ZBIERKA ZÁKONOV
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

Ročník 2003

Vyhlásené: 31. 7. 2003 Vyhlásená verzia v Zbierke zákonov Slovenskej republiky

Obsah tohto dokumentu má informatívny charakter.

320

NARIADENIE VLÁDY
Slovenskej republiky
z 9. júla 2003
o monitorovaní určitých látok a ich rezíduí v živých zvieratách a v produktoch živočíšneho pôvodu

Vláda Slovenskej republiky podľa § 2 ods. 1 písm. k) zákona č. 19/2002 Z. z., ktorým sa ustanovujú podmienky vydávania aproximačných nariadení vlády Slovenskej republiky v znení zákona č. 207/2002 Z. z. a na vykonanie § 3 ods. 2 zákona č. 488/ 2002 Z. z. o veterinárnej starostlivosti a o zmene niektorých zákonov nariaďuje:

Úvodné ustanovenia

§ 1

(1) Týmto nariadením sa do právneho poriadku Slovenskej republiky transponujú právne predpisy Európskych spoločenstiev uvedené v prílohe č. 1.

(2) Toto nariadenie ustanovuje opatrenia na monitorovanie určitých látok v živých zvieratách a skupín rezíduí uvedených v prílohe č. 2.

§ 2

Na účely tohto nariadenia sa rozumie

a) nepovolenou látkou alebo nepovoleným liekom látka alebo liek, ktorých podávanie zvieratám sa podľa osobitných predpisov[1]) zakazuje,

b) nelegálnym ošetrením použitie nepovolenej látky alebo nepovoleného lieku alebo použitie látok alebo liekov,[2]) ktoré sú povolené na iné účely alebo povolené za podmienok ustanovených osobitným predpisom,[3])

c) rezíduami zvyšky látok s farmakologickým účinkom alebo ich metabolitov a ostatných látok prenášané do živočíšnych produktov, ktoré môžu byť škodlivé zdraviu ľudí,

d) príslušným orgánom orgán veterinárnej správy[4]) alebo ústredný orgán členského štátu,[5]) ktorý je príslušný vo veterinárnej oblasti, alebo každý orgán členského štátu, na ktorý tento ústredný orgán takúto právomoc preniesol,

e) úradnou vzorkou vzorka odobratá príslušným orgánom, ktorá je na účely vyšetrenia na rezíduá alebo látky uvedené v prílohe č. 2 označená údajmi o živočíšnom druhu a type zvieraťa, množstve, metóde odberu vzorky a náležitosťami, ktorými sa identifikuje pohlavie zvieraťa a pôvod zvieraťa alebo živočíšneho produktu,

f) schváleným laboratóriom štátne veterinárne laboratórium[6]) alebo laboratórium v členskom štáte schválené príslušným orgánom na účely vyšetrovania úradných vzoriek na detekciu prítomnosti rezíduí,

g) zvieratami druhy zvierat, na ktoré sa vzťahuje osobitný predpis,[7])

h) skupinou zvierat zvieratá rovnakého druhu, rovnakej vekovej kategórie, chované v rovnakom chove v rovnakom čase a za rovnakých podmienok chovu,

i) beta–agonistickou látkou látka s beta–adrenoceptoragonistickým účinkom.

(2) Na účely tohto nariadenia sa použijú aj pojmy uvedené v nariadeniach,[8]) ktorými sa transponujú právne predpisy Európskych spoločenstiev uvedené v prílohách č. 1 týchto nariadení.

Monitorovanie na účely detekcie určitých látok a ich rezíduí

§ 3

Produkčný proces chovu zvierat a prvotné produkty živočíšneho pôvodu sa monitorujú[9]) podľa § 4 až 8 na účely zisťovania prítomnosti rezíduí a látok uvedených v prílohe č. 2 v živých zvieratách, ich exkrementoch a telových tekutinách a tkanivách, ako aj v živočíšnych produktoch, krmivách a napájacej vode.

§ 4

(1) Koordináciu monitorovania podľa § 3 až 8 vykonáva Štátna veterinárna a potravinová správa Slovenskej republiky[10]) (ďalej len „štátna veterinárna a potravinová správa“).

(2) Na zabezpečenie vykonania inšpekcií podľa odseku 1 štátna veterinárna a potravinová správa

a) zostavuje plán[11]) podľa § 5, ktorý umožňuje regionálnej veterinárnej a potravinovej správe[12]) vykonávať požadované inšpekcie,

b) koordinuje činnosť príslušných orgánov veterinárnej správy[4]) a Ústavu štátnej kontroly veterinárnych biopreparátov a liečiv[13]) pri monitorovaní rôznych rezíduí a predchádzaní podvodnému používaniu látok alebo liekov na farmách hospodárskych zvierat; táto koordinácia sa týka všetkých ostatných orgánov štátnej správy, ktoré sa zúčastňujú predchádzania nelegálnemu ošetreniu v chovoch hospodárskych zvierat na farmách,

c) zhromažďuje údaje potrebné na vyhodnotenie použitých prostriedkov a výsledkov získaných pri vykonávaní opatrení podľa § 3 až 8,

d) zasiela najneskôr do 31. marca každého roku Európskej komisii údaje a výsledky uvedené v písmene c) vrátane výsledkov všetkých vykonaných prieskumov; tým nie sú dotknuté požiadavky na monitorovanie výživy zvierat ustanovené v osobitnom predpise.[14])

§ 5

(1) Štátna veterinárna a potravinová správa[10]) predkladá Európskej komisii plán a všetky jeho aktualizácie vykonané na základe skúseností z predchádzajúceho roka alebo predchádzajúcich rokov, a to najneskôr do 31. marca v roku, v ktorom došlo k jeho aktualizácii.

(2) Plán podľa odseku 1 musí

a) obsahovať spôsob detekcie alebo postup pri detekcii skupín rezíduí alebo látok podľa druhov zvierat uvedených v prílohe č. 3,

b) špecifikovať najmä opatrenia na detekciu prítomnosti

1. látok uvedených v písmene a) v zvieratách, napájacej vode pre zvieratá a na všetkých

miestach, kde sa zvieratá chovajú alebo držia,

2. rezíduí uvedených látok v živých zvieratách, ich exkrementoch a telových tekutinách, v tkanivách zvierat a v produktoch živočíšneho pôvodu, ako sú mäso, mlieko, vajcia a med,

c) zohľadňovať požiadavky na odber vzoriek a počty vzoriek ustanovených v prílohách č. 4 a 5.

§ 6

Plán musí zodpovedať rozsahu odberu vzoriek a frekvenciám odberov vzoriek ustanovených v prílohe č. 5. So súhlasom Európskej komisie štátna veterinárna a potravinová správa môže prispôsobiť minimálne kontrolné požiadavky ustanovené v prílohe č. 5, ak jednoznačne určí, že takého úpravy zvýšia celkovú účinnosť plánu vzhľadom na Slovenskú republiku a žiadnym spôsobom neznížia jeho schopnosť identifikovať rezíduá látok uvedených v prílohe č. 2 alebo prípady nelegálneho ošetrenia zvierat týmito látkami.

§ 7

Plán musí okrem náležitostí podľa § 5 ods. 2 zohľadňovať osobitosti situácie Slovenskej republiky a musí špecifikovať najmä

a) právne predpisy o používaní látok uvedených v prílohe č. 2 a najmä ustanovenia o ich zákaze alebo povolení, distribúcii a uvádzaní na trh a požiadavky, ktorými sa upravuje ich podávanie zvieratám,

b) infraštruktúru regionálnych veterinárnych a potravinových správ, schválených laboratórií a počty veterinárnych inšpektorov, ktorí sa zúčastňujú na realizácii tohto plánu,

c) zoznam schválených laboratórií s podrobnosťami o ich kapacite spracovania vzoriek,

d) maximálne limity rezíduí ustanovené pre povolené látky, pre ktoré nie sú upravené maximálne limity rezíduí právnymi predpismi Európskych spoločenstiev,

e) zoznam látok, ktoré sa zisťujú, metódy analýz, štandardy na interpretáciu zistení, a ak ide o látky uvedené v prílohe č. 2, počty vzoriek, ktoré sa odoberajú, s odôvodnením týchto počtov,

f) počty úradných vzoriek, ktoré sa odoberajú v súvislosti s počtami zvierat z druhov určených na zabíjanie v predchádzajúcich rokoch, v súlade s počtami vzoriek a frekvenciami odberu podľa prílohy č. 5,

g) podrobnosti o pravidlách na odber úradných vzoriek a najmä náležitostiach ich označovania,

h) druh opatrení nariadených regionálnou veterinárnou a potravinovou správou týkajúcich sa zvierat alebo produktov, v ktorých boli rezíduá zistené.

§ 8

(1) V súvislosti so zmenami situácie v Slovenskej republike alebo v niektorom jej regióne alebo na základe výsledkov národného prieskumu, alebo vyšetrovania vykonávaného v rámci opatrení podľa § 16 a 17 môže Slovenská republika požiadať Európsku komisiu, aby rozhodla o schválení zmien alebo doplnkov plánu.

(2) Štátna veterinárna a potravinová správa na základe výsledkov podľa § 4 ods. 2 písm. d) predkladá Európskej komisii na zabezpečenie súladu s týmto nariadením každoročné zmeny plánu. Európska komisia informuje Slovenskú republiku a členské štáty o schválení zmien plánu.

(3) Štátna veterinárna a potravinová správa informuje každých šesť mesiacov členské štáty a Európsku komisiu o zavedení plánov schválených podľa odseku 2 alebo o ďalšom vývoji situácie. Najneskôr do 31. marca každého roku štátna veterinárna a potravinová správa predkladá Európskej komisii výsledky plánu zisťovania rezíduí a látok podľa tohto nariadenia a výsledky kontrolných opatrení. Štátna veterinárna a potravinová správa zverejňuje výsledky zavádzania plánov vo Vestníku Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky.

Vlastné monitorovanie a zodpovednosť prevádzkovateľov

§ 9

(1) Farmy, z ktorých sa uvádzajú zvieratá na trh,[15]) a osoby, ktoré sa podieľajú na výmenách[16]) takýchto zvierat s členskými štátmi, musia byť vopred zaregistrované príslušným orgánom veterinárnej správy[4]) a musia sa zaviazať, že budú dodržiavať príslušné veterinárne požiadavky,[17]) najmä ustanovenia osobitného predpisu.[18])

(2) Vlastníci alebo osoby zodpovedné za prevádzkarne na prvotné spracovanie prvotných produktov živočíšneho pôvodu musia prijať potrebné opatrenia najmä vykonávaním vlastných kontrol, aby

a) prijímali len také zvieratá, u ktorých je ich výrobca schopný zaručiť, že boli dodržané ochranné lehoty po ukončení podávania veterinárnych liekov,

b) sa presvedčili, že hospodárske zvieratá alebo produkty z nich dodané do prevádzkarne neobsahujú

   1. rezíduá v množstvách, ktoré prekračujú maximálne povolené limity,

   2. ani stopové množstvá zakázaných látok alebo liekov.

(3) Výrobcovia alebo zodpovedné osoby podľa odsekov 1 a 2 môžu uvádzať na trh len

a) zvieratá, ktorým neboli podané žiadne nepovolené látky alebo nepovolené lieky alebo ktoré neboli nelegálne ošetrené,

b) zvieratá, u ktorých boli dodržané ochranné lehoty predpísané pre dané lieky alebo látky, ak im boli podané povolené lieky alebo látky,

c) produkty získané zo zvierat uvedených v písmenách a) a b).

(4) Ak do prevádzkarne prvotného spracovania dodáva zviera iná fyzická osoba alebo právnická osoba, ako je výrobca, povinnosti ustanovené v odseku 3 musí plniť táto osoba.

(5) Do špecifikácií obchodných značiek alebo etikiet musia byť zahrnuté zásady a opatrenia prevádzkovateľov pri vlastnom monitorovaní a kontrolách.

(6) Na požiadanie štátna veterinárna a potravinová správa informuje Európsku komisiu a členské štáty o prijatých zásadách a opatreniach podľa odseku 5 a najmä o prijatých opatreniach na kontrolu dodržiavania povinností podľa odseku 3 písm. a) a c).

§ 10

(1) Veterinárni lekári, ktorí monitorujú farmy, musia monitorovať aj podmienky chovu a formy ošetrenia uvedené v tomto nariadení.

(2) Súkromní veterinárni lekári[19]) musia zapisovať do registra vedeného na farme dátum a druh každého predpísaného ošetrenia alebo podaných veterinárnych liekov, identifikačné údaje ošetrených zvierat a zodpovedajúce ochranné lehoty.

(3) Chovateľ hospodárskych zvierat musí zapisovať do registra dátum a druh ošetrenia zvierat. Je tiež povinný presvedčiť sa, či boli dodržané ochranné lehoty od ukončenia liečenia zvierat a uchovávať päť rokov veterinárne záznamy, ktorými to preukáže.

(4) Funkciu registra podľa odseku 3 môže plniť aj osobitný register podľa osobitného predpisu.[3])

(5) Chovatelia hospodárskych zvierat a súkromní veterinárni lekári sú povinní poskytnúť

príslušnému orgánu veterinárnej správy[4]) na jeho žiadosť všetky informácie a najmä musia poskytnúť úradnému veterinárnemu lekárovi[20]) na bitúnku informácie, ktoré sa týkajú dodržiavania požiadaviek tohto nariadenia na danej farme.

§ 11

(1) Okrem kontrol vykonávaných v rámci plánov uvedených v § 5 alebo kontrol podľa osobitných predpisov[21]) môžu príslušné orgány veterinárnej správy a Ústav štátnej kontroly veterinárnych biopreparátov a liečiv[12]) vykonávať náhodné úradné kontroly

a) počas výroby látok uvedených v skupine A prílohy č. 2 a počas manipulácie s nimi, ich skladovania, prepravy, distribúcie a predaja alebo nadobúdania,

b) v ktoromkoľvek bode výrobného a distribučného reťazca krmív pre zvieratá,

c) v priebehu celého produkčného reťazca zvierat a surovín živočíšneho pôvodu, na ktoré sa vzťahuje toto nariadenie.

(2) Kontroly podľa odseku 1 sa musia vykonávať najmä so zreteľom na zisťovanie držby alebo prítomnosti zakázaných látok alebo liekov, ktoré sú určené na podávanie zvieratám na účely ich výkrmu alebo nelegálneho ošetrenia.

(3) Ak existuje podozrenie z nedodržania nariadení podľa odseku 1 a ak ide o pozitívny výsledok ktorejkoľvek z kontrol uvedených v odseku 1, použijú sa ustanovenia § 16 až 19 a opatrenia podľa § 22 až 28.

(4) Rozsah kontrol vykonávaných na bitúnku alebo pri prvom predaji zvierat z vodného hospodárstva (ďalej len „akvakultúry“) a produktov rybolovu možno zredukovať, ak farma, odkiaľ pochádzajú alebo odkiaľ sú odosielané, patrí k sieti monitorovaných chorôb zvierat alebo systému monitorovania kvality podľa § 9 ods. 5.

§ 12

(1) Kontroly podľa tohto nariadenia vykonávajú príslušné orgány veterinárnej správy[4]) bez predchádzajúceho upozornenia.

(2) Vlastník, osoba splnomocnená disponovať zvieratami alebo ich zástupcovia sú povinní umožniť úkony pri prehliadke pred zabitím a musia poskytnúť úradnému veterinárnemu lekárovi alebo odborne spôsobilej osobe[22]) súčinnosť pri každej manipulácii.

§ 13

Príslušné orgány veterinárnej správy[4]) sú povinné

a) požiadať vlastníka zvierat alebo osobu zodpovednú za zvieratá, alebo súkromného veterinárneho lekára zodpovedného za farmu o poskytnutie dokumentácie preukazujúcej druh ošetrenia, ak je podozrenie z nelegálneho ošetrenia,

b) vykonať alebo zabezpečiť vykonanie, ak sa po vyšetrovaní uvedenom v písmene a) potvrdí nelegálne ošetrenie alebo ak boli použité nepovolené látky alebo lieky, alebo ak je podklad pre podozrenie o ich použití,

   1. kontroly zvierat na mieste vo farmách, odkiaľ pochádzali alebo odkiaľ sa odosielali, najmä so zreteľom na detekciu takéhoto použitia a najmä každej stopy po implantátoch; v rámci týchto kontrol sa môžu odoberať úradné vzorky,

   2. kontroly na detekovanie látok, ktorých používanie je zakázané, alebo nepovolených látok a liekov na farmách, kde boli zvieratá chované, držané alebo vykrmované, ako aj v chovoch, ktoré sú s týmito farmami administratívne spojené, alebo na farmách, odkiaľ zvieratá pochádzali alebo odkiaľ boli odosielané; na tento účel sú potrebné úradné vzorky napájacej vody a krmív,

3. kontroly krmív a napájacej vody na mieste vo farmách, odkiaľ zvieratá pochádzajú alebo odkiaľ sa odosielajú, alebo ak ide o zvieratá z akvakultúr, vody, z ktorej boli vylovené,
4. kontrol podľa § 11 ods.1 písm. a),
5. všetkých kontrol potrebných na objasnenie pôvodu nepovolených látok alebo liekov alebo pôvodu nimi ošetrených zvierat,

c) ak boli prekročené najvyššie prípustné limity rezíduí ustanovené osobitným predpisom,[23]) vykonať všetky opatrenia alebo vyšetrovanie, ktoré považujú za vhodné v súvislosti s danými zisteniami.

