



Интерпретиране на резултатите от лабораторните анализи

Любина Донкова
Дирекция "Лабораторни
дейности", ЦУ на БАБХ
L_donkova@bfsa.bg

Лабораторни изпитвания. Изисквания

- Лабораторни анализи за целите на официалния контрол се извършват само в акредитирани лаборатории по стандарт ISO/IEC 17025/2006- Общи изисквания за компетентността на лаборатории за изпитване и калибриране, съгласно чл. 12 на Регламент (ЕО) 882/2004.
- Резултатите от лабораторните анализи са основния фактор за вземане на решение за съответствие на партидата с приложимото законодателство и приетите норми.

Лабораторни изпитвания.

Установяване на съдържание на
нежелани субстанции и продукти във
фуражите над МДК съгласно Наредба
№10 за максимално допустимите
концентрации на нежелани субстанции и
продукти във фуражите

- При получаване на резултатите от лабораторните анализи се проверява дали получените стойности на нежелани субстанции надвишават стойностите посочени в Приложение №1 към чл.2, ал.2 от Наредба №10/2009, Препоръка 2006/576/ЕС и Препоръка 2013/165/ЕС. Резултатите от анализа не трябва да надвишават стойностите посочени в нормативните актове.

Примери

Взета е проба за анализ на микотоксини

- Получената стойност за показател афлатоксин В1 е 12,4 µg/kg
- Разширената неопределеност (U) на измерването е ± 3,5 µg/kg
- МДК за показател В1 е 20,0 µg/kg
- Дневният аналитичен добив е 105 %

Примери

Интерпретация на получения резултат за В1

- Разсейването на резултата с включена неопределеност е:
 $12,4 - 3,5 = 8,9 \mu\text{g/kg}$ до $12,4 + 3,5 = 15,9 \mu\text{g/kg}$

- Корекция на резултата по аналитичния добив:

12,4 $\mu\text{g/kg}$	—————>	105 %
x $\mu\text{g/kg}$	—————>	100 %

$$x = 12,4 \times 100 / 105 = 11,8 \mu\text{g/kg}$$

- Корекция на неопределеността по аналитичния добив:

3,5 $\mu\text{g/kg}$	—————>	105 %
U $\mu\text{g/kg}$	—————>	100 %

$$U = 3,5 \times 100 / 105 = 3,3 \mu\text{g/kg}$$

Резултатът за В1 след корекция е: $11,8 \pm 3,3 \mu\text{g/kg}$

- Следователно стойностите са в интервала 8,5 до 15,1 $\mu\text{g/kg}$
- В конкретния случай резултата **е под максимално допустимата концентрация на афлатоксин В1.**

Примери

Взета е проба за анализ на микотоксини

- Получената стойност за показател афлатоксин В1 е 35,5 µg/kg
- Разширената неопределеност (U) на измерването е ± 4,5 µg/kg
- МДК за показател В1 е 20,0 µg/kg
- Дневният аналитичен добив е 100 %

Примери

Интерпретация на получения резултат за В1

- Разсейването на резултата с включена неопределеност е:
 $35,5 - 4,5 = 31,0 \mu\text{g/kg}$ до $35,5 + 4,5 = 40,0 \mu\text{g/kg}$
- Следователно стойностите са в интервала 31,0 до 40,0 $\mu\text{g/kg}$
- Тъй като дневния аналитичен добив е 100 % в конкретния случай не се налага корекция на резултата и на неопределеността по аналитичния добив.
- Резултата от анализ **надвишава максимално допустимата концентрация на афлатоксин В1** и трябва да се предприемат действия съгласно Процедурата за действие при констатиране на несъответствие от получени резултати от анализи на проби взети при официален контрол на фуражи.

Лабораторни изпитвания.

Установяване на несъответствие с индивидуалното разрешително на фуражната добавка в съответствие с Регламент (ЕО) № 1831/2003 и установяване на несъответствие между декларираните от оператора фуражни добавки и получените резултати от анализи.

