7,8-PeCDF | 0,3 | PCB 118 | 0,00003 |

| | | | |
|----------------------|--------|---------|---------|
| 1,2,3,4,7,8- HxCDF | 0,1 | PCB 123 | 0,00003 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDF | 0,1 | PCB 156 | 0,00003 |
| 1,2,3,7,8,9- HxCDF | 0,1 | PCB 157 | 0,00003 |
| 2,3,4,6,7,8- HxCDF | 0,1 | PCB 167 | 0,00003 |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF | 0,01 | PCB 189 | 0,00003 |
| 1,2,3,4,7,8,9- HpCDF | 0,01 | | |
| OCDF | 0,0003 | | |

Коришћене кратице: "Т" = тетра; "Ре" = пента; "Hx" = хекса; "Hp" = хепта; "О" = окта; "CDD" = хлордобензодиоксин; "CDF" = хлордобензофуран; "CB" = хлорбифенил.

АНЕКС IV

ПРИПРЕМА УЗОРКА И ЗАХТЈЕВИ ЗА МЕТОДЕ АНАЛИЗЕ КОЈЕ СЕ КОРИСТЕ У КОНТРОЛАМА КОЛИЧИНА РСВ-а КОЈИ НИСУ СЛИЧНИ ДИОКСИНУ (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180) У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

Захтјеви постављени у овом анексу примјењују се када се храна анализира за службену контролу нивоа полихлорованих бифенила који нису слични диоксину (PCB-а који нису слични диоксину) и за друге регулаторне сврхе.

1. Методе детекције које се користе:

Гасна хроматографија/детектор хватања електрона (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS/MS, GC-HRMS или идентичне методе.

2. Идентификација и потврђивање предметних анализа:

- Релативно ретенцијско вријеме у односу на унутрашње стандарде или референтне стандарде (прихваћена девијација од +/- 0,25%).
- Гасно хроматографско одвајање свих шест индикаторских РСВ-а (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 и PCB 180) од интерферирајућих супстанци, посебно ко-елуираних РСВ-а, а посебно ако су узорци у распону законских дозвољених граница и неусаглашеност се мора потврдити.

[Конгенери за које је често установљено да коелуирају су нпр. PCB 28/31, PCB 52/69 и PCB 138/163/164. За GC/MS морају се узети у обзир и могуће интерференције фрагмената виших хлорованих конгенера.]

- За технике GC-MS:
 - мониторинг најмање:
 - два специфична јона за HRMS,
 - два специфична јона са $m/z > 200$ или три специфична јона са $m/z > 100$ за LRMS,
 - 1 прекурсор јон и 2 јона продукта за MS-MS.
 - Највећа дозвољена одступања за одговоре одабраних масених фрагмената:

Релативна девијација интензитета одабраних масених фрагмената од теоретског одговора или калибрациони стандард за циљни јон (јон са најснажнијим одговором који се прати) и потврђених јона:

| Релативни одговор потврђених јона у односу на циљни јон | GC-EI-MS (релативна девијација) | GC-CI-MS, GC-MS ^a (релативна девијација) |
|---|---------------------------------|---|
| > 50 % | ± 10 % | ± 20 % |
| > 20 % до 50 % | ± 15 % | ± 25 % |
| > 10 % до 20 % | ± 20 % | ± 30 % |
| ≤ 10 % | ± 50 % ⁽¹⁾ | ± 50 % ⁽¹⁾ |

- За GC-ECD:

Потврда резултата који прелазе дозвољено одступање са два ступца GC са стационарним фазама различитог поларитета.

3. Приказивање извођења методе:

Валидација у подручју МДК (0,5 до 2 пута више од МДК) са прихватљивим коефицијентом варијације за

поновљене анализе (видјети захтјеви за средњу прецизност у тачки 8).

4. Граница квантификације:

Вриједности слијепе пробе не смију бити веће од 30% нивоа контаминације, што одговара МДК⁽²⁾.

5. Контрола квалитета:

Редовне слијепе пробе, анализе узорака са додатком, анализе узорака за контролу квалитета, учешће у међулабораторијским студијама са различитим матрицама узорака.