§ 14

(1) Na analýzu každého jednotlivého rezídua alebo určitej jednotlivej skupiny rezíduí autorizuje štátna veterinárna a potravinová správa[24]) najviac jedno referenčné laboratórium. Zoznam referenčných laboratórií v Slovenskej republike je uvedený v časti C prílohy č. 6. Tieto laboratóriá

a) koordinujú činnosť ostatných laboratórií v Slovenskej republike, ktoré vykonávajú analýzy rezíduí a najmä koordinujú používané štandardy a metódy analýz pre každé rezíduum alebo skupinu rezíduí,

b) spolupracujú so štátnou veterinárnou a potravinovou správou pri organizácii plánu monitorovania rezíduí,

c) pravidelne organizujú porovnávacie testy pre každé rezíduum alebo skupinu rezíduí, ktorá im bola pridelená,

d) zabezpečujú, aby laboratóriá v Slovenskej republike dodržiavali ustanovené limity,

e) informujú o referenčných laboratóriách Európskych spoločenstiev uvedených v časti A prílohy č. 6,

f) zabezpečujú, aby sa ich zamestnanci zúčastňovali ďalších kurzov organizovaných Európskou komisiou alebo referenčnými laboratóriami Európskych spoločenstiev uvedenými v časti A prílohy č. 6.

(2) Referenčnými laboratóriami Európskych spoločenstiev sú laboratóriá ustanovené v časti A prílohy č. 6. Právomoci a úlohy týchto laboratórií sú uvedené v časti B prílohy č. 6.

§ 15

(1) Úradné vzorky sa musia odoberať podľa príloh č. 4 a 5 a musia sa vyšetrovať v schválených laboratóriách. Podrobnosti o odbere vzoriek a rutinných a referenčných metódach, ktoré sa musia používať pri analýzach úradných vzoriek, sú uvedené v prílohách č. 7 a 8.

(2) Ak sa vydá povolenie na uvádzanie do obehu[25]) veterinárneho lieku určeného na podávanie druhom zvierat, ktorých mäso alebo iné produkty sú určené na spotrebu ľuďmi, príslušný orgán veterinárnej správy[4]) musí postúpiť referenčným laboratóriám a Európskym spoločenstvám metódy na rutinné analyzovanie rezíduí tohto lieku.

(3) Pri látkach skupiny A prílohy č. 2 musia byť všetky pozitívne nálezy zaznamenané pri použití niektorej rutinnej metódy namiesto referenčnej metódy potvrdené schváleným laboratóriom s použitím referenčných metód uvedených v odseku 1.

(4) Pri všetkých látkach, ak je námietka na základe spornej analýzy, musia byť takéto výsledky potvrdené referenčným laboratóriom povereným podľa § 14 ods. 1 pre danú látku alebo rezíduum. Takéto potvrdzovanie sa v prípade potvrdenia výsledku vykonáva na náklady sťažovateľa.

(5) Ak sa vyšetrením úradnej vzorky zistí nelegálne ošetrenie, použijú sa § 16 a 19 spolu s opatreniami ustanovenými v § 22 až 28.

(6) Ak sa vyšetrením zistí prítomnosť rezíduí povolených látok alebo rezíduí kontaminantov v množstvách prekračujúcich najvyššie prípustné limity rezíduí, postupuje sa podľa § 18 a 19.

(7) Ak sa vyšetrenie podľa odsekov 5 a 6 vykonané na území členského štátu vzťahuje na zvieratá alebo produkty živočíšneho pôvodu pochádzajúce zo Slovenskej republiky, príslušný orgán veterinárnej správy[4]) na odôvodnenú žiadosť príslušného orgánu členského štátu, ktorý vykonal vyšetrenie, použije na farme alebo v prevádzkarni pôvodu alebo odoslania živočíšnych produktov alebo zvierat postup podľa § 16 a § 17 až 19, ako aj opatrenia podľa § 22 až 28.

(8) Ak sa vyšetrenie podľa odsekov 5 a 6 vzťahuje na zvieratá alebo produkty živočíšneho pôvodu dovezené z tretej krajiny,[26]) oznámi to štátna veterinárna a potravinová správa Európskej komisii.

§ 16

Ak sa zistia pozitívne výsledky podľa § 15,

a) regionálna veterinárna a potravinová správa musí bez zbytočného odkladu získať
   1. všetky informácie potrebné na identifikáciu zvieraťa a farmy, odkiaľ pochádzalo alebo odkiaľ bolo odoslané,
   2. úplné podrobnosti o vyšetrení a jeho výsledkoch;
   ak kontroly vykonané v Slovenskej republike poukazujú na potrebu vyšetrovania alebo iných opatrení v jednom alebo vo viacerých členských štátoch, alebo v tretích krajinách, štátna veterinárna a potravinová správa informuje Európsku komisiu a členské štáty a požiada Európsku komisiu o koordinovanie opatrení,
b) regionálna veterinárna a potravinová správa vykoná
   1. vyšetrovanie na farme alebo odoslanie vzoriek na zistenie dôvodov prítomnosti rezíduí,
   2. vyšetrovanie zdroja alebo zdrojov látok alebo liekov, ktorých sa to týka na stupni výroby, manipulácie, skladovania, prepravy, podávania, distribúcie alebo predaja liekov, ak ide o nelegálne ošetrenie,
   3. všetky ďalšie vyšetrovania, ktoré považuje za potrebné,
c) musia byť zvieratá, z ktorých boli vzorky odobraté, zreteľne identifikované a zvieratá nesmú opustiť farmu, kým nie sú k dispozícii výsledky kontrol.

§ 17

Ak sa zistí, že ide o nelegálne ošetrenie, regionálna veterinárna a potravinová správa musí zabezpečiť, aby boli hospodárske zvieratá, ktorých sa týkajú vyšetrenia uvedené v § 13 písm. b), ihneď umiestnené pod úradnú kontrolu. Ďalej musí zabezpečiť, aby všetky zvieratá, na ktoré sa opatrenia vzťahujú, boli označené alebo identifikované a aby sa najprv odobrala úradná vzorka zo štatisticky reprezentatívnej vzorky na medzinárodne uznávanom vedeckom základe.

§ 18

(1) Ak sa zistí prítomnosť rezíduí povolených látok alebo liekov v množstve prekračujúcom maximálny limit rezíduí pri uvádzaní zvierat alebo produktov živočíšneho pôvodu na trh, musí príslušný orgán veterinárnej správy[4]) vykonať vyšetrenie na farme, kde sa vyskytli, a zistiť, prečo boli uvedené limity prekročené. Podľa výsledkov tohto vyšetrovania prijme príslušný orgán veterinárnej správy[4]) všetky potrebné opatrenia na ochranu zdravia ľudí, ktorými môže byť aj zákaz premiestňovania zvierat z danej farmy alebo zákaz odosielania produktov živočíšneho pôvodu z farmy alebo prevádzkarne na určený čas.

(2) Ak ide o opakované prekračovania maximálnych limitov rezíduí pri uvádzaní zvierat na trh alebo pri uvádzaní produktov živočíšneho pôvodu na trh chovateľom alebo spracovateľskou prevádzkarňou, musia príslušné orgány veterinárnej správy[4]) vykonať počas najmenej šiestich

mesiacov intenzívne kontroly zvierat alebo produktov živočíšneho pôvodu z príslušnej farmy alebo prevádzkarne a produkty živočíšneho pôvodu alebo telá zabitých zvierat musia byť pozastavené, kým nie sú k dispozícii výsledky analýz vzoriek.

(3) Ak sa na základe výsledkov vyšetrovania zistí, že sú prekročené maximálne limity rezíduí, musia sa telá alebo produkty živočíšneho pôvodu, na ktoré sa tieto výsledky vzťahujú, posúdiť a označiť ako nepožívateľné pre ľudí.

§ 19

(1) Náklady za vyšetrovanie a kontroly podľa § 16 uhrádza vlastník zvierat alebo osoba za ne zodpovedná. Ak vyšetrovanie potvrdí, že podozrenie bolo odôvodnené, náklady na analýzy vykonané podľa § 17 a 18 uhrádza vlastník zvierat alebo osoba za ne zodpovedná.

(2) Náklady na likvidáciu tiel zvierat, ktoré boli pozitívne, alebo zvierat, ktoré sa považujú za pozitívne podľa § 23, uhrádza vlastník zvierat bez nároku na odškodnenie alebo náhradu kompenzácie. Týmto nie sú dotknuté ustanovenia osobitných predpisov.[27])

§ 20

(1) Ak je to potrebné, na účely tohto nariadenia sa použije osobitný predpis.[28])

(2) Ak členský štát informuje štátnu veterinárnu a potravinovú správu, že sa v Slovenskej republike nevykonávajú alebo sa prestali vykonávať kontroly podľa tohto nariadenia, štátna veterinárna a potravinová správa po vyšetrovaní vykonanom podľa § 16 písm. b) prijme všetky potrebné opatrenia a pri najbližšej príležitosti oznámi príslušnému ústrednému orgánu členského štátu prijaté rozhodnutia a ich dôvody. Ak sa tento členský štát obáva, že sa opatrenia nevykonávajú alebo nie sú dostatočné, príslušné orgány Slovenskej republiky v spolupráci s príslušnými orgánmi členského štátu hľadajú spôsob a prostriedky nápravy situácie; ak je to vhodné, môže medzi ne patriť aj kontrola príslušnými orgánmi členského štátu na mieste v Slovenskej republike. Slovenská republika a členský štát informujú Európsku komisiu o situácii a jej riešení.

(3) Ak Slovenská republika dospeje k záveru, že sa kontroly podľa právneho predpisu uvedeného v prílohe č. 1 nevykonávajú alebo sa prestali vykonávať v niektorom členskom štáte, informuje o tom príslušný ústredný orgán členského štátu. Ak sa Slovenská republika obáva, že sa opatrenia nevykonávajú alebo nie sú dostatočné, spolu s príslušnými orgánmi členského štátu hľadá spôsob a prostriedky nápravy situácie; môže nimi byť aj kontrola na mieste v danom členskom štáte. Slovenská republika a členský štát informujú Európsku komisiu o situácii a jej riešení.

(4) Ak Slovenská republika a členský štát v prípade podľa odsekov 2 a 3 nedospejú k dohode, je štátna veterinárna a potravinová správa povinná, ak to neurobí príslušný orgán členského štátu, oznámiť záležitosť Európskej komisii. Kým nie je k dispozícii stanovisko Európskej komisie, môže členský štát určenia alebo Slovenská republika, ak je štátom určenia, vykonávať kontroly produktov pochádzajúcich z prevádzkarní alebo chovov, ktorých sa spor týka, a ak je výsledok vyšetrovania pozitívny, prijímať opatrenia ustanovené osobitným predpisom.[29])

§ 21

(1) V rozsahu potrebnom na jednotné použitie právneho predpisu Európskych spoločenstiev uvedeného v prílohe č. 1 veterinárni odborníci Európskej komisie môžu v spolupráci s príslušnými orgánmi veterinárnej správy[4]) overovať na mieste v Slovenskej republike, či sú jednotne zavedené plány a systém kontroly plánov príslušnými orgánmi veterinárnej správy. Príslušné orgány veterinárnej správy, iné orgány verejnej správy a osoby, ktorých sa tieto kontroly týkajú, poskytnú odborníkom Európskej komisie pri plnení ich úloh všetku potrebnú pomoc, najmä im umožnia

prístup ku všetkým potrebným informáciám, dokladom a osobám, ako aj vstup do miest, prevádzkarní, zariadení a dopravných prostriedkov na účely vykonávania kontrol v rovnakom rozsahu ako príslušnému orgánu.

(2) Príslušné orgány prijmú všetky opatrenia, ktoré sú s ohľadom na výsledky overovania podľa odseku 1 potrebné, a oznámia ich Európskej komisii. Ak Európska komisia nepovažuje opatrenia prijaté príslušnými orgánmi Slovenskej republiky za dostatočné, je oprávnená po konzultácii s príslušnými orgánmi veterinárnej správy prijať vhodné opatrenia potrebné na ochranu zdravia ľudí.

Opatrenia pri porušovaní požiadaviek

§ 22

Ak sa zistia v držbe neoprávnených osôb nepovolené látky alebo nepovolené lieky uvedené v skupine A a B prílohy č. 2, musia sa umiestniť pod kontrolu príslušného orgánu veterinárnej správy,[4]) kým tento neprijme vhodné opatrenia. Možnosť uloženia sankcií podľa osobitného predpisu[30]) porušovateľovi nie je týmito opatreniami dotknutá.

§ 23

(1) V čase, keď sú zvieratá z tejto farmy pod úradnou kontrolou podľa § 17, nesmú túto farmu opustiť alebo byť odovzdané inej osobe okrem prípadu, ak sa to uskutočňuje pod kontrolou príslušných orgánov veterinárnej správy.[4]) Príslušný orgán veterinárnej správy prijme s ohľadom na druh identifikovanej látky alebo látok vhodné bezpečnostné opatrenia.

(2) Ak sa po odbere vzoriek vykonanom podľa § 17 potvrdí, že ide o prípad nelegálneho ošetrenia, zviera alebo zvieratá, u ktorých sa zistilo, že sú pozitívne, sa musia ihneď na mieste zabiť alebo ihneď s veterinárnym certifikátom previesť na určený bitúnok alebo do kafilérie, kde musia byť zabité. Takto zabité zvieratá sa musia zaslať do prevádzkarne na spracovanie vysokorizikového odpadu uvedenej v osobitnom predpise[31]) a odobrať na náklady farmy vzorky z celej dávky zvierat, ktoré patria k farme, na ktorej sa vykonali kontroly, a ktoré môžu byť podozrivé.

(3) Ak je polovica vzoriek alebo viac ako polovica vzoriek odobratých reprezentatívnym odberom podľa § 17 pozitívnych, môže sa chovateľ rozhodnúť medzi kontrolou všetkých zvierat prítomných na farme, ktoré môžu byť podozrivé, alebo zabitím týchto zvierat.

(4) Najmenej nasledujúcich 12 mesiacov farma alebo farmy patriace rovnakému vlastníkovi podliehajú prísnejším kontrolám na príslušné rezíduá. Ak bol určený organizovaný systém vlastného monitorovania, tento systém sa farmárovi počas uvedenej lehoty odníma.

(5) Ak sa zistí porušenie požiadaviek, podliehajú farmy alebo prevádzkarne, ktoré zásobujú daný chov, ďalším kontrolám okrem kontrol podľa § 11 ods. 1 zameraným na určenie pôvodu príslušnej látky. Rovnaké opatrenia sa použijú aj na všetky farmy prevádzkarne v rovnakom zásobovacom reťazci zvierat a krmív, ako je farma, odkiaľ pozitívne zvieratá pochádzali alebo odkiaľ boli odoslané.