- При получаване на резултати от анализ за количествено определяне на фуражни добавки, същите се сравняват с индивидуалните им разрешителни и с посочените от оператора стойности върху етикета.

Интерпретиране на резултатите в протоколите от изпитване

В случаи когато се установи, че съдържанието на фуражната добавка във фуражната суровина или комбинирания фураж е по-ниско от посоченото съдържание се прилагат следните допустими отклонения:

- 10 % от посоченото съдържание, ако то е 1000 единици или повече;
- 100 единици, ако посоченото съдържание е по-малко от 1000 единици, но не по-малко от 500 единици;
- 20 % от посоченото съдържание, ако то е по-малко от 500 единици, но не по-малко от 1 единица;
- 0,2 единици, ако посоченото съдържание е по-малко от 1 единица, но не по-малко от 0,5 единици;
- 40 % от посоченото съдържание, ако то е по-малко от 0,5 единици.

Интерпретиране на резултатите в протоколите от изпитване

- Ако в съответния акт за разрешаване на дадена фуражна добавка е определено минимално и/или максимално съдържание на тази добавка във фуража, допустимите технически отклонения се прилагат при съдържание по-голяма от минималното или по-ниско от максималното съдържание;
- Доколкото не се превишава определеното максимално съдържание на дадена добавка, отклонението надвишаващо посоченото съдържание, може да бъде до три пъти по-голямо от допустимото отклонение. Въпреки това, когато за фуражни добавки, спадащи към групата на микроорганизмите, е определено максимално съдържание в съответния акт за разрешаване на тази фуражна добавка, максималното съдържание съответства на максималната разрешена стойност.

Примери

С протокол за вземане на проби е взета проба от пълноценен фураж за прасета starter за количествено определяне на фуражната добавка мед (Cu)

- Максимално съдържание на мед, съгласно индивидуалното разрешително на фуражната добавка е 170 mg/kg;
- Резултатът от лабораторния анализ е 130 mg/kg;
$$170 \text{ mg/kg} \times 20 \% = 34 \text{ mg/kg}$$
$$170 \text{ mg/kg} - 34 \text{ mg/kg} = 136 \text{ mg/kg}$$
- Следователно след сравнение на получената стойност 136 mg/kg с резултата от анализа 130 mg/kg се установява, че **има несъответствие** с декларирания от оператора показател.

Несъответствие между декларираните от оператора показатели за хранителен състав, макроеlementи и резултати от анализи на взети проби при официалния контрол на фуражите

Когато се установи, че съставът на фуражната суровина или комбинирания фураж се отклонява от етикетирания състав на аналитичните съставки, определени в приложения I, V, VI и VII са допустими следните отклонения:

за сурови мазнини, суров протеин и сурова пепел:

± 3% от общата маса или обем при посочено съдържание от 24 % или повече;

± 12,5% от посоченото съдържание при посоченото съдържание от по-малко от 24 %, но не по-малко от 8%;

± 1% от общата маса или обем при посочено съдържание от по-малко от 8%;

за сурови влакнини, захар и скорбяла:

± 3,5% от общата маса или обем при посочено съдържание от 20 % или повече;

± 17,5% от посоченото съдържание при посоченото съдържание от по-малко от 20 %, но не по-малко от 10%;

± 1,7% от общата маса или обем при посочено съдържание от по-малко от 10%;

за калций, пепел, неразтворима в солна киселина, общ фосфор, натрий, калий и магнезий:

± 1% от общата маса или обем при посочено съдържание от 5 % или повече;

± 20% от посоченото съдържание при посоченото съдържание от по-малко от 5 %, но не по-малко от 1%;

± 0,2% от общата маса или обем при посочено съдържание от по-малко от 1%;

за влага

± 8% от посоченото съдържание при посочено съдържание от 12,5 % или повече;

± 1% от общата маса или обем при посочено съдържание от по-малко от 12,5%, но не по-малко от 5%;

± 20% от посоченото съдържание при посоченото съдържание от по-малко от 5 %, но не по-малко от 2%;

± 0,4% от общата маса или обем при посочено съдържание от по-малко от 2 %;

по отношение на енергийната стойност и протеиновата стойност, за които не се определени допустими отклонения в съответствие с метод на равнище ЕС или в съответствие с официален национален метод в държавите членки, в които фуражът е пуснат на пазара се прилагат следните допустими отклонения:

5% за енергийна стойност и 10% за протеинова стойност.