6. Контрола искоришћења:

- Коришћење примјерених унутрашњих стандарда са физикално-хемијским својствима који одговарају предметним анализима.
- Додавање унутрашњих стандарда:
- додавање производима (прије екстракције и поступка чишћења),
- могуће је додавање екстрахованој масноћи (прије поступка чишћења), ако се МДК одређују на основу масти.
- Захтјеви за методе у којима се користи свих шест индикаторских конгенера РСВ-а означених изотопима:
- корекција резултата за искоришћење унутрашњих стандарда,
- прихватљиво искоришћење изотопски означених унутрашњих стандарда је између 50 и 120%,
- прихватљиво је мање или веће искоришћење за појединачне конгенере с мање од 10-постотним доприносом збиру шест индикаторских РСВ-а.
- Захтјеви за методе у којима се не користи свих шест изотопски означених унутрашњих стандарда или се користе други унутрашњи стандарди:
- контрола искоришћења унутрашњих стандарда за сваки узорак,
- прихватљиво искоришћење унутрашњих стандарда између 60% и 120%,
- корекција резултата у погледу искоришћења унутрашњих стандарда.
- Искоришћење неозначених конгенера провјерава се анализом узорака са додатком или контролних узорака са концентрацијама у распону МДК. Прихватљиво искоришћење за те конгенере је између 70% и 120%.

7. Захтјеви за лабораторије:

У складу с одредбама Правилника о службеним контролама које се спроводе ради верификације поступања у складу с одредбама прописа о храни и храни за животиње те прописа о здрављу и добробити животиња, лабораторије акредитују призната тијела која раде у складу са захтјевима ISO Guide 58 како би се осигурало да примјењују аналитичко обезбјеђивање квалитета. Лабораторије се акредитују према норми BAS EN ISO/IEC 17025:2006.

8. Карактеристике изведивости: Критеријуми за збир шест индикаторских РСВ-а код највеће дозвољене количине:

| | |
|--|----------------|
| Истинитост | - 30 до + 30 % |
| Средња прецизност (RSD%) | ≤ 20 % |
| Разлика између израчуна горње и доње границе | ≤ 20 % |

9. Извјештај о резултатима

- У оној мјери у којој то аналитички поступак дозвољава, аналитички резултати морају садржавати количине појединачних РСВ конгенера и треба их дефинисати као доње, горње или средње како би у извјештај било укључено што више података о резултатима и на тај

- начин омогућило тумачење резултата према посебним захтјевима.
- У извјештај је потребно укључити и методу која се користи за екстракцију РСВ-а и масти. Удио масти у узорку се одређује и исказује за узорке хране са МДК одређеним на основу масти и очекиваном концентрацијом масти у распону 0 – 2 % (у складу са важећим законодавством), за друге узорке је одређивање удјела масти необавезно.
 - Искоришћења појединих унутрашњих стандарда морају бити наведена у случају да су ван распона наведеног у тачки 6, у случају да је добијени резултат већи од највећих дозвољених количина, а у другим случајевима на захтјев.
 - С обзиром да мјерну несигурност треба узети у обзир при одлуци о Усклађености узорка, тај је параметар такођер потребно навести. Стога се резултати анализе приказују као $x \pm U$, гдје је x резултат анализе, а U је проширена мјерна несигурност користећи фактор покривања 2, чиме се добија ниво поузданости од 95%.
 - Ако се узима у обзир мјерна несигурност примјеном СС α (како је описано у Анексу II тачки IV1) тада се мора навести и тај параметар.
 - Резултати се морају исказати у истим мјерним јединицама и заокружити (барем) на једнак број децималних мјеста као највеће дозвољене количине, како је одређено у Правилнику о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

(¹) Задовољавајући број масених фрагмената са релативним интензитетом > 10% мора бити доступан, зато употреба потврђених јона са релативним одговором мањим од 10% у поређењу с циљним јоном није препоручљива.

(²) Изразито се препоручује нижи допринос нивоа реагенса у слијепој проби од нивоа контаминанта у узорку. Лабораторија је одговорна за контролу варијације нивоа вриједности слијепих проба, посебно ако су те вриједности одузете.