§ 24

Úradný veterinárny lekár na bitúnku je povinný,

a) ak má podozrenie alebo dôkaz o tom, že príslušné zvieratá boli nelegálne ošetrené alebo že im boli podané nepovolené látky alebo lieky,
   1. nariadiť, aby boli tieto zvieratá zabité oddelene od ostatných dávok zvierat prijatých na bitúnku,
   2. pozastaviť telá zvierat a vedľajšie jatočné produkty a vykonať všetky postupy odberu vzoriek

potrebné na detekciu príslušných látok,

3. zhabať mäso a vedľajšie jatočné produkty a zaslať ich do prevádzkarne na spracovanie vysokorizikových odpadov[31]) bez odškodnenia alebo náhrady škody, ak získa pozitívne výsledky; v tomto prípade sa použijú ustanovenia § 20 až 23,

b) ak má podozrenie alebo dôkaz o tom, že zvieratá boli ošetrené povolenými látkami alebo liekmi, ale neboli dodržané ochranné lehoty, odložiť zabitie zvierat, kým sa nepresvedčí, že množstvo rezíduí neprekračuje povolené hodnoty; tento čas nesmie byť kratší, ako je ochranná lehota ustanovená osobitným predpisom[32]) pre príslušnú látku alebo ako ochranné lehoty podľa povolenia na uvádzanie lieku do obehu;[25]) v naliehavom prípade, ak sa to vyžaduje z hľadiska pohody zvierat alebo ak má bitúnok takú infraštruktúru alebo zariadenia, že zabitie nemožno odložiť, možno zvieratá zabiť pred uplynutím lehoty zákazu alebo odkladu zabíjania, ale mäso a vedľajšie jatočné produkty sa musia pozastaviť až do získania výsledku kontrol vykonaných úradným veterinárnym lekárom bitúnku; na spotrebu ľuďmi možno použiť len mäso a vedľajšie jatočné produkty, ktoré obsahujú množstvo rezíduí neprekračujúce povolené limity,

c) posúdiť a označiť ako nepožívateľné pre ľudí telá a produkty živočíšneho pôvodu, v ktorých množstvo rezíduí prekračuje limity ustanovené osobitným predpisom.[23])

§ 25

Ak sa potvrdí držanie, používanie alebo výroba nepovolených látok alebo liekov vo výrobnej prevádzkarni, pozastavia sa všetky povolenia alebo úradné schválenia vydané príslušnej prevádzkarni na čas, počas ktorého prevádzkareň podlieha prísnejším kontrolám. Ak ide o opakované porušenie, príslušné orgány[33]) zrušia prevádzkarni povolenie alebo schválenie. Postihy podľa osobitných predpisov[27]) nie sú týmto dotknuté.

§ 26

Týmto nariadením nie je dotknuté právo na odvolanie proti rozhodnutiam príslušných orgánov veterinárnej správy podľa osobitného predpisu.[34])

§ 27

Okrem postihov podľa osobitných predpisov[28]) alebo sankcií uložených profesnými organizáciami[35]) vykonávajú príslušné orgány[36]) v rámci svojich pôsobností opatrenia proti osobám, ktoré sú zodpovedné za prenos alebo podanie zakázaných látok zvieratám, alebo za podanie zvieratám povolených látok, ale na iné účely, ako sú účely ustanovené osobitnými predpismi.[37])

§ 28

(1) Pri každom neposkytnutí potrebnej spolupráce[38]) príslušnému orgánu veterinárnej správy, pri sťažovaní alebo marení výkonu inšpekcií a odberu vzoriek požadovaných v rámci zavádzania plánov monitorovania rezíduí a vyšetrovania a kontrol podľa tohto nariadenia zamestnancami bitúnku alebo prevádzkovateľom bitúnku alebo ak ide o súkromnú prevádzkareň vlastníkom bitúnku alebo vlastníkom zvierat, alebo osobou, ktorá je nimi oprávnená disponovať, príslušný orgán veterinárnej správy uloží sankcie podľa osobitného predpisu.[39])

(2) Ak sa preukáže, že vlastník alebo prevádzkovateľ bitúnku pomáhal utajiť nelegálne použitie zakázaných látok, štátna veterinárna a potravinová správa navrhne neposkytnúť podporu rozvojových programov poľnohospodárstva a vidieka na jeden rok.

Dovoz z tretích krajín

§ 29

(1) V zoznamoch tretích krajín, z ktorých sa povoľuje[40]) dovoz živých zvierat a produktov

živočíšneho pôvodu do Slovenskej republiky a na ktoré sa vzťahuje toto nariadenie, môže byť zapísaná len tretia krajina, ktorá predložila plán s vymedzenými zárukami, ktoré táto krajina poskytuje s ohľadom na monitorovanie skupín rezíduí a látok uvedených v prílohe č. 2.

(2) Ak nie sú požiadavky odseku 1 splnené, zapísanie tretej krajiny do zoznamov tretích krajín môže hlavný veterinárny lekár Slovenskej republiky pozastaviť až do ich splnenia.

(3) Dodržiavanie požiadaviek a záruk poskytovaných plánmi predloženými tretími krajinami sa overuje kontrolami uvedenými v osobitnom predpise.[41])

(4) Štátna veterinárna a potravinová správa informuje každoročne Európsku komisiu o výsledkoch kontrol rezíduí vykonaných u zvierat a v produktoch živočíšneho pôvodu dovezených z tretích krajín podľa osobitného predpisu.[42])

§ 30

(1) Ak sa kontrolami vykonanými podľa osobitných predpisov[42]) zistí použitie nepovolených látok alebo liekov na ošetrenie zvierat v danej skupine zvierat[43]) alebo prítomnosť takýchto liekov alebo látok v celej skupine alebo časti skupiny pochádzajúcej z rovnakej prevádzkarne, príslušný orgán veterinárnej správy[4]) prijme vzhľadom na zvieratá a produkty živočíšneho pôvodu, ktorých sa takéto použitie týka, tieto opatrenia:

a) informuje Európsku komisiu o druhu použitých látok alebo liekov a o danej skupine zvierat, aby Európska komisia mohla postúpiť informáciu všetkým hraničným inšpekčným staniciam,[44])

b) vykonáva prísnejšie kontroly všetkých skupín zvierat alebo produktov živočíšneho pôvodu z rovnakého zdroja; rovnaká povinnosť vykonávať prísnejšie kontroly všetkých skupín zvierat z rovnakého zdroja sa vzťahuje aj na zvieratá a produkty živočíšneho pôvodu, o ktorých má informáciu podľa písmena a) zistenú členským štátom,

c) pozastaví v rámci nariadených kontrol podľa písmena b) na hraničnej inšpekčnej stanici nasledujúcich desať skupín zvierat z rovnakého zdroja a vykoná kontrolu rezíduí odberom reprezentatívnej vzorky z každej skupiny zvierat alebo jej časti; príslušný orgán veterinárnej správy musí požadovať pri pozastavení skupiny zvierat zloženie zálohy za inšpekčné náklady.[45])

(2) Ak sa ďalšími kontrolami podľa odseku 1 zistí prítomnosť nepovolených látok alebo liekov alebo rezíduí týchto látok alebo liekov, vykoná príslušný orgán veterinárnej správy[4]) tieto opatrenia:

a) príslušná skupina zvierat alebo jej časť sa musí na náklady odosielateľa alebo jeho zástupcu vrátiť do krajiny, odkiaľ pochádzala, so zreteľným vyznačením dôvodov zamietnutia dávky v certifikáte, ktorý ju sprevádza,

b) v závislosti od povahy zisteného porušenia požiadaviek a rizika spojeného s týmto porušením sa musí ponechať na odosielateľovi rozhodnutie, či sa skupina zvierat alebo jej časť zašle späť do krajiny pôvodu alebo či sa bez možnosti odškodnenia alebo kompenzácie zničí alebo použije na iné účely.

(3) O výsledkoch prísnejších kontrol podľa odsekov 1 a 2 informuje príslušný orgán veterinárnej správy[4]) Európsku komisiu, aby bolo možné na základe týchto informácií vykonať potrebné vyšetrovania a identifikovať dôvody a pôvod zisteného porušenia požiadaviek.

(4) Ak sa vykonanými kontrolami podľa osobitného predpisu[46]) zistí, že boli prekročené maximálne limity rezíduí, použijú sa opatrenia uvedené v odseku 1 písm. b) a v odseku 2.

§ 31
Prechodné a záverečné ustanovenie

Metódy podľa osobitných predpisov uvedených v bodoch 1 až 3 prílohy č. 10 pre analýzu úradných vzoriek látok uvedených v skupine A prílohy č. 2 sa môžu používať do 1. septembra 2004. Metódy používané podľa doterajších predpisov pre látky uvedené v skupine B prílohy č. 2 musia byť v súlade s touto prílohou najneskôr do 1. septembra 2007.

§ 32
Účinnosť

Toto nariadenie nadobúda účinnosť 1. augusta 2003 s výnimkou § 4 ods. 2 písm. d), § 5 ods. 1, § 8, § 9 ods. 6, § 15 ods. 8, § 16 písm. a) bod 2 druhá veta, § 20 ods. 2 až 4, § 21, § 29 ods. 4 a § 30 ods. 1 písm. a) a ods. 3, ktoré nadobúdajú účinnosť dňom nadobudnutia platnosti zmluvy o pristúpení Slovenskej republiky k Európskej únii.

Mikuláš Dzurinda v. r.

Príloha č. 1
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

ZOZNAM TRANSPONOVANÝCH PRÁVNYCH PREDPISOV

Smernica Rady 96/23/ES z 29. apríla 1996 o opatreniach na monitorovanie určitých látok a ich rezíduí v živých zvieratách a v živočíšnych produktoch a ktorou sa rušia smernice 85/358/EHS a 86/469/EHS a rozhodnutia 89/187/EHS a 91/664/EHS (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, L 125, 23. 5. 1996, s. 10) v znení

Rozhodnutia Komisie 97/747/ES (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, L 303, 6. 11. 1997, s. 12),

Rozhodnutia Komisie 98/179/ES (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, L 65, 5. 3. 1998, s. 31),

Rozhodnutia Komisie 2002/657/ES (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, L 221, 17. 8. 2002, s. 8).

Smernica Rady a rozhodnutia Komisie sú preložené do slovenského jazyka. Do úradného prekladu v slovenskom jazyku možno nahliadnuť v sídle Inštitútu pre aproximáciu práva Úradu vlády Slovenskej republiky, Námestie slobody 1/29, Bratislava.

Príloha č. 2
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

ZOZNAM URČITÝCH LÁTOK V ŽIVÝCH ZVIERATÁCH A SKUPÍN REZÍDUÍ

SKUPINA A
LÁTKY S ANABOLICKÝM ÚČINKOM A NEPOVOLENÉ LÁTKY

1. stilbény, deriváty stilbénov a ich soli a estery,
2. antityreoidné látky,
3. steroidy,
4. laktóny kyseliny rezorcylovej vrátane zeranolu,
5. beta–agonisti,
6. látky uvedené v osobitnom predpise.[1])

SKUPINA B
VETERINÁRNE LIEKY, LÁTKY, KTORÉ MÔŽU BYŤ POUŽITÉ NA VETERINÁRNE ÚČELY, A KONTAMINANTY

1. Antibakteriálne látky vrátane sulfónamidov a chinolínov
2. Iné veterinárne lieky
   a) antihelminitiká,
   b) antikokcidiká vrátane nitroimidazolov,
   c) karbamáty a pyretroidy,
   d) sedatíva,
   e) nesteroidné protizápalové lieky (NPL),
   f) ostatné farmakologicky aktívne látky.
3. Ostatné látky a kontaminanty prostredia
   a) organochlórové zlúčeniny vrátane PCB,
   b) organofosfáty,
   c) chemické prvky,
   d) mykotoxíny,
   e) farbivá,
   f) iné.

Príloha č. 3
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

PLÁN DETEKCIE SKUPÍN REZÍDUÍ ALEBO LÁTOK PODĽA DRUHOV ZVIERAT A PRODUKTOV ŽIVOČÍŠNEHO PÔVODU

Skupina rezíduí alebo látok	Hovädzí dobytok, ovce, kozy, ošípané, nepárnokopytníky	Hydina	Zvieratá z akvakultúr	Mlieko	Vajcia	Králičie mäso, zverina* a zver z farmových chovov	Med
Skupina A							
1.	X	X	X			X	
2.	X	X				X	
3.	X	X	X			X	
4.	X	X				X	
5.	X	X				X	
6.	X	X	X	X	X	X	
Skupina B							
1.	X	X	X	X	X	X	X
2.(a)	X	X	X	X		X	
2. (b)	X	X			X	X	
2. (c)	X	X				X	X
2. (d)	X						
2. (e)	X	X		X		X	
2. (f)							
3. (a)	X	X	X	X	X	X	X
3. (b)	X			X			X
3. (c)	X	X	X	X		X	X
3. (d)	X	X	X	X			
3. (e)			X				
3. (f)							

*Na zverinu z voľne žijúcej zveri sa vzťahujú len chemické prvky.

Príloha č. 4
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

STRATÉGIA ODBERU VZORIEK

1. Plán kontroly rezíduí sa zameriava na skúmanie a zisťovanie príčin nebezpečenstiev rezíduí v potravinách živočíšneho pôvodu na farmách, na bitúnkoch, v mliekarňach, prevádzkarňach na spracovanie rýb, v zberniach, triediarňach a baliacich strediskách vajec. Úradné vzorky sa odoberajú v súlade s príslušnými požiadavkami podľa prílohy č. 5. Vždy, keď sa odoberajú úradné vzorky, ich odber musí byť neočakávaný a nepredvídaný a nesmie sa uskutočňovať v žiadnom pevne stanovenom čase a v určitom dni týždňa. Príslušné orgány veterinárnej správy[1]) musia prijať všetky bezpečnostné opatrenia potrebné na zabezpečenie trvalého prvku prekvapenia pri kontrolách.
2. Pri látkach zo skupiny A podľa prílohy č. 2 musí byť dohľad zameraný na zisťovanie nelegálneho podávania zakázaných látok zvieratám alebo zneužívania pri podávaní schválených látok. Dôraz takéhoto odberu vzoriek sa musí sústrediť na príslušnú časť prílohy č. 5. Vzorky sa musia odoberať cielene, pričom sa musia zohľadniť minimálne také kritériá, ako sú pohlavie, vek, živočíšny druh zvierat, systém výkrmu, všetky dostupné anamnestické a podkladové informácie a všetky dôkazy o nesprávnom používaní alebo zneužívaní látok zo skupiny A. Podrobnosti o týchto kritériách sú uvedené v prílohe č. 7.
3. Pri látkach zo skupiny B podľa prílohy č. 2 musí byť dohľad zameraný najmä na kontrolu dodržiavania
   a) maximálnych limitov rezíduí veterinárnych liekov uvedených v osobitnom predpise,[2])
   b) maximálnych limitov rezíduí pesticídov uvedených v osobitnom predpise,[2])
   c) monitorovania koncentrácie kontaminantov prostredia.
4. Ak pri predložení plánu kontroly rezíduí Slovenskej republiky Európskej komisii nemožno odôvodniť náhodnosť odberu vzoriek, všetky vzorky musia byť cielené podľa kritérií uvedených v prílohe č. 7.

Príloha č. 5
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

ROZSAHY A FREKVENCIA ODBERU ÚRADNÝCH VZORIEK

Účelom tejto prílohy je ustanoviť minimálne počty zvierat, z ktorých sa musia odoberať vzorky. Každá vzorka sa môže analyzovať na detekciu prítomnosti jednej alebo viacerých látok.

ČASŤ A
HOVÄDZÍ DOBYTOK, OŠÍPANÉ, OVCE, KOZY A KONE

1. Hovädzí dobytok

Minimálny počet zvierat, ktoré sa každý rok kontrolujú na všetky druhy rezíduí a látok, sa musí rovnať najmenej 0,4 % z kusov hovädzieho dobytka zabitých v Slovenskej republike v predchádzajúcom roku s týmto rozpisom:

Skupina A: 0,25 % rozdelených takto:

1. jedna polovica vzoriek sa odoberá zo živých zvierat v chove; výnimočne sa môže 25 % vzoriek analyzovaných na zisťovanie látok zo skupiny A 5 odobrať z vhodného materiálu, ako sú krmivá, napájacia voda atď.,
2. jedna polovica vzoriek v skupine A sa odoberá na bitúnku.

Každá podskupina v skupine A podľa príloh č. 2 a 3 sa musí každý rok skontrolovať prostredníctvom 5 % z celkového počtu vzoriek, ktorý sa odoberá na skupinu A. Zostatok sa musí rozdeliť podľa skúseností a informácií za predchádzajúce obdobie v Slovenskej republike.

Skupina B: 0,15 % rozdelených takto:

1. 30 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 1,
2. 30 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 2,
3. 10 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 3.

Zostatok sa musí rozdeliť podľa situácie v Slovenskej republike.

2. Ošípané

Minimálny počet zvierat, ktoré sa každý rok kontrolujú na všetky druhy rezíduí a látok, sa musí rovnať najmenej 0,05 % z ošípaných zabitých v Slovenskej republike v predchádzajúcom roku s týmto rozpisom:

Skupina A: 0,02 %

Ak sa odoberajú vzorky zo zvierat na bitúnku, musia sa navyše vykonať analýzy napájacej vody, krmív, fekálií alebo ďalších vhodných ukazovateľov na úrovni fariem. V tomto prípade minimálny počet fariem, ktoré sa musia ročne navštíviť, predstavuje najmenej jednu farmu na 100 000 ošípaných zabitých v predchádzajúcom roku.