Примери

С протокол за вземане на проби е взета проба от пълноценен фураж за кокошки носачки за анализ на суров протеин, сурови влакнини и калций

- Върху етикета или придружаващия партидата документ за насипни фуражи са обявени следните стойности за показателите:

суров протеин-15,6%; сурови влакнини -4,2%; калций-2,5%.

- При извършения лабораторен анализ са установени следните резултати: суров протеин-12,59%; сурови влакнини -4,63%; калций-3,2%.

След сравняване на резултатите от анализа и декларираните от оператора данни върху етикета на пълноценния фураж се установява следното:

- суров протеин:

$$15,6\% \times 12,5\% = \pm 1,95\%$$

$$15,6\% - 1,95\% = 13,65\%$$

Следователно след сравнение на стойността 13,65% с 12,59% (от анализа) се установява, че **има несъответствие** с декларирания от оператора показател;

- сурови влакнини

$$4,2\% \times 1,7\% = \pm 0,07\%$$

$$4,2\% + 0,07\% = 4,27\%$$

Следователно след сравнение на стойността 4,27% с 4,63% (от анализа) се установява, че **има несъответствие** с декларирания от оператора показател;

- калций:

$$2,5\% \times 20,0\% = \pm 0,5\%$$

$$0,5\% \times 2 = \pm 1\% ; 2,5\% + 1\% = \pm 3,5\%$$

Следователно след сравнение на стойността 3,5% с 3,2% (от анализа) се установява, че **няма несъответствие** с декларирания от оператора показател;

Лабораторни изпитвания.

Установяване на съдържание на забранени за влагане лекарствени субстанции като фуражни добавки и кокцидиостатици от производители на комбинирани фуражи и фермери отглеждащи животни от които се произвеждат храни, предназначени за консумация от човека.

Когато при извършен анализ на представителна проба за официален контрол на фуражи се установява, че в комбиниран фураж има съдържание на забранени за влагане лекарствени субстанции, като фуражни добавки и кокцидиостатици се предприемат действия посочени в т. 2.1.1 до т. 2.1.5. от Процедурата.

Лабораторни изпитвания.

Установяване на необявяване върху етикета (при пакетирани фуражи) или придружаващия партидата документ (при насипните фуражи), че фуражът съдържа, състои се или е произведен от разрешен ГМО в случаите когато ГМО е над 0,9% и при условие, че това наличие е попаднало случайно или е технически неизбежно.

- Когато съдържанието на ГМО във фуража е под 0,9% и ГМ е разрешена **не е задължително** етикетирание, само в случаите при които оператора е в състояние да докаже пред компетентния орган, че присъствието на ГМО е случайно и/или технически неизбежно.
- Ако от аналитичните тестове се докаже, че ГМ е неразрешена за употреба в храни и фуражи, пратката се изтегля незабавно от пазара, унищожават се или се реекспортират до държавата на произход и се сигнализират ДЧ за възможен незаконен трансфер по RASFF системата.

Схема за анализ ГМО

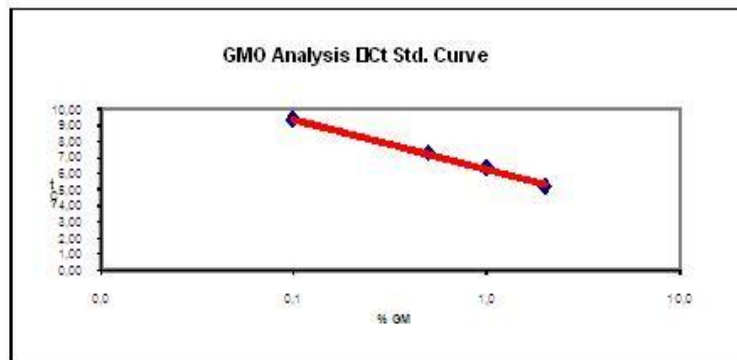
I етап ГМО детекция	За откриване на ГМО.
II етап ГМО идентификация	За идентифициране на ГМ- дали е разрешена или не.
III етап Количествено определяне	За количествено определяне на разрешена ГМ и сравняване с нормата от 0,9%
Под нормата и при случайно и технически неизбежно присъствие	Не се нуждаят от етикетиране
Над нормата	Изисква се етикетиране