АНЕКС V

ПРАГ ЗА ПОКРЕТАЊЕ ИСТРАГЕ РАДИ УТВРЂИВАЊА ИЗВОРА КОНТАМИНАЦИЈЕ

1. У случају неусклађености с одредбама Правилника о нежељеним супстанцама у храни за животиње ("Службени гласник БиХ", број 72/11) и Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни ("Службени гласник БиХ", број 68/14) и у случајевима у којима се утврде количине диоксина и/или диоксинима сличних РСВ-ова више од прагова за покретање поступка наведених у тачки 2 овог анекса у погледу хране и у Правилнику о нежељеним супстанцама у храни за животиње у погледу хране за животиње, надлежни органи ће у сарадњи са субјектима у пословању са храном и храном за животиње:

- a) покренути истрагу ради утврђивања извора контаминације;
- b) предузети мјере ради смањења или уклањања извора контаминације.

2. За потребе овог анекса примјењују се следеће дефиниције:

- a) Диоксини + фурани (WHO-TEQ) означавају збир полихлорованих дибензо-пара-диоксина (PCDD) и полихлорованих дибензофурана (PCDF), изражен у еквивалентима токсичности Свјетске здравствене организације (WHO) употребљавајући факторе еквивалентне токсичности (WHO-TEF);

- b) Диоксинима слични РСВ-ови (WHO-TEQ) означавају збир полихлорованих бифенила (PCB), изражен у еквивалентима токсичности WHO-а употребљавајући WHO-TEF;

- ц) WHO-TEF означава фактор еквивалентне токсичности Свјетске здравствене организације за оцјену опасности за људе на основу закључака са стручног засједања Свјетске здравствене организације (WHO) – Међународни програм за безбједност хемикалија (IPCS) - одржаног у Женеви у јуну 2005. (Martin van den Berg i dr., The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. Toxicological Sciences 93(2), 223-241 (2006)).

| ХРАНА | ПРАГ ЗА ПОКРЕТАЊЕ ПОСТУПКА ЗА ДИОКСИНЕ + ФУРАНЕ (WHO-TEQ) (¹) | ПРАГ ЗА ПОКРЕТАЊЕ ПОСТУПКА ЗА ДИОКСИНИМА СЛИЧНЕ РСВ-ове (WHO-TEQ) (¹) |
|--|--|--|
| Месо и месни производи (осим јестивих изнутрица) (²) сљедећих животиња | | |
| - говеда и оваца | 1,75 pg/g масти (³) 1,25 pg/g масти (³) | 1,75 pg/g масти (³) 0,75 pg/g масти (³) |
| - перади | 0,75 pg/g масти (³) | 0,50 pg/g масти (³) |
| - свиња | 1,00 pg/g масти (³) | 0,75 pg/g масти (³) |
| Мијешане масти | | |
| Мишићно месо риба и рибарских производа из узгоја | 1,50 pg/g мокре тежине | 2,50 pg/g мокре тежине |
| Сирово млијеко (²) и млијечни производи (²), укључујући млијечну маст | 1,75 pg/g масти (³) | 2,00 pg/g масти (³) |
| Кокосја јаја и производи од јаја (²) | 1,75 pg/g масти (³) | 1,75 pg/g масти (³) |
| Глина као додаток исхрани | 0,50 pg/g мокре тежине | 0,50 pg/g мокре тежине |
| Житарике и сјеме уљарица | 0,50 pg/g мокре тежине | 0,35 pg/g мокре тежине |
| Воће и поврће (укључујући свјеже зачинско биље) (⁴) | 0,30 pg/g мокре тежине | 0,10 pg/g мокре тежине |

(¹) Горње границе концентрације: горње границе концентрације израчунавају се под претпоставком да су све вриједности различитих конгенера испод границе квантификације једнаке граници квантификације.

(²) Храна наведена у овој категорији како је одређено у Правилнику о хигијени хране ("Службени гласник БиХ", број 4/13).

(³) Прагови за покретање поступка не примјењују се на прехранбене производе који садржавају < 2% масти.

(⁴) На сушено воће и сушено поврће (укључујући сушено зачинско биље) примјењује се члан 8. Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни ("Службени гласник БиХ", број 68/14). За сушено зачинско биље потребно је узети у обзир фактор концентрације 7 због сушења.