Každá podskupina v skupine A sa musí každý rok skontrolovať prostredníctvom najmenej 5 % z celkového počtu vzoriek, ktorý sa odoberá na skupinu A. Zostatok sa rozdelí podľa skúseností a podkladových informácií v Slovenskej republike.

Skupina B: 0,03 %

Musí sa dodržať rovnaký rozpis ako pri hovädzom dobytku. Zostatok sa rozdelí podľa situácie v Slovenskej republike.

3. Ovce a kozy

Minimálny počet zvierat, ktoré sa každý rok kontrolujú na všetky druhy rezíduí a látok, sa musí rovnať najmenej 0,05 % z kusov oviec a kôz starších ako tri mesiace zabitých v Slovenskej republike v predchádzajúcom roku s týmto rozpisom:

Skupina A: 0,01 %

Každá podskupina v skupine A sa musí každý rok skontrolovať prostredníctvom najmenej 5 % z celkového počtu vzoriek, ktorý sa odoberá na skupinu A. Zostatok sa rozdelí podľa skúseností a podkladových informácií v Slovenskej republike.

Skupina B: 0,04 %

Musí sa dodržať rovnaký rozpis ako pri hovädzom dobytku. Zostatok sa rozdelí podľa skúseností v Slovenskej republike.

4. Nepárnokopytníky

Počet vzoriek sa určí na základe identifikovaných problémov.

ČASŤ B

BROJLEROVÉ KURČATÁ, VYNESENÉ NOSNICE, MORKY, OSTATNÁ HYDINA

Vzorka pozostáva z jedného alebo viacerých zvierat v závislosti od požiadaviek analytických metód.

Minimálny počet vzoriek, ktorý sa každý rok odoberá z každej kategórie hydiny (brojlerové kurčatá, vynesené nosnice, morky, ostatná hydina), sa rovná najmenej jednej vzorke na 200 ton ročnej produkcie (hmotnosť zabitých zvierat), a ak sa uvažuje s ročnou produkciou danej kategórie hydiny vyššou ako 5 000 ton, minimálny počet vzoriek je 100 vzoriek pre každú skupinu látok. Musí sa dodržať tento rozpis:

Skupina A: 50 % z celkového počtu vzoriek

Ekvivalent jednej pätiny z týchto vzoriek sa musí odobrať na úrovni farmy.

Každá podskupina v skupine A sa musí každý rok skontrolovať prostredníctvom najmenej 5 % z celkového počtu vzoriek, ktorý sa odoberá na skupinu A. Zostatok sa rozdelí podľa skúseností a podkladových informácií v Slovenskej republike.

Skupina B: 50 % z celkového počtu vzoriek

1. 30 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 1,
2. 30 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 2,
3. 10 % vzoriek sa musí skontrolovať na látky zo skupiny B bodu 3.

Zostatok sa rozdelí podľa situácie v Slovenskej republike.

ČASŤ C

PRODUKTY VODNÉHO HOSPODÁRSTVA

Produkty farmových chovov rýb

Jednou vzorkou je jedna alebo viac rýb podľa veľkosti rýb a požiadaviek analytickej metódy.

Musí sa dodržať nižšie uvedený rozsah a frekvencia odberu vzoriek v závislosti od produkcie rýb na farmách vyjadrenej v tonách.

Minimálny počet vzoriek, ktorý sa odoberá každý rok, musí byť najmenej jedna vzorka na 100 ton ročnej produkcie.

Zisťované látky a vzorky vybrané na analýzu sa musia vyberať podľa pravdepodobného používania týchto látok.

Musí sa dodržať tento rozpis:

Skupina A: jedna tretina z celkového počtu vzoriek

Všetky vzorky sa musia odobrať na úrovni farmy z rýb vo všetkých fázach chovu vrátane konzumných rýb, ktoré sú už pripravené na uvedenie na trh na spotrebu.

V prípade morského chovu, ak sú osobitne obťažné podmienky odberu vzoriek, možno odobrať namiesto vzoriek rýb vzorky krmiva, ktoré je na mieste.

Skupina B: dve tretiny z celkového počtu vzoriek; odber vzoriek sa vykonáva

a) prednostne na farme z konzumných rýb, ktoré sú už pripravené na uvedenie na trh,

b) buď v spracovateľskej prevádzkarni, alebo na úrovni veľkoobchodu z čerstvých rýb s podmienkou, že ak sú výsledky pozitívne, možno vykonať spätné zistenie farmy, odkiaľ ryby pochádzali.

Vo všetkých prípadoch sa vzorky odoberané na úrovni farmy odoberajú z najmenej 10 % registrovaných produkčných lokalít.

Ostatné produkty vodného hospodárstva

Ak je predpoklad, že sa veterinárne lieky alebo chemikálie podávajú iným produktom vodného hospodárstva alebo ak je podozrenie na kontamináciu prostredia, musia sa tieto druhy vodných živočíchov zahrnúť do plánu odberu vzoriek úmerne k ich produkcii ako dodatočné vzorky k vzorkám odobratým z rybných fariem.

ČASŤ D
MLIEKO

Kravské mlieko

A. Požiadavky na odber vzoriek

1. Každú úradnú vzorku musí odobrať veterinárny inšpektor príslušného orgánu veterinárnej správy takým spôsobom, aby bolo vždy možné spätne zistiť farmu, odkiaľ mlieko pochádzalo.
2. Vzorky možno odoberať
   a) buď na úrovni farmy zo zberného tanku ako bazénové vzorky, alebo
   b) na úrovni mliekarenského priemyslu predtým, ako sa vyprázdni cisterna.
3. Z uvedenej zásady vystopovateľnosti farmy pôvodu mlieka sa pripúšťa výnimka pre látky alebo rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 3 písm. a), b) a c).
4. Vzorky sa musia odoberať len zo surového mlieka; veľkosť vzorky závisí od použitej analytickej metódy.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek
Ročný počet vzoriek je jedna vzorka na 15 000 ton ročnej produkcie mlieka s minimálnym počtom 300 vzoriek. Musí sa dodržiavať tento rozpis:

a) 70 % vzoriek sa musí vyšetriť na prítomnosť rezíduí veterinárnych liekov; v tomto prípade sa každá vzorka musí testovať najmenej na štyri rôzne látky z najmenej troch skupín podľa prílohy č. 2 spomedzi skupín A bodu 6, skupiny B bodu 1 a bodu 2 písm. a) a e),

b) 15 % vzoriek sa musí testovať na prítomnosť rezíduí podľa prílohy č. 2 zo skupiny B bodu 3,

c) zostatok (15 % vzoriek) sa musí rozdeliť podľa situácie v Slovenskej republike.

Mlieko ostatných druhov zvierat (ovce, kozy, nepárnokopytníky)

Počet vzoriek pre tieto druhy sa musí určiť podľa množstva produkcie a identifikovaných problémov. Mlieko týchto druhov zvierat sa musí zahrnúť do plánu odberu vzoriek ako dodatočné vzorky k vzorkám odobratým z kravského mlieka.

ČASŤ E

VAJCIA

1. Slepačie vajcia

A. Požiadavky na odber vzoriek

1. Každú úradnú vzorku musí odobrať veterinárny inšpektor príslušného orgánu veterinárnej správy takým spôsobom, aby bolo vždy možné spätne zistiť farmu, odkiaľ vajcia pochádzali.
2. Vzorky možno odoberať
   a) buď na úrovni farmy nosníc, alebo
   b) na úrovni triediarne a baliarne vajec.
3. Veľkosť vzorky je najmenej 12 alebo viac vajec podľa použitých analytických metód.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek

1. Počet vzoriek, ktorý sa musí odobrať každý rok, sa musí rovnať najmenej jednej vzorke na 1 000 ton ročnej produkcie konzumných vajec s minimom 200 vzoriek. Rozpis vzoriek sa vykonáva podľa štruktúry vaječného priemyslu, najmä na základe integrácie v rámci neho.
2. Najmenej 30 % vzoriek sa musí odobrať z triediarní a baliarní, ktoré predstavujú najvýznamnejší podiel vajec dodávaných na spotrebu ľuďmi.
3. Musí sa dodržať tento rozpis:
   a) 70 % vzoriek sa musí testovať na najmenej jednu látku uvedenú v prílohe č. 2 zo skupiny A bodu 6, skupiny B bodu 1 a skupiny B bodu 2 písm. b),
   b) 30 % vzoriek sa musí prideliť podľa situácie v Slovenskej republike a musí zahŕňať aj niektoré analýzy látok podľa prílohy č. 2 skupiny B bodu 3 písm. a).

2. Vajcia iných druhov hydiny

Počet vzoriek z týchto druhov sa určuje podľa množstva produkcie a identifikovaných problémov. Vajcia týchto druhov sa musia zahrnúť do plánu odberu vzoriek ako dodatočné vzorky k vzorkám odobratým zo slepačích vajec.

ČASŤ F

KRÁLIČIE MÄSO A ZVERINA Z VOĽNE ŽIJÚCEJ ZVERI A ZVERI Z FARMOVÝCH CHOVOV

1. Králičie mäso

A. Požiadavky na odber vzoriek

1. Jedna vzorka pozostáva z jedného alebo viacerých zvierat od jedného producenta v závislosti od požiadaviek analytických metód.
2. Každú úradnú vzorku musí odobrať veterinárny inšpektor príslušného orgánu veterinárnej správy takým spôsobom, aby bolo vždy možné spätne zistiť farmu, odkiaľ králiky pochádzali.
3. Vzorky možno v závislosti od štruktúry produkcie králikov v Slovenskej republike odoberať
   a) buď na úrovni farmy, alebo

b) na úrovni registrovaných bitúnkov ustanovených podľa § 31.

4. Bez toho, aby boli dotknuté iné ustanovenia tohto nariadenia, môžu sa odobrať aj dodatočné vzorky napájacej vody a krmív na úrovni farmy na kontrolu nelegálnych látok.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek

1. Počet vzoriek, ktoré sa odoberajú každý rok, sa musí rovnať desiatim vzorkám na 300 ton ročnej produkcie (hmotnosť zabitých zvierat) pri prvých 3 000 tonách produkcie a jednej vzorke na každých ďalších 300 ton.

2. Musí sa dodržať tento rozpis podľa skupiny látok z prílohy č. 2:

a) skupina A: 30 % z celkového počtu vzoriek
70 % musí byť vyšetrených na látky zo skupiny A bodu 6,
30 % musí byť vyšetrených na látky zo skupiny A bodov 1 až 5.

b) skupina B: 70 % z celkového počtu vzoriek
30 % musí byť vyšetrených na látky zo skupiny B bodu 1,
30 % musí byť vyšetrených na látky zo skupiny B bodu 2,
10 % musí byť vyšetrených na látky zo skupiny B bodu 3.

3. Zostatok sa musí rozpísať podľa situácie v Slovenskej republike.

Zver z farmových chovov

A. Požiadavky na odber vzoriek

1. Veľkosť vzorky závisí od použitej analytickej metódy. Vzorky sa musia odobrať na úrovni spracovateľskej jednotky. Musí byť možné spätne zistiť farmu, odkiaľ zvieratá alebo ich mäso pochádzali.

2. Bez toho, aby boli dotknuté iné ustanovenia tohto nariadenia, môžu sa odobrať aj dodatočné vzorky napájacej vody a krmív na úrovni farmy na kontrolu nelegálnych látok.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek

1. Počet vzoriek, ktoré sa každý rok odoberajú, sa musí rovnať najmenej 100 vzorkám.

2. Musí sa dodržať tento rozpis podľa skupiny látok z prílohy č. 2:

a) skupina A: 20 % z celkového počtu vzoriek; väčšina týchto vzoriek sa musí analyzovať na látky z podskupín A 5 a A 6,

b) skupina B: 70 % z celkového počtu vzoriek:
30 % musí byť skontrolovaných na látky zo skupiny B bodu 1,
30 % musí byť skontrolovaných na látky zo skupiny B bodu 2 písm. a) a b),
10 % musí byť skontrolovaných na látky zo skupiny B bodu 2 písm. c) a e),
30 % musí byť skontrolovaných na látky zo skupiny B bodu 3.

3. Zostatok (10 %) sa pridelí podľa skúseností v Slovenskej republike.

3. Voľne žijúca zver

A. Požiadavky na odber vzoriek

Veľkosť vzorky závisí od použitej analytickej metódy. Vzorky sa musia odobrať na úrovni spracovateľskej jednotky alebo na mieste ulovenia zveri. Musí byť možné spätne zistiť región, kde bola zver ulovená.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek

Počet vzoriek, ktoré sa každý rok odoberajú, sa musí rovnať najmenej 100 vzorkám. Tieto vzorky sa musia odobrať na analýzu rezíduí chemických prvkov.

ČASŤ G
MED

A. Požiadavky na odber vzoriek

Veľkosť vzorky závisí od použitej analytickej metódy. Vzorky sa môžu odobrať v ktoromkoľvek bode produkčného reťazca, ak je možné spätne zistiť pôvodného producenta medu.

B. Rozsah a frekvencia odberu vzoriek

1. Počet vzoriek, ktoré sa každý rok odoberajú, sa musí rovnať najmenej desiatim vzorkám na 300 ton ročnej produkcie medu pre prvých 3 000 ton produkcie v Slovenskej republike a najmenej jednej vzorke na každých ďalších 300 ton.
2. Musí sa dodržať tento rozpis:
   a) skupina B bod 1 a skupina B bod 2 písm. c): 50 % z celkového počtu vzoriek,
   b) skupina B bod 3 písm. a), skupina B bod 3 písm. b) a c): 40 % z celkového počtu vzoriek.
3. Zostatok (10 % vzoriek) sa pridelí podľa skúseností v Slovenskej republike. Osobitná pozornosť sa venuje mykotoxínom.

Príloha č. 6
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

ČASŤ A

Zoznam referenčných laboratórií Európskeho spoločenstva

1. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine A bodoch 1 až 4, skupine B bode 2 písm. d) a skupine B bode 3 písm. d):

   Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieuhygiene (RIVM)

   A. van Leeuwenhoeklaan, 9

   NL-3720 BA Bilthoven

2. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 1 a skupine B bode 3 písm. e) a rezíduá carbadoxu a olachindoxu:

   Laboratories des médicaments vétérinaires (CNEVA-LMV)

   La Haute Marche, Javene

   F-35135-Fougéres

3. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine A bode 5 a skupine B bode 2 písm. a) až c):

   Bundesinstitut für Gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin (BGVV)

   Diedersdorfer Weg, 1

   D-12277-Berlin

4. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 2 písm. c) a skupine B bode 3 písm. a) až c):

   Instituto Superiore di sanitá

   Viale Regina Elena, 299

   I-00161-Roma

5. Zlúčeniny zaradené do skupiny A bodu 6, skupiny B bodu 2 písm. f) a skupiny B bodu 3 písm. f) sú pridelené stanoveným referenčným laboratóriám Európskeho spoločenstva v súlade s ich farmakologickým zameraním.

ČASŤ B

Právomoci a prevádzkové podmienky referenčných laboratórií Európskeho spoločenstva

Právomoci a prevádzkové podmienky referenčných laboratórií Európskeho spoločenstva na zisťovanie prítomnosti rezíduí v živých zvieratách, ich exkrementoch a telesných tekutinách a v tkanivách, živočíšnych produktoch, krmivách a napájacej vode sú:

1. Funkcie referenčných laboratórií Európskeho spoločenstva
   a) podporovať a koordinovať výskum nových analytických metód a informovať národné referenčné laboratóriá o pokroku v analytických metódach a zariadeniach,
   b) pomáhať národným referenčným laboratóriám pre rezíduá zavádzať vhodné systémy zabezpečovania kvality na základe princípov dobrej laboratórnej praxe (DLP) a kritérií normy EN 45 000,
   c) schvaľovať validované metódy ako referenčné metódy, ktoré sa zaradia do zoznamu metód,
   d) poskytovať národným referenčným laboratóriám rutinné analytické metódy stanovovania maximálnych limitov rezíduí (MRL),

e) poskytovať národným referenčným laboratóriám podrobnosti o analytických metódach a porovnávacích testoch, ktoré sa majú vykonávať, a informovať ich o výsledkoch týchto testov,

f) poskytovať národným referenčným laboratóriám na ich žiadosť technické poradenstvo v oblasti analýzy tých látok, pre ktoré boli určené ako referenčné laboratórium Európskeho spoločenstva,

g) organizovať porovnávacie testy pre potreby národných referenčných laboratórií, ktorých frekvencia sa musí stanoviť po dohode s Európskou komisiou; referenčné laboratóriá Európskeho spoločenstva distribuujú slepé vzorky a vzorky obsahujúce známe množstvá analyzovanej látky, ktoré je potrebné podrobiť analýze,

h) identifikovať rezíduá a určovať ich koncentráciu v prípadoch, keď výsledky analýzy vyvolávajú nezhodu medzi členskými štátmi a Slovenskou republikou,

i) viesť úvodné kurzy a ďalšie výcvikové kurzy pre potreby analytikov z národných referenčných laboratórií,

j) poskytovať technickú pomoc a vedeckú pomoc službám Európskej komisie vrátane štandardov, meraní a programu testov,

k) vypracúvať každoročnú správu o činnosti a posielať ju Európskej komisii,

l) spolupracovať s národnými referenčnými laboratóriami určenými v tretích krajinách a Slovenskou republikou v oblasti analytických metód a zariadení pri vypracúvaní plánov, ktoré sa predkladajú podľa § 11 tohto nariadenia.