GMO Analysis Macro™ v 1.7 ABI PRISM® 7000

Table 1

standard name	%GMO	mean Ct
standard 1	0.0	13.26
standard 2	0.1	9.33
standard 3	0.5	7.27
standard 4	1.0	6.38
standard 5	2.0	5.22

- 1)
- 2)
- 3) enter standard %GMO knowns
- 4) enter standard mean Ct
- 5)



i	well	GMO Ct	Reference Ct	Ct	sample name	mean Ct	stdev Ct	%GMO	low	high	$r^2 = 0.9965$
	A2	37.58	27.03	10.55	70338.00	10.55	0.00	0,04	0,04	0,04	
	B2	38	27.45	10.55	70338.00						
	C2	37.78	26.21	11.57	70339.00	11.77	0.28	0,02	0,01	0,02	
	D2	38.01	26.04	11.97	70339.00						
	e Type: Absolute Qua			No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
				No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
				No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
	Applied Biosystems 730			No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
	Comments:			No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
			Ct	GMO Ct NA	GMO Ct NA	GMO Ct NA	GMO Ct NA	GMO Ct NA	GMO Ct NA	GMO Ct NA	
				No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
	Run Date: Thursd:			No Amp	April 12	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	No Amp	
	G1	Indetermine	Undetermined	#VALUE!	NEG	#VALUE!	n=1				
	F1	31.4	32.18	-0.78	POS	-0.78	n=1	181,16		#VALUE!	
	A1	37.19	23.93	13.26	St 0	13.26	n=1	0,01		#VALUE!	
	B1	34.23	24.9	9.33	St 0.1	9.33	n=1	0,10		#VALUE!	
	C1	32.02	24.75	7.27	St 0.5	7.27	n=1	0,48		#VALUE!	
	D1	30.19	23.81	6.38	St 1.0	6.38	n=1	0,92		#VALUE!	
	E1	29.12	23.9	5.22	St 2.0	5.22	n=1	2,17		#VALUE!	

При всяко изследване се разработват сертифицирани стандартни материали (ССМ). Построява се автоматично стандартна крива от получените резултати на ССМ и се сравняват стойностите в изследваните продукти. Следи се за получените резултати в контролните проби: положителната проба трябва да отчита наднормена стойност, а отрицателната трябва да отчита, че не съдържа ГМО. Достоверността на изследването е 99,7%.

Пример

Етикетирание на фуражна суровина

Фуражната суровина е царевича. В нея има наличие на соя, която е 90% генетично модифицирана.

- Ако наличието на соя в царевича изразено като ботанически чистота е под 5%, резултатът трябва да бъде преизчислен и изразен към царевича общо. Съгласно Регламент (ЕО №767/2009 ботаническата чистота на фуражната суровина трябва да е 95%, допускат се 5% ботанически примеси, които се състоят от примеси от растителни суровини без неблагоприятни въздействия върху животните- напр. слама и семена от др. култивирани видове или плевели.

Напр. соята в царевичата е 5% от която 90% е генетично модифицирана:

5% соя	→	100% чистота
X	→	90% ГМ соя

1. X = 4,5% от соята в царевичата е ГМ соя

Този резултат се включва в 5% ботаническа чистота, но съгласно законодателството за ГМ храни и фуражи, резултатът е над 0,9% от което следва, че фуражната суровина следва да се етикетира, като върху етикета се обяви, че съдържа ГМ соя.

- Ако наличието на ГМ соя в царевичата е над 5% и тогава се изисква задължително етикетирание.



Благодаря за вниманието!