2. Aby mohli referenčné laboratóriá Európskeho spoločenstva vykonávať funkcie podľa odseku 1, musia spĺňať tieto minimálne požiadavky:

a) sú určené ako národné referenčné laboratórium v členskom štáte,

b) majú kvalifikovaných zamestnancov, ktorí sú primerane zaškolení v analytických metódach používaných na zisťovanie prítomnosti tých rezíduí, pre ktoré boli určené ako referenčné laboratóriá Európskeho spoločenstva,

c) sú vybavené zariadením a látkami potrebnými na výkon analýzy, za ktorú sú zodpovedné,

d) majú primeranú administratívnu infraštruktúru,

e) majú kapacitu spracovania údajov dostatočnú na to, aby poskytovala štatistické výsledky založené na ich zisteniach a umožňovala rýchle oznamovanie týchto štatistických výsledkov a ostatných informácií národným referenčným laboratóriám a Európskej komisii,

f) zabezpečujú, aby ich zamestnanci rešpektovali dôverný charakter určitých problémov, výsledkov alebo komunikácie,

g) majú dostatočné znalosti z medzinárodných noriem a prax,

h) majú k dispozícii aktuálny zoznam certifikovaných referenčných materiálov a referenčných materiálov, ktoré sú uložené v Ústave pre referenčné materiály a metódy, a aktuálny zoznam výrobcov a dodávateľov týchto materiálov.

ČASŤ C

Zoznam referenčných laboratórií v Slovenskej republike

1. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 1, skupine B bode 2 písm. f), skupine B bode 3 písm. e)

ŠVÚ Dolný Kubín

Janoškova 1611/58

026 80 Dolný Kubín

2. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 3 písm. a) a b), skupine B bode 2 písm. c) a e), skupine A bode 6

ŠVÚ Bratislava

Botanická č. 15

842 13 Bratislava

3. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine B bode 3 písm. c) a d), skupine B bode 2 písm. a), b) a d), skupine A bode 2

ŠVÚ Košice

Hlinkova 1B

040 01 Košice

4. Pre rezíduá uvedené v prílohe č. 2 skupine A bodoch 1, 3, 4 a 5

ŠVÚ Nitra

Akademická 3

949 01 Nitra

Príloha č. 7
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

POŽIADAVKY NA ODBER ÚRADNÝCH VZORIEK NA MONITOROVANIE URČITÝCH LÁTOK A ICH REZÍDUÍ V ŽIVÝCH ZVIERATÁCH A ŽIVOČÍŠNYCH PRODUKTOCH

Požiadavky podľa tejto prílohy sa vzťahujú na odber úradných vzoriek vrátane cielených kritérií.

1. Zodpovednosť

1.1. Veterinárny inšpektor

Veterinárni inšpektori[1]) musia byť poverení príslušným orgánom veterinárnej správy na odber, registráciu a prípravu úradných kontrolných vzoriek a na organizovanie ich prepravy za vhodných podmienok.

1.2. Schválené laboratóriá [§ 2 ods. 2 písm. f) nariadenia]

a) Analýzy úradných vzoriek musia vykonávať výlučne laboratóriá schválené na úradnú kontrolu štátnou veterinárnou a potravinovou správou.[2]) Tieto laboratóriá musia byť akreditované[3]) a musia sa zúčastňovať na medzinárodne uznávanej schéme vonkajšieho hodnotenia kontroly kvality a akreditácie.

b) Tieto laboratóriá musia preukazovať svoju kompetentnosť pravidelnou a úspešnou účasťou vo vhodných schémach skúšok spôsobilosti uznávaných alebo organizovaných referenčnými laboratóriami v Slovenskej republike alebo v členských štátoch[4]) alebo referenčnými laboratóriami Európskeho spoločenstva.

2. Odber vzoriek

2.1. Základné hľadiská

a) Vždy, keď sa odoberajú úradné vzorky, musí byť ich odber nepredvídaný, nečakaný a nesmie sa uskutočňovať v žiadnom vopred pevne určenom čase ani v žiadnom určitom dni týždňa. Príslušné orgány veterinárnej správy prijmú všetky bezpečnostné opatrenia na zabezpečenie trvalého zachovávania prvku prekvapenia pri kontrolách.

b) Odber vzoriek sa musí vykonávať v prevádzkarňach uvedených v bode 1 prílohy č. 4 vo variabilných intervaloch počas celého roka. V tejto súvislosti treba brať do úvahy, že veľký počet látok sa podáva len v určitej sezóne. Bez ohľadu na ustanovenia o pláne kontroly rezíduí musia sa pri výbere vzoriek vziať do úvahy aj ostatné dostupné informácie, ako sú napríklad používanie v súčasnosti neznámych látok, náhly výskyt chorôb v určitých regiónoch, indikácie na podvody v súvislosti s farmakologicky aktívnymi látkami a podobne.

2.2. Stratégia odberu vzoriek
Plán kontroly rezíduí sa zameriava na

a) detekciu každého nelegálneho ošetrenia podľa § 2 ods. 2 písm. b),

b) kontrolu dodržiavania

1. maximálnych limitov rezíduí veterinárnych liekov uvedených v osobitnom predpise,[5])

2. maximálnych limitov rezíduí pesticídov uvedených v osobitnom predpise[5]) a

3. prípustných množstiev kontaminantov prostredia,

c) skúmanie a odhaľovanie príčin prítomnosti rezíduí v potravinách živočíšneho pôvodu.

2.3. Odber vzoriek

2.3.1. Definície

2.3.1.1. Cielená vzorka

Cielená vzorka je vzorka, ktorá je odobratá v súlade so stratégiou odberu vzoriek uvedenou v bode 2.2.

2.3.1.2. Vzorka v prípade podozrenia

Vzorka v prípade podozrenia je vzorka, ktorá sa odoberá

a) ako následok pozitívnych výsledkov vzoriek odobratých v súlade s požiadavkami podľa § 5 tohto nariadenia,

b) ako následok kontrol uvedených v § 11 tohto nariadenia,

c) ako požiadavka podľa § 24 tohto nariadenia.

2.3.1.3. Náhodná vzorka

Náhodná vzorka je vzorka, ktorá bola odobratá podľa štatistického výpočtu na to, aby poskytla reprezentatívne údaje.

2.3.2. Cielený odber vzoriek na farme

2.3.2.1. Kritériá na výber cielenej vzorky

Farmy na odber vzoriek možno zvoliť s použitím miestnych znalostí alebo iných významných informácií, ako sú druh výkrmového systému, plemeno a pohlavie zvieraťa. Veterinárny inšpektor potom posúdi všetky hospodárske zvieratá na farme pre výber zvierat, z ktorých sa budú odoberať vzorky. Pri tomto posudzovaní sa použijú okrem iného tieto kritériá:

a) indikácie o používaní farmakologicky aktívnych látok,

b) druhotné pohlavné znaky,

c) zmeny správania zvierat,

d) rovnaká úroveň vývoja v skupine zvierat rôzneho plemena alebo kategórie,

e) zvieratá s dobrou stavbou tela a s malým množstvom tuku.

2.3.2.2. Druh cielenej vzorky, ktorá sa odoberá

Na detekciu farmakologicky aktívnych látok sa odoberajú zodpovedajúce vhodné vzorky podľa ustanovení plánu kontroly rezíduí.

2.3.3. Cielený odber vzoriek v prevádzkarňach prvotného spracovania

2.3.3.1. Kritériá na výber vzoriek

a) Pri posudzovaní tiel zvierat alebo živočíšnych produktov na odber vzoriek veterinárny inšpektor použije okrem iného tieto kritériá:

1. pohlavie, vek, druh zvieraťa a systém chovu zvierat,

2. informácie o producentovi zvierat,

3. indikácie o používaní farmakologicky aktívnych látok,

4. bežná prax pri podávaní určitých farmakologicky aktívnych látok v príslušnom systéme produkčného chovu zvierat.

b) Pri odbere vzoriek treba predchádzať viacnásobnému odberu vzoriek od jedného producenta.

2.3.3.2. Druh odoberaných vzoriek

Na detekciu farmakologicky aktívnych látok sa odoberajú zodpovedajúce vhodné vzorky podľa ustanovení plánu kontroly rezíduí.

2.4. Množstvo vzoriek

Minimálne množstvá vzoriek musia byť uvedené v národnom pláne kontroly rezíduí. Musia byť dostatočné na to, aby umožňovali schváleným laboratóriám vykonať analytické postupy potrebné na úplné screeningové a konfirmačné analýzy.

2.5. Rozdelenie na podvzorky

Ak to nie je technicky nemožné, každá vzorka musí byť rozdelená najmenej na dve rovnocenné podvzorky, z ktorých každá musí umožňovať úplný analytický postup.

Rozdelenie sa môže uskutočniť na mieste odberu vzorky alebo v laboratóriu.

2.6. Obaly (kontajnery) na vzorky

Vzorky sa musia odoberať do vhodných kontajnerov alebo obalov na zachovanie integrity vzoriek a ich vystopovateľnosti. Kontajnery alebo obaly musia najmä predchádzať zámene vzoriek, ich krížovej kontaminácii a znehodnoteniu. Kontajnery alebo obaly vzoriek musia byť úradne zapečatené.

2.7. Záznam o odbere vzorky

a) Po každom postupe odberu vzoriek sa musí vykonať záznam. Veterinárny inšpektor musí v zázname o odbere uviesť aspoň tieto údaje:

1. adresu príslušného orgánu veterinárnej správy,
2. meno inšpektora alebo jeho identifikačný kód,
3. úradné kódové číslo vzorky,
4. dátum odberu vzorky,
5. meno (názov) a adresu vlastníka alebo osoby zodpovednej za zvieratá alebo živočíšne produkty,
6. názov a adresu farmy, odkiaľ zvieratá pochádzali (ak sa vzorky odoberajú na farme),
7. registračné číslo prevádzkarne alebo veterinárne kontrolné alebo schvaľovacie číslo bitúnku,
8. identifikáciu zvieraťa alebo produktu,
9. druh zvieraťa,
10. druh (matricu) vzorky,
11. medikáciu počas posledných štyroch týždňov pred odberom vzorky (ak sa odoberala na farme),
12. látku alebo skupiny látok na vyšetrenie,
13. osobitné poznámky.

b) V závislosti od postupu odberu vzoriek sa vyhotovia kópie záznamu. Záznam o odbere a jeho kópie musí podpísať minimálne inšpektor. V prípade odberu vzoriek na farme sa prizýva na podpis originálneho vyhotovenia záznamu farmár alebo jeho zástupca. Originálne vyhotovenie záznamu uchováva príslušný orgán veterinárnej správy, ktorý musí zaručiť, že k originálu nemajú prístup žiadne neoprávnené osoby. Ak je to potrebné, farmár alebo vlastník prevádzkarne sa informuje o vykonanom odbere vzoriek.

2.8. Laboratórna žiadanka (správa)

a) Laboratórna žiadanka (správa) určená príslušným orgánom veterinárnej správy[6]) musí obsahovať minimálne tieto údaje:

1. adresu príslušného orgánu veterinárnej správy,
2. meno inšpektora, ktorý odobral vzorky,
3. úradné kódové číslo vzorky,
4. dátum odberu vzorky,
5. živočíšny druh zvieraťa,
6. druh (matricu) vzorky,
7. látky alebo skupiny látok na vyšetrenie,
8. osobitné poznámky.

b) Táto žiadanka (správa) sa odovzdáva rutinnému laboratóriu spolu so vzorkami.

2.9. Preprava a skladovanie vzoriek

a) Plány kontroly rezíduí musia špecifikovať pre každú kombináciu analytu (matrica vzorky) vhodné podmienky na skladovanie vzoriek a ich prepravu, aby sa zabezpečila stabilita analytu a integrita vzorky. Osobitnú pozornosť treba venovať prepravným boxom na vzorky, teplote a času doručenia do laboratória zodpovedného za analýzy.

b) V prípade každého nedodržania požiadaviek plánu kontroly musí laboratórium bez meškania informovať príslušný orgán veterinárnej správy.[6])

Príloha č. 8
k nariadeniu vlády č. 320/2003 Z. z.

ANALYTICKÉ METÓDY A INTERPRETÁCIA VÝSLEDKOV ANALÝZ ÚRADNÝCH VZORIEK

ČASŤ A
VŠEOBECNÉ POŽIADAVKY

1. Predmet a oblasť

Požiadavky tejto prílohy sa vzťahujú na analytické metódy, ktoré sa používajú na testovanie úradných vzoriek odobratých podľa § 15 ods. 1 tohto nariadenia, a opisuje všeobecné kritériá na interpretáciu analytických výsledkov úradných kontrolných laboratórií pre tieto vzorky.

Táto príloha sa nevzťahuje na látky, pre ktoré sú právnymi predpismi Slovenskej republiky a legislatívou Európskych spoločenstiev ustanovené podrobnejšie požiadavky.

2. Analytické metódy
Úradné vzorky odobraté podľa tohto nariadenia sa musia analyzovať metódami, ktoré

a) sú dokumentované návodom testov, najlepšie podľa slovenskej technickej normy,[1])

b) vyhovujú oddielu 2 časti B,

c) boli validované v súlade s postupmi opísanými v oddieli 3 časti B,

d) vyhovujú príslušnému minimu požadovaných pracovných limitov (MRPL), ktoré sú ustanovené v súlade s bodom 3.

3. Minimum požadovaných pracovných limitov

Táto príloha sa bude meniť a dopĺňať tak, aby sa postupne ustanovilo minimum požadovaných pracovných limitov (MRPL) pre analytické metódy, ktoré sa používajú pre látky, pre ktoré nie sú ustanovené povolené limity.

4. Kontrola kvality

Kvalita výsledkov analýz vzoriek odobratých v súlade s týmto nariadením sa musí zabezpečovať jednotlivo monitorovaním testov alebo výsledkov kalibrácie podľa slovenskej technickej normy.[2])

5. Interpretácia výsledkov

Výsledok analýzy sa považuje za nezhodný, ak bol prekročený rozhodujúci limit konfirmačnej metódy pre analyt.

Ak je pre látku ustanovený povolený limit, rozhodujúcim limitom je koncentrácia, nad ktorou je možné so štatistickou istotou 1 – α rozhodnúť, že je prítomný určitý analyt.

Ak nie je pre látku ustanovený žiadny povolený limit, rozhodujúci limit je najnižšia hladina koncentrácie, pri ktorej môže metóda so štatistickou istotou 1 – α rozhodnúť, že je prítomný určitý analyt.

Pre látky uvedené v skupine A prílohy č. 2 je chyba α 1 % a menej. Pre ostatné látky je chyba α 5 % a menej.

ČASŤ B
PRACOVNÉ KRITÉRIÁ, INÉ POŽIADAVKY A POSTUPY ANALYTICKÝCH METÓD

1. Definície pojmov

1.1. Správnosťou sa rozumie blízkosť zhody medzi výsledkom skúšky a uznanou referenčnou hodnotou (2). Je určená výťažnosťou a presnosťou.

1.2. Alfa (α) chybou sa rozumie pravdepodobnosť, že testovaná vzorka je zhodná, aj keď bola získaná nezhodným meraním (falošne nezhodné rozhodnutie).

1.3. Analytom sa rozumie látka, ktorá má byť detekovaná, identifikovaná a/alebo kvantifikovaná, a deriváty, ktoré sa objavujú počas analýzy.

1.4. Beta (ß) chybou sa rozumie pravdepodobnosť, že testovaná vzorka je skutočne nezhodná, aj keď bola získaná zhodným meraním (falošne zhodné rozhodnutie).

1.5. Biasom sa rozumie rozdiel medzi predpokladaným výsledkom testu a uznanou referenčnou hodnotou (2).

1.6. Kalibračným štandardom sa rozumie prostriedok na meranie, ktorý predstavuje kvantitu látky, ktorá nás zaujíma tak, že spája svoju hodnotu s referenčným základom.

1.7. Certifikovaným referenčným materiálom (CRM) sa rozumie materiál, ktorý má presne stanovený obsah analytu.

1.8. Co-chromatografiou sa rozumie postup, v ktorom je extrakt pred chromatografickým krokom (krokmi) rozdelený na dve časti. Časť jeden je chromatografovaná ako taká. Časť dva je zmiešaná so štandardným analytom na meranie. Potom je táto zmes tiež chromatografovaná. Množstvo pridaného štandardného analytu má byť rovnaké ako odhadované množstvo analytu v extrakte. Táto metóda je navrhnutá na zlepšenie identifikácie analytu pri používaní chromatografických metód, hlavne ak nemôže byť použitý vhodný interný štandard.

1.9. Porovnávacími štúdiami sa rozumie analyzovanie rovnakej vzorky rovnakou metódou na určenie pracovných charakteristík metódy. Tieto štúdie pokrývajú náhodné chyby merania a laboratórny bias.

1.10. Konfirmačnou metódou sa rozumejú metódy, ktoré poskytujú úplnú alebo doplňujúcu informáciu umožňujúcu látku jednoznačne identifikovať, a ak je potrebné, kvantifikovať na úrovni záujmu.

1.11. Rozhodujúcim limitom (CCα) sa rozumie limit, v ktorom a nad ktorým sa môže s chybou pravdepodobnosti α dospieť k záveru, že vzorka je nezhodná.

1.12. Detekčnou schopnosťou (CCß) sa rozumie najnižší obsah látky, ktorý môže byť vo vzorke detekovaný a/alebo kvantifikovaný s chybou pravdepodobnosti . V prípade látok, pre ktoré nebol ustanovený limit, detekčná schopnosť je najnižšia koncentrácia, pri ktorej je metóda schopná detekovať skutočne kontaminované vzorky so štatistickou istotou 1 – ß. V prípade látok s ustanoveným limitom to znamená, že detekčná schopnosť je koncentrácia, pri ktorej je metóda schopná detekovať stanovený limit so štatistickou istotou 1 – ß.

1.13. Fortifikovaným materiálom vzorky sa rozumie vzorka obohatená známym množstvom detekovaného analytu.

1.14. Medzilaboratórnymi porovnaniami sa rozumie organizácia, vykonanie a vyhodnotenie testov tej istej vzorky dvoma alebo viacerými laboratóriami v súlade s vopred určenými podmienkami určujúcimi skúšobný postup. Podľa zámeru štúdie môžu byť klasifikované ako collaborative study alebo skúšky spôsobilosti.

1.15. Interným štandardom (IS) sa rozumie látka, ktorá nie je neobsiahnutá vo vzorke, s fyzikálno-chemickými vlastnosťami čo najpodobnejšími vlastnostiam analytu, ktorý má byť identifikovaný, a ktorá sa pridá do každej vzorky, ako aj do kalibračného štandardu.

1.16. Laboratórnou vzorkou sa rozumie vzorka pripravená na zaslanie do laboratória za účelom skúmania alebo testu.

1.17. Úrovňou záujmu sa rozumie koncentrácia látky alebo analytu vo vzorke, ktorá je dôležitá na určenie jej zhody s legislatívou.

1.18. Minimom požadovaných pracovných limitov (MRPL) sa rozumie najmenší obsah analytu vo vzorke, ktorý môže byť detekovaný a potvrdený. Je určený na harmonizáciu vykonávania analytických metód pri látkach, pre ktoré nebol ustanovený limit.

1.19. Pracovnými charakteristikami sa rozumie prevádzková kvalita, ktorá sa môže prisúdiť

analytickej metóde. Môže to byť napríklad špecifickosť, správnosť, výťažnosť, presnosť, opakovateľnosť, reprodukovateľnosť, detekčná schopnosť a robustnosť.

1.20. Pracovnými kritériami sa rozumejú požiadavky na pracovné kritériá, podľa ktorých možno posúdiť, že analytická metóda je vhodná na účel a tvorí hodnoverné výsledky.

1.21. Stanoveným limitom sa rozumie maximálny limit rezíduí, maximálna úroveň alebo iná maximálna prípustná odchýlka ustanovená iným právnym predpisom Spoločenstva.

1.22. Presnosťou sa rozumie blízkosť zhody medzi nezávislými výsledkami testu získanými za určených (vopred stanovených) podmienok. Miera presnosti sa zvyčajne vyjadruje pojmom nepresnosť a vypočíta sa ako smerodajná odchýlka výsledku. Nižšia presnosť je určená väčšou smerodajnou odchýlkou (2).

1.23. Skúškou spôsobilosti sa rozumie analyzovanie rovnakej vzorky, ktoré dovoľuje laboratóriám vybrať si ich vlastné metódy pod podmienkou, že tieto metódy sú použité za bežných podmienok. Skúšky sa musia realizovať podľa ISO guide 43-1 (3) a 43-2 (4) a môžu sa použiť na stanovenie reprodukovateľnosti metód.

1.24. Kvalitatívnou metódou sa rozumie analytická metóda, ktorá identifikuje látku na základe jej chemických, biologických a fyzikálnych vlastností.

1.25. Kvantitatívnou metódou sa rozumie analytická metóda, ktorá určuje množstvo alebo hmotnostný zlomok látky, a teda môže sa vyjadriť ako numerická hodnota v príslušných jednotkách.

1.26. Slepým pokusom sa rozumie úplný analytický postup aplikovaný bez dávky testu alebo použitím ekvivalentného množstva vhodného rozpúšťadla namiesto dávky testu.

1.27. Výťažnosťou sa rozumie percento pravdivej koncentrácie látky získanej počas analytického postupu. Ak nie je dostupný referenčný materiál, určuje sa počas validácie.

1.28. Referenčným materiálom sa rozumie materiál, ktorého jedna alebo viac vlastností sú potvrdené validovanou metódou, a teda môže sa použiť na kalibráciu prístroja alebo na overenie metód merania.

1.29. Opakovateľnosťou sa rozumie presnosť za opakovateľných podmienok (2).

1.30. Opakovateľnými podmienkami sa rozumejú podmienky, keď sú nezávislé výsledky testu získané rovnakou metódou, na rovnakých skúšobných predmetoch, v rovnakom laboratóriu, rovnakým operátorom, ktorý používa rovnaké vybavenie.

1.31. Reprodukovateľnosťou sa rozumie presnosť za reprodukovateľných podmienok (2)(4).

1.32. Reprodukovateľnými podmienkami sa rozumejú podmienky, keď sú výsledky testu získané rovnakou metódou, na rovnakých skúšobných predmetoch, v rôznych laboratóriách, rôznymi operátormi, ktorí používajú rôzne vybavenie (2)(4).

1.33. Robustnosťou sa rozumie schopnosť analytickej metódy prijať zmeny experimentálnych podmienok, ktoré sa môžu vyjadriť ako zoznam materiálov vzorky, analytov, podmienok skladovania, prostredia a/alebo podmienok prípravy vzorky, za ktorých môže byť metóda použitá, ako bolo odporúčané, alebo s malými špecifikovanými modifikáciami. Pre všetky experimentálne podmienky, ktoré môžu byť v praxi predmetom výkyvu (napríklad stabilita reagentov, zloženie vzorky, pH, teplota), majú byť označené akékoľvek odchýlky, ktoré môžu ovplyvniť analytický výsledok.

1.34. Slepou vzorkou sa rozumie úplný analytický postup použitý v dávke testu odobratej zo vzorky, v ktorej chýba analyt.

1.35. Screeningovou metódou sa rozumejú metódy, ktoré sa používajú na detekciu prítomnosti látky alebo skupiny látok v úrovni záujmu. Tieto metódy majú schopnosť vysokej kapacity vzoriek a používajú sa na roztriedenie veľkého počtu vzoriek na potenciálne nezhodné výsledky.

1.36. Vnútrolaboratórnou validáciou sa rozumie analytické štúdium zahŕňajúce jediné laboratórium, ktoré používa jednu metódu na analýzu rovnakých alebo rôznych skúšobných materiálov za rôznych podmienok počas dlhých časových intervalov.

1.37. Špecifickosťou sa rozumie schopnosť metódy rozoznať meraný analyt od ostatných

látok. Táto vlastnosť je rozhodujúcou funkciou opísaných techník merania, ale môže sa meniť v závislosti od skupiny zložiek alebo matrice.

1.38. Štandardným prídavkom sa rozumie postup, pri ktorom je vzorka rozdelená do dvoch (alebo viacerých) častí testu. Jedna časť sa analyzuje ako taká a do druhej časti sa pred analýzou pridá známe množstvo štandardného analytu. Množstvo pridaného štandardného analytu má byť dvojnásobkom až päťnásobkom odhadovaného množstva analytu vo vzorke. Tento postup je určený na determináciu obsahu analytu vo vzorke, ktorý počíta s výťažnosťou analytickej metódy.

1.39. Štandardným analytom sa rozumie analyt so známym a certifikovaným obsahom a čistotou používaný ako referenčný v analýze.

1.40. Látkou sa rozumie hmota s presnou alebo definovanou štruktúrou a jej metabolity.

1.41. Dávkou testu sa rozumie kvantita materiálu zo vzorky testu, na ktorej sa uskutočňuje test alebo pozorovanie.

1.42. Vzorkou testu sa rozumie vzorka pripravená z laboratórnej vzorky, z ktorej sa odoberá dávka testu.

1.43. Pravdivosťou sa rozumie blízkosť zhody medzi priemernou hodnotou získanou z veľkých sérií výsledkov testov a prijateľnou referenčnou hodnotou. Pravdivosť sa zvyčajne vyjadruje ako bias (2).

1.44. Jednotkami sa rozumejú jednotky podľa slovenskej technickej normy.[3])

1.45. Validáciou sa rozumie potvrdenie vyšetrením a poskytnutie skutočného dôkazu, že príslušné požiadavky osobitného určenia sú splnené (1).

1.46. Vnútrolaboratórnou reprodukovateľnosťou sa rozumie presnosť získaná v tom istom laboratóriu za určených (vopred stanovených) podmienok (vrátane napríklad metódy, materiálu testu, operátora, prostredia) za dlhý časový úsek.

2. Pracovné kritériá a iné požiadavky na analytické metódy

Analytické metódy alebo kombinácie metód iné, ako sú opísané nižšie, sa môžu používať len na screeningové alebo konfirmačné účely, ak môže byť dokázané, že sú splnené doleuvedené požiadavky.

2.1. Všeobecné požiadavky

2.1.1. Manipulácia so vzorkami

Vzorky majú byť získavané, manipulované a spracované takým spôsobom, aby bola maximálna možnosť detekcie látky. Postupy zaobchádzania so vzorkou majú zabrániť možnosti náhodnej kontaminácie alebo strate analytu.

2.1.2. Vykonávanie testov

2.1.2.1. Výťažnosť

Počas analýzy vzoriek má byť určená výťažnosť pre každú skupinu vzoriek, ak sa používa stály korekčný faktor. Ak je výťažnosť v medzných hodnotách, môže sa použiť stály korekčný faktor. V opačnom prípade sa musí použiť faktor výťažnosti získaný pre špecifickú skupinu, ak nebude potrebné použiť špecifický faktor výťažnosti analytu vo vzorke, a v tom prípade sa na kvantitatívne určenie analytu vo vzorke použije postup štandardného prídavku (pozri 3.5) alebo interný štandard.

2.1.2.2. Špecifickosť

Metóda má byť schopná rozlíšiť medzi analytom a ostatnými látkami za experimentálnych podmienok. Má byť poskytnutý odhad, k akému rozsahu to je možné. Majú sa použiť stratégie, aby sa predišlo predvídateľným interferenciám s látkami, ak sa používa opísaná technika, napríklad homológy,

analógy, metabolické produkty rezídua záujmu. Je prvotne dôležité, aby bola skúmaná interferencia, ktorá môže vzísť zo zložiek matrice.

2.2. Screeningové metódy

Na screeningové účely sa môžu používať len tie analytické metódy, pri ktorých sa môže preukázať dokumentovaným viditeľným spôsobom, že sú validované a majú falošne zhodný pomer < 5 % (ß chyba) v súlade s týmto nariadením. V prípade podozrenia nezhodného výsledku tento výsledok sa potvrdí konfirmačnou metódou.

2.3. Konfirmačné metódy pre organické rezíduá a kontaminanty

Konfirmačné metódy pre organické rezíduá a kontaminanty poskytnú informáciu o chemickej štruktúre analytu. Z toho vyplýva, že metódy založené len na chromatografickej analýze bez spektrofotometrickej detekcie nie sú vhodné ako konfirmačné metódy. Aj keď jednotlivá technika nemá dostatočnú špecifickosť, žiadaná špecifickosť sa dosiahne analytickými postupmi pozostávajúcimi z vhodných kombinácií čistenia, chromatografickej separácie (separácií) a spektrometrickou detekciou.

Na identifikáciu rezíduí alebo kontaminantov pre uvedené skupiny látok sa považujú za vhodné tieto metódy alebo kombinácie metód:

Tabuľka 1

Vhodné konfirmačné metódy pre organické rezíduá alebo kontaminanty

Meracia technika	Látky prílohy 1 96/23/ES	Limitácie
LC alebo GC s hmotnostnou spektrometrickou detekciou	Skupina A a B	Len ak nasleduje buď on-line alebo off-line chromatografická separácia.
		Len ak sa používajú full scan techniky alebo ak sa použijú najmenej 3 (skupina B) alebo 4 (skupina A) identifikačné body pri metódach, ktoré nezaznamenávajú celé hmotnostné spektrum.
LC alebo GC s IR spektrometrickou detekciou	Skupina A a B	Musia byť splnené špecifické požiadavky na absorbciu pri IR spektrometrii.
LC-full scan DAD	Skupina B	Musia byť splnené špecifické požiadavky na absorbciu pri UV spektrometrii.
LC fluorescencia	Skupina B	Len pre molekuly, ktoré vykazujú natívnu fluorescenciu, a pre molekuly, ktoré vykazujú fluorescenciu buď po transformácii, alebo po derivatizácii.
2-D TLC-full scan UV/VIS	Skupina B	Dvojdimenzionálna HPTLC a co-chromatografia sú záväzné.
GC detekcia elektrónového záchytu	Skupina B	Používajú sa len dve kolóny rôznej polarity.
LC imunogram	Skupina B	Len ak sa použijú najmenej dva rôzne chromatografické systémy alebo druhá, nezávislá metóda detekcie.
LC-UV/VIS (jediná vlnová dĺžka)	Skupina B	Len ak sa použijú najmenej dva rôzne chromatografické systémy alebo druhá, nezávislá metóda detekcie.

2.3.1. Všeobecné pracovné kritériá a požiadavky

Konfirmačné metódy majú poskytovať informáciu o chemickej štruktúre analytu. Ak viac ako jedna zložka dáva rovnakú odozvu, potom metóda nedokáže rozoznať medzi týmito zložkami. Metódy, ktoré sú založené len na chromatografickej analýze bez použitia spektrometrickej detekcie, nie sú vhodné ako konfirmačné metódy.

Kde je v metóde zaužívané, pridá sa na začiatku extrakcie k dávke testu vhodný interný štandard. V závislosti od dostupnosti sa použijú buď stabilné, izotopom značené formy analytu, ktoré sú konkrétne vhodné na hmotnostnú spektrometrickú detekciu, alebo zložky, ktoré sú štruktúrou príbuzné analytu.

Ak sa nemôže použiť vhodný interný štandard, identifikácia analytu musí byť potvrdená co-chromatografiou. V takom prípade sa získa len jeden pík, zvýšená výška píku (alebo plocha) je ekvivalentná množstvu pridaného analytu. Pri plynovej chromatografii (GC) alebo kvapalinovej chromatografii (LC) šírka píku v polovici maximálnej výšky bude v 90-110 % rozsahu pôvodnej šírky a retenčný čas bude identický v rozpätí 5 %. Pri metódach tenkovrstvovej chromatografie (TLC) sa zosilní len škvrna, o ktorej sa predpokladá, že ide o analyt; nová škvrna sa neobjaví a vizuálny vzhľad sa nezmení.

Referenčné alebo fortifikované materiály obsahujúce známe množstvo analytu buď blízko povoleného limitu, alebo rozhodujúceho limitu (nezhodné kontrolné vzorky), ako aj zhodné kontrolné materiály a slepé pokusy majú byť, ak je to možné, vykonávané počas celého postupu priebežne a s každou analyzovanou skupinou vzoriek. Postup na injikovanie extraktov do analytického prístroja je takýto: slepý pokus, zhodná kontrolná vzorka, vzorky na potvrdenie, znova zhodná kontrolná vzorka a nezhodná kontrolná vzorka. Každá zmena tohto postupu musí byť zdokumentovaná.

2.3.2. Dodatočné pracovné kritériá a iné požiadavky na kvantitatívne analytické metódy

2.3.2.1. Pravdivosť kvantitatívnych metód

V prípade opakovaných analýz certifikovaného referenčného materiálu direktívne rozsahy pre odchýlku experimentálne určenej výťažnosti korigované hmotnostným zlomkom z certifikovanej hodnoty sú tieto:

Tabuľka 2

Minimálna pravdivosť kvantitatívnych metód

Hmotnostný zlomok	Rozsah
<=1 ug/kg	-50 % až +20 %
>1 ug/kg až 10 ug/kg	-30 % až + 10 %
>=10 ug/kg	-20 % až + 10 %

Ak nie je prístupný taký referenčný materiál, je prijateľné, že pravdivosť meraní je hodnotená cez výťažnosť dodatkov známeho množstva analytu (analytov) k slepej matrici. Korigované údaje s priemernou výťažnosťou sú prijateľné, len ak sú v rozsahoch uvedených v tabuľke 2.

2.3.2.2. Presnosť kvantitatívnych metód

Vnútrolaboratórny variačný koeficient (CV) pre opakované analýzy referenčného alebo fortifikovaného materiálu za reprodukovateľných podmienok nesmie presiahnuť úroveň vypočítanú Horwitzovou rovnicou. Rovnica je

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

kde C je hmotnostný zlomok vyjadrený ako exponent 10 (napríklad 1mg/g = 10^{-3}). Príklady sú uvedené v tabuľke 3.

Tabuľka 3

Príklady reprodukovateľnosti CV pre kvantitatívne metódy v rozsahu hmotnostných zlomkov

Hmotnostný zlomok	Reprodukovateľnosť (CV)
1 ug/kg	(*)
10 ug/kg	(*)
100 ug/kg	23
1 000 ug/kg (1 mg/kg)	16

(*) Pre hmotnostné zlomky nižšie ako 100 ug/kg dáva Horwitzova rovnica neprijateľne vysoké hodnoty. Preto CV pre koncentrácie nižšie ako 100 ug/kg majú byť také nízke, ako to je možné.

Pre analýzy vykonávané za opakovateľných podmienok vnútrolaboratórny CV by mal byť typicky medzi jednou polovicou a dvoma tretinami nad hodnotami. Pri analýzach vykonávaných za podmienok vnútrolaboratórnej opakovateľnosti vnútrolaboratórny CV nesmie byť väčší než CV reprodukovateľnosti.

V prípade látok so stanoveným prípustným limitom metóda musí dosiahnuť reprodukovateľnosť nie vyššiu ako korešpondujúci CV reprodukovateľnosti pri koncentrácii 0,5 % povoleného limitu.

2.3.3. Pracovné kritériá a iné požiadavky na hmotnostnú spektrometrickú detekciu

Hmotnostné spektrometrické metódy sú vhodné ako konfirmačné metódy len na základe buď on-line, alebo off-line chromatografickej separácie.

2.3.3.1. Chromatografická separácia

Pri GC-MS sa chromatografická plynová separácia vykonáva za použitia kapilárnych kolón. Pri LC-MS sa chromatografická plynová separácia vykonáva za použitia vhodných LC kolón. V každom prípade minimálny prijateľný retenčný čas pre vyšetrovaný analyt je dvojnásobkom retenčného času, ktorý zodpovedá uvoľnenému obsahu z kolóny. Retenčný čas (alebo relatívny retenčný čas) analytu dávky testu sa má porovnať s kalibračným štandardom v špecifikovanom rozmedzí retenčného času. Rozmedzie retenčného času má zodpovedať rozlišovacej schopnosti chromatografického systému. Podiel chromatografického retenčného času analytu k retenčnému času interného štandardu, t. j. relatívny retenčný čas analytu, má zodpovedať relatívnym retenčným časom kalibračného roztoku v tolerancii ±0,5 % pre GC a ±2,5 % pre LC.

2.3.3.2. Hmotnostná spektrometrická detekcia

Hmotnostná spektrometrická detekcia sa vykonáva použitím MS techník ako záznam celého hmotnostného spektra (full scan) alebo selektívnym iónovým monitoringom (SIM), ako aj $MS\text{-}MS^n$ technikami ako selektívny reakčný monitoring (SRM) alebo inými vhodnými MS

alebo MS-MS^n technikami v kombinácii s vhodnými ionizačnými spôsobmi. Pri hmotnostnej spektrometrii s vysokým rozlíšením (HRMS) má byť rozlíšenie vyššie ako 10 000 pre celý hmotnostný rozsah v 10 % údolia.

Záznam celého hmotnostného spektra (full scan): Ak sa vykonáva hmotnostná spektrometrická determinácia záznamom celého spektra, je povinná prítomnosť všetkých meraných rozpoznávacích iónov (molekulárny ión, charakteristický adukt molekulárneho iónu, charakteristický fragment iónov a izotopových iónov) s relatívnou intenzitou vyššou ako 10 % v referenčnom spektre kalibračného štandardu.

SIM: Ak sa vykonáva hmotnostná spektrometrická determinácia fragmentografiou, molekulárny ión bude najskôr jeden z vybraných rozpoznávacích iónov (molekulárny ión, charakteristický adukt molekulárneho iónu, charakteristický fragment iónov a všetky ich izotopové ióny). Vybraný rozpoznávací ión nemá pochádzať len z rovnakej časti molekuly. Pomer signálu k šumu pre každý diagnostický ión má byť ≥3:1.

Záznam celého hmotnostného spektra (full scan) a SIM: Relatívne intenzity detekovaných iónov vyjadrené ako percento intenzity najintenzívnejšieho iónu alebo prechodu má zodpovedať intenzitám z kalibračných štandardov, buď zo štandardných kalibračných roztokov, alebo z pridaných vzoriek pri porovnateľných koncentráciách meraných za rovnakých podmienok s týmito toleranciami:

Tabuľka 4

Maximálne povolené tolerancie pre relatívne iónové intenzity použitím rozsahu spektrometrických techník

Relatívna intenzita (% bázy píku)	EI-GC-MS	CI-GC-MS, GC-MS^n, LC-MS, LC-MS^n
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % až 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % až 20 %	± 20 %	± 30 %
<=10 %	± 50 %	± 50 %

Interpretácia údajov hmotnostného spektra: Relatívne intenzity rozpoznávacích iónov a/alebo prekurzorov/produktov iónových párov majú byť identifikované porovnaním spektra alebo integrovaním signálov jednotlivých záznamov hmoty. Vždy, keď sa použije korekcia pozadia, musí sa použiť jednotne v celej skupine a musí byť jasne označená.

Záznam celého hmotnostného spektra (full scan): Ak sa zaznamenáva celé hmotnostné spektrum v jednotnej hmotnostnej spektrometrii, majú byť prítomné minimálne štyri ióny s relatívnou intenzitou ≥10 % bázy píku. Molekulárny ión má byť zahrnutý, ak je

prítomný v referenčnom spektre s relatívnou intenzitou ≥10 %. Najmenej štyri ióny musia ležať v maximálnych povolených toleranciách pre relatívne iónové intenzity (tabuľka 5). Môže sa použiť vyhľadávací systém knižnice počítača. V tomto prípade porovnanie údajov hmotnostného spektra testovaných vzoriek s tými z kalibračného roztoku má presiahnuť kritický porovnávací faktor. Tento faktor musí byť určený počas validačného procesu pre každý analyt na základe spektier, pre ktoré sú splnené kritériá opísané nižšie. Má byť skontrolovaná variabilita v spektre spôsobená matricou vzorky a detektorom.

SIM: Ak sú hmotnostné fragmenty merané pomocou iných full scan techník, na interpretáciu výsledkov sa použije systém identifikácie bodov. Na potvrdenie látok zo skupiny A prílohy 1 Smernice 96/23/ES sa požadujú minimálne štyri identifikačné body. Na potvrdenie látok zo skupiny B prílohy 1 Smernice 96/23/ES sa požadujú minimálne tri identifikačné body. Tabuľka 5 ukazuje počet identifikačných bodov, ktoré môže dosiahnuť základná technika hmotnostnej spektrometrie. Avšak aby sa stanovili identifikačné body požadované na konfirmáciu a aby sa mohla vypočítať suma identifikovaných bodov,

a) má sa merať najmenej jeden iónový ukazovateľ,

b) všetky relevantné iónové ukazovatele majú spĺňať vyššie uvedené kritériá,

c) na dosiahnutie minimálneho počtu identifikačných bodov je možné kombinovať maximálne tri separátne techniky.

Tabuľka 5

Vzťah medzi rozmedzím skupín hmotnostných fragmentov a dosiahnutými identifikačnými bodmi

MS technika	Identifikačné body získané na ión
Hmotnostná spektrometria s nízkym rozlíšením (LR)	1,0
LR-MSn prekurzor ión	1,0
LR-MSn prechodné produkty	1,5
HRMS	2,0
HR-MSn prekurzor ión	2,0
HR-MSn prechodné produkty	2,0

Poznámky:

(1) Každý ión môže byť počítaný len raz.

(2) GC-MS, ktorá využíva elektrónovú ionizáciu nárazom, sa považuje za rozdielnu techniku oproti GC-MS, ktorá využíva chemickú ionizáciu.

(3) Za účelom zvýšenia počtu identifikačných bodov sa môžu použiť rôzne analyty, len ak deriváty využívajú rôznu reakčnú chémiu.

(4) Pre všetky látky zo skupiny A prílohy 1 Smernice 96/23/ES, ak sa použije jeden z analytických postupov: HPLC spojená s full scan diode array spektrometriou (DAD); HPLC spojená s fluorescenčnou detekciou; HPLC spojená s imunogramom, dvojdimenzionálna TLC spojená so spektrometrickou detekciou; maximum z jedného identifikačného bodu zabezpečuje, že sú splnené náležité kritériá.

(5) Prechodné produkty zahŕňajú dcérske a pradcérske produkty.

Tabuľka 6

Príklady počtu identifikačných bodov získaných z rozsahu techník a ich kombinácií

(n = celé číslo)

Technika(y)	Počet iónov	Identifikačné body
GC-MS (EI alebo CI)	N	n
GC-MS (EI a CI)	2(EI) +2(CI)	4
GC-MS (EI alebo CI) 2 deriváty	2(derivát A)+2(derivát B)	4
LC-MS	N	n
GC-MS-MS	1 prekurzor a 2 dcérske produkty	4
LC-MS-MS	1 prekurzor a 2 dcérske produkty	4
GC-MS-MS	2 prekurzorové ióny, každý má 1 dcérsky produkt	5
LC-MS-MS	2 prekurzorové ióny, každý má 1 dcérsky produkt	5
LC-MS-MS-MS	1 prekurzor, každý má 1 dcérsky produkt a 2 pradcérske produkty	5,5
HRMS	N	2n
GC-MS a LC-MS	2+2	4
GC-MS	2+1	4

a HRMS		

2.3.4. Pracovné kritériá a iné požiadavky na chromatografiu spojenú s infračervenou detekciou

Adekvátne píky: Adekvátne píky sú absorbčné maximá kalibračných štandardov v infračervenom spektre, ktoré spĺňajú tieto požiadavky:

2.3.4.1. Infračervená detekcia

Absorbčné maximum: má byť vo vlnočte v pásme 4 000-500 cm^{-1}.
Intenzita absorbcie: nemá byť menej ako buď:

a) špecifická molárna absorbcia 40 so zreteľom na základnú líniu píku, alebo

b) relatívna absorbancia 12,5 % z absorbancie najintenzívnejšieho píku v oblasti 4 000-500 cm^{-1},

ak sú merané obidva so zreteľom na nulovú absorbanciu a 5 % absorbancie najintenzívnejšieho píku v oblasti 4 000-500 cm^{-1}, ak sú merané obidva so zreteľom na základnú líniu píku.

Poznámka:

Aj keď adekvátne píky podľa písmena a) majú mať prednosť pred teoretickým aspektom, píky podľa písmena b) sú jednoduchšie determinovateľné v praxi.

Počet píkov v infračervenom spektre pri analytoch, ktorých frekvencie korešpondujú s adekvátnym píkom spektra kalibračného štandardu, sa určuje v rozpätí ±1 cm^{-1}.

2.3.4.2. Interpretácia údajov infračerveného spektra

Absorbcia má byť prítomná vo všetkých oblastiach spektra analytu, ktoré korešponduje s adekvátnym píkom v referenčnom spektre kalibračného štandardu. Požaduje sa minimálne šesť adekvátnych píkov v infračervenom spektre kalibračného štandardu. Ak je menej ako šesť adekvátnych píkov (7), výsledné spektrum sa nemôže použiť ako referenčné spektrum. Skóre, t. j. percento adekvátnych píkov nájdených v infračervenom spektre analytu, má byť najmenej 50. Kde nie je presné vyjadrenie adekvátneho píku, príslušná oblasť spektra analytu sa má porovnávať s prítomnosťou rovnocenného píku. Postup je použiteľný len pri absorbčných píkoch v spektre vzorky s intenzitou najmenej trikrát pík k šumu píku.

2.3.5. Pracovné kritériá a iné požiadavky na determináciu analytu použitím LC s inými detekčnými technikami

2.3.5.1. Chromatografická separácia

Ak je dostupný vhodný materiál na tento účel, má sa použiť interný štandard. Najlepšie ak ním je príbuzný štandard s retenčným časom blízkym retenčnému času analytu. Analyt má byť eluovaný v retenčnom čase, čo je typické pre korešpondujúci kalibračný štandard za rovnakých skúšobných podmienok. Minimálny prípustný retenčný čas pre analyt má byť dvojnásobkom retenčného času, ktorý korešponduje s prázdnym obsahom kolóny. Pomer retenčného času analytu k retenčnému času interného štandardu, t. j. relatívny

retenčný čas analytu, má byť rovnaký ako retenčný čas kalibračného štandardu vo vhodnej matrici v rozpätí ± 2,5 cm^{-1}.

2.3.5.2. Záznam celého hmotnostného spektra (full scan) UV/VIS detekcia

Musia byť splnené pracovné kritériá pre LC metódy.

Absorbčné maximum spektra analytu sa má pri rovnakej vlnovej dĺžke rovnať kalibračnému štandardu v rozpätí rozlišovacej schopnosti detekčného systému. Pre detektor diódového poľa je to väčšinou ± 2 nm. Spektrum analytu nad 220 nm pre časti dvoch spektier s relatívnou absorbanciou ≥10 % nemá byť viditeľne rozdielne od spektra kalibračného štandardu. Toto kritérium sa splní, ak po prvé je prítomné rovnaké maximum a po druhé ak rozdiel medzi dvoma spektrami nie je v žiadnom pozorovanom bode väčší než 10 % absorbancie kalibračného štandardu. V prípade použitia vyhľadávacieho systému knižnice počítača a porovnateľného píku porovnanie spektrálnych údajov testovanej vzorky s údajmi kalibračného roztoku má presiahnuť najbližší príbuzný kritický pík. Tento pík má byť stanovený počas procesu validácie pre každý analyt na základe spektra, pre ktoré sú splnené uvedené kritériá. Má byť skontrolovaná variabilita spektra spôsobená matricou vzorky a detektorom.

2.3.5.3. Pracovné kritériá pre fluorimetrickú detekciu

Musia byť splnené pracovné kritériá pre LC metódy.

Používa sa pre molekuly, ktoré vykazujú natívnu fluorescenciu, a pre molekuly, ktoré vykazujú fluorescenciu buď po transformácii, alebo po derivatizácii. Výber excitačných a emisných vlnových dĺžok v kombinácii s chromatografickými podmienkami má byť vykonaný takým spôsobom, aby sa minimalizoval výskyt zložiek v extraktoch slepej vzorky.

Najbližšie maximum píku v chromatograme má byť oddelené od určeného píku analytu najmenej jedným plným píkom v šírke 10 % maximálneho vrcholu píku analytu.

2.3.5.4. Pracovné kritériá na určenie analytu LC imunogramom

LC imunogram nie je vhodný na použitie ako konfirmačná metóda.

Musia byť splnené príslušné kritériá pre LC.

Vopred definované kontrolné parametre kvality, napríklad nešpecifické väzby, relatívne väzby kontrolných vzoriek, absorbančná hodnota blanku, majú byť v limitoch získaných počas validačného postupu.

Imunogram má byť zostavený najmenej z piatich frakcií.

Každá frakcia má byť menej než polovica šírky píku.

Frakcia s maximálnym obsahom analytu má byť rovnaká pre podozrivú vzorku, nezhodnú kontrolnú vzorku a štandard.

2.3.5.5. Determinácia analytu použitím UV/VIS detekcie (jednotná vlnová

dĺžka)

LC s UV/VIS detekciou (jednotná vlnová dĺžka) nie je vhodná na použitie ako konfirmačná metóda.

Najbližšie maximum píku v chromatograme má byť oddelené od určeného píku analytu najmenej jedným plným píkom v šírke 10 % maximálneho vrcholu píku analytu.

2.3.6. Pracovné kritériá a iné požiadavky na determináciu analytu 2-D TLC spojenú so spektrometrickou detekciou so záznamom celého hmotnostného spektra (full scan)

Dvojdimenzionálna HPTLC a co-chromatografia sú záväzné.

Hodnoty RF analytu sa musia zhodovať s RF hodnotami štandard ± 5 %.

Vizuálny vzhľad analytu má byť nerozoznateľný od štandardu.

Pre body rovnakej farby má byť oddelený stred najbližšieho bodu od stredu bodu analytu najmenej polovicou hodnoty priemerov bodov.

Spektrum analytu nemá byť vizuálne odlišné od spektra štandardu, ako je opísané pri full scan UV/VIS detekcii.

V prípade použitia vyhľadávacieho systému knižnice počítača a porovnateľného píku porovnanie spektrálnych údajov testovanej vzorky s údajmi kalibračného roztoku má presiahnuť najbližší príbuzný kritický pík. Tento faktor má byť stanovený počas procesu validácie pre každý analyt na základe spektra, ktoré spĺňa uvedené kritériá. Má byť skontrolovaná variabilita spektra spôsobená matricou vzorky a detektorom.

2.3.7. Pracovné kritériá a iné požiadavky na determináciu analytu pomocou GC v kombinácii s detektorom elektrónového záchytu (ECD)

Ak je dostupný vhodný materiál na tento účel, má sa použiť interný štandard. Najlepšie ak ním je príbuzný štandard s retenčným časom blízkym retenčnému času analytu. Analyt má byť eluovaný v retenčnom čase, čo je typické pre korešpondujúci kalibračný štandard za rovnakých skúšobných podmienok. Minimálny prípustný retenčný čas pre analyt má byť dvojnásobkom retenčného času, ktorý korešponduje s prázdnym obsahom kolóny. Pomer retenčného času analytu k retenčnému času interného štandardu, t. j. relatívny retenčný čas analytu, má byť rovnaký ako retenčný čas kalibračného štandardu vo vhodnej matrici v rozpätí ±0,5 %. Najbližšie maximum píku v chromatograme má byť oddelené od určeného píku analytu najmenej jedným plným píkom v šírke 10 % maximálneho vrcholu píku analytu. Na dodatočné informácie sa môže použiť co-chromatografia.

2.4. Konfirmačné metódy pre prvky

Konfirmačné metódy pre chemické prvky majú byť založené na spôsobe jednoznačnej identifikácie a správnej, ako aj presnej kvantifikácii na základe fyzikálno-chemických vlastností jedinečných pre chemické prvky (napríklad charakteristická vlnová dĺžka prvku emitovaného alebo absorbovaného radiáciou, atómová hmotnosť) na úrovni záujmu.

Na identifikáciu chemických prvkov sa považujú za vhodné tieto metódy alebo kombinácie metód:

Tabuľka 7

Vhodné konfirmačné metódy pre chemické prvky

Technika	Meraný parameter
Diferenciálna pulzná anodická stripová voltametria	elektrický signál
Atómová absorbčná spektrometria	
plameň	absorbčná vlnová dĺžka
generovanie hydridov	absorbčná vlnová dĺžka
studená para	absorbčná vlnová dĺžka
elektrotermálna atomizácia (grafitová pec)	absorbčná vlnová dĺžka
Atómová emisná spekrometria	
indukčne viazaná plazma	emisná vlnová dĺžka
Hmotnostná spektrometria	
indukčné viazaná plazma	pomer hmoty a náboja

2.4.1. Všeobecné pracovné charakteristiky a iné požiadavky na konfirmačné metódy

Referenčný alebo fortifikovaný materiál s obsahom známeho množstva analytu v blízkosti buď povoleného limitu, alebo rozhodujúceho limitu (nezhodná kontrolná vzorka), ako aj zhodné kontrolné materiály a slepé pokusy by mali byť, ak je to možné, realizované počas celého postupu súčasne s každou skupinou analyzovaných vzoriek testu. Odporúčaný postup injektovania extraktov do analytického prístroja je tento: slepý pokus, zhodná kontrolná vzorka, vzorka, ktorá má byť potvrdená, zhodná kontrolná vzorka a nakoniec nezhodná kontrolná vzorka. Každá zmena tohto postupu má byť zdôvodnená.

Vo všeobecnosti si väčšina analytických techník vyžaduje kompletný rozklad organickej matrice za účelom získania roztoku pred determináciou analytu. To sa môže dosiahnuť postupom mikrovlnnej mineralizácie, ktorá minimalizuje riziko straty a/alebo kontaminácie analytu záujmu. Majú sa použiť dekontaminované teflónové nádoby dobrej kvality. Ak sa použije iná, mokrá alebo suchá metóda rozkladu, musí byť dostupný dokumentovaný dôkaz za účelom vylúčenia potenciálneho rizika straty alebo kontaminácie fenoménu. Ako alternatíva rozkladu sa môže vybrať za týchto okolností separačný postup (napríklad extrakcia) na separáciu analytu z komponentov matrice a/alebo koncentrácie analytov za účelom ich zavedenia do analytického zariadenia.

Čo sa týka kalibrácie, tá je externá alebo založená na metóde štandardného prídavku, treba dávať pozor, aby sa neprekročilo určené pracovné rozpätie na analýzu. V prípade externej kalibrácie je povinné, aby boli kalibračné štandardy pripravované v roztoku, ktorý je porovnateľne blízky zloženiu roztoku vzorky. Ak to špecifické analytické okolnosti vyžadujú, môže sa použiť korekcia pozadia.

2.4.2. Dodatočné pracovné kritériá a iné požiadavky na kvantitatívne analytické metódy

2.4.2.1. Pravdivosť kvantitatívnych analytických metód

V prípade opakovaných analýz certifikovaného referenčného materiálu pre prvky odchýlka experimentálne určeného priemerného obsahu z certifikovanej hodnoty nesmie ležať byť limitu ±10 %. Ak nie je dostupný taký referenčný materiál, je prijateľné, že pravdivosť merania je hodnotená cez výťažnosť prídavkov známych množstiev prvku do neznámych vzoriek. Treba upozorniť na skutočnosť, že na rozdiel od analytu pridaný prvok nie je chemicky viazaný

v skutočnej matrici, a preto výsledky získané týmto prístupom majú nižšiu validitu ako tie, ktoré sa získali použitím referenčných materiálov. Údaje o výťažnosti sú prijateľné, len ak sú ±10 % cieľovej hodnoty.

2.4.2.2. Presnosť kvantitatívnych metód

V prípade opakovanej analýzy vzorky vzorka za vnútrolaboratórnych podmienok reprodukovateľnosti, vnútrolaboratórny variačný koeficient (CV) priemeru nesmie prekročiť tieto hodnoty:

Tabuľka 8

CV pre kvantitatívne metódy v rozmedzí hmotnostných zlomkov prvku

Hmotnostný zlomok	CV (%)
>=10 ug/kg až 100 ug/kg	20
>100 ug/kg až 1000 ug/kg	15
>=1 000 ug/kg	10

2.4.3. Špecifické požiadavky na diferenciálnu pulznú anodickú stripovú voltametriu (DPASV)

Najdôležitejšia je úplná deštrukcia organickej matrice vo vzorkách pred DPASV. Vo voltamogramoch nemajú byť viditeľné žiadne výrazné signály spôsobené prítomnosťou organických materiálov. Na výšku píku môžu mať vplyv anorganické zložky matrice. Preto sa má kvantifikácia vykonávať metódou štandardného prídavku. Metóda poskytne vzorky typických voltamogramov roztoku vzorky.

2.4.4. Špecifické požiadavky na atómovú absorbčnú spektrometriu (AAS)

Metóda je v podstate monoprvková, a preto si vyžaduje optimalizáciu experimentálnych nastavení závislú od jednotlivého kvantifikovaného prvku. Všade, kde je to možné, výsledky skontrolovať kvalitatívne a kvantitatívne použitím alternatívnych absorbčných čiar (ideálne je vybrať dve rôzne čiary). Kalibračné štandardy pripraviť v roztoku matrice, ktorý je porovnateľne blízky zloženiu roztoku meranej vzorky (napríklad koncentrácia kyseliny alebo modifikátor zloženia). Za účelom minimalizácie slepých hodnôt majú byť všetky reagencie najvyššej dostupnej čistoty. V závislosti od zvoleného spôsobu odparovania a/alebo atomizácie vzorky sa môžu rozlišovať rôzne typy AAS.

2.4.4.1. Špecifické požiadavky pre plameňovú AAS

Nastavenia prístroja optimalizovať pre každý prvok. Má sa skontrolovať hlavne zloženie plynu a prietoková rýchlosť. Aby sa zabránilo interferenciám spôsobeným pozadím absorbcie, použije sa nepretržitý korektor zdroja. V prípade neznámych matríc má byť vykonaná kontrola, či je potrebná korekcia pozadia.

2.4.4.2. Špecifické požiadavky na AAS s grafitovou pieckou

Kontaminácia v laboratóriu často ovplyvňuje správnosť, ak sa pracuje v ultrastopových hladinách v grafitovej peci. Preto sa vyžaduje vysoká čistota reagencií, deionizovanej vody, inertné plastické výrobky na vzorky a štandardné zaobchádzanie. Nastavenia prístroja pre každý prvok majú byť optimalizované. Skontrolovať najmä predbežnú úpravu a podmienky atomizácie (teplota, čas) a modifikáciu matrice.

Práca za podmienok izotermálnej atomizácie [napríklad priečny ohrev grafitovej skúmavky s integrovaním Lvovej platformy (8)] zníži vplyv matrice, čo

sa týka atomizácie analytu. V kombinácii s modifikáciou matrice a korekciou pozadia podľa Zeemana je povolená kvantifikácia pomocou kalibračnej krivky založenej na meraní vodného štandardného roztoku.

2.4.5. Špecifické požiadavky na atómovú absorbčnú spekrotometriu s generovaním hydridov

Organické zlúčeniny s obsahom prvkov ako arzén, bizmut, germánium, olovo, antimón, selén, cín a telúr môžu byť veľmi stabilné a vyžadujú oxidačný rozklad na získanie správnych výsledkov pre celkový obsah prvkov. Preto sa odporúča mikrovlnný rozklad alebo vysokotlaková mineralizácia za vyhranených oxidačných podmienok. Najväčšiu pozornosť venovať úplnej a reprodukovateľnej konverzii ich príslušných hydridov.

Tvorba arzénu v roztoku kyseliny chlorovodíkovej s $NaBH_4$ závisí od oxidačného stupňa arzénu (AsIII: rýchla tvorba, AsV: dlhšia doba vzniku). Aby sa zabránilo strate senzitivity pre určenie AsV prietokovou injekčnou technikou zapríčinenej krátkym reakčným časom v tomto systéme, AsV má byť redukovaný na AsIII po oxidačnom rozklade. Na tento účel sú vhodné jodid draslíka/ kyselina askorbová alebo cysteín. Slepé kalibračné roztoky a roztoky vzorky sú ošetrené rovnakým spôsobom. Práca so systémom skupiny umožňuje určenie oboch druhov arzénu bez ovplyvnenia správnosti. Kvôli oneskorenej tvorbe AsV-hydridu sa kalibrácia vykonáva integráciou plochy píku. Nastavenia prístroja majú byť optimalizované. Veľmi dôležitý je prietok plynu, ktorý nesie hydrid do atomizátora, a má byť kontrolovaný.

2.4.6. Špecifické požiadavky na atómovú absorbčnú spektrometriu s generáciou studenej pary

Studená para sa používa len v prípade ortuti. Z dôvodu odparovania a adsorbčných strát elementárnej ortuti sa počas celej analýzy vyžaduje osobitná pozornosť. Pozorne predísť kontaminácii reagentmi alebo prostredím.

Organické zlúčeniny s obsahom ortuti vyžadujú oxidačný rozklad, aby sa získali výsledky celkového obsahu ortuti. Na rozklad sa používajú uzatvorené systémy z mikrovlnného rozkladu alebo vysokotlaková mineralizácia. Osobitná pozornosť sa vyžaduje pri čistení zariadenia, ktoré malo kontakt s ortuťou.

Práca s prietokovými injekčnými technikami je výhodná. Pre nižšie rozhodujúce limity sa odporúča adsorbcia elementárnej ortuti na adsorberi zlato/platina, za ktorou nasleduje desorbcia. Meranie ruší kontakt adsorbera alebo bunky s vlhkosťou a treba mu predísť.

2.4.7. Špecifické požiadavky na emisnú atómovú spektrometriu s indukčne viazanou plazmou (ICP-AES)

Atómová emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (10) je multiprvková metóda, ktorá umožňuje súčasné meranie rôznych prvkov. Vzorky pre ICP-AES sú najprv vylúhované za účelom rozkladu organickej matrice. Použijú sa uzatvorené systémy mikrovlnného rozkladu alebo vysokotlaková mineralizácia. Na účelnú ICP-AES analýzu hrá hlavnú úlohu kalibrácia prístroja a výber prvku alebo vlnovej dĺžky. Pre kalibráciu prístroja v prípade lineárnych kalibračných kriviek je zvyčajne potrebné merať kalibračné roztoky len štyroch koncentrácií, pretože ICP-AES kalibračné krivky sú vo všeobecnosti lineárne v rozsahu štyroch až šiestich poriadkov koncentrácie. Kalibrácia ICP-AES systému sa normálne vykonáva s multiprvkovým štandardom, ktorý je pripravený v roztoku, ktorý má rovnakú koncentráciu kyseliny ako merací roztok. Pre lineárnu krivku skontrolovať koncentrácie prvku.

Výber vlnových dĺžok na meranie emisie z analytov je vhodný pre koncentrácie

prvkov, ktoré majú byť určené. Ak je koncentrácia analytu mimo pracovného rozsahu emisnej čiary, použijú sa rôzne emisné čiary. Najprv sa vyberie najsenzitívnejšia emisná čiara (nie interferovaná), potom najmenej senzitívna čiara. Ak sa pracuje v limite alebo blízko limitu detekcie, najlepším výberom je najsenzitívnejšia čiara pre príslušný analyt. Interferencie pozadia a spektra je príčinou najväčších ťažkostí ICP-AES. Možné interferencie sú napríklad jednoduchý posun pozadia, posun pozadia so sklonom, priamy prekryv spektier a zložitý posun pozadia. Každá z týchto interferencií má svoje vlastné príčiny a opravné prostriedky. V závislosti od matríc sa použijú korekcie interferencie a optimalizácia pracovných parametrov. Niektorým interferenciám sa dá predísť riedením alebo prispôsobením matríc. S každou skupinou testovaných vzoriek má byť ošetrený rovnakým spôsobom ako testované vzorky referenčný a fortifikovaný materiál so známym obsahom analytu(ov), ako aj slepý materiál. Za účelom testovania odchýlky sa kontroluje štandard po desiatich vzorkách. Všetky reagenty, plyn a plazmy majú byť najvyššej dostupnej čistoty.

2.4.8. Špecifické požiadavky na indukčne viazanú hmotnostnú spekrometriu (ICP-MS)(11)

Určenie stopových prvkov strednej molekulovej hmotnosti ako chróm, meď a nikel môže byť predmetom silnej interferencie z ostatných izobarických a polyatomických iónov. Tomu sa dá predísť, len ak je dostupná rozlišovacia schopnosť najmenej 7 000 až 8 000. Ťažkosti spájané s MS technikami zahŕňajú šum prístroja, vplyvy matrice a molekulárnu iónovú interferenciu ($m/z < 80$). Na korekciu šumu prístroja sa vyžaduje viacnásobná interná štandardizácia pokrývajúca rovnaký hmotnostný rozsah ako prvky, ktoré majú byť determinované.

Pre ICP-MS merania sa vyžaduje úplný rozklad organickej matrice vzorky. Ako pri AAS po rozpustení v uzatvorených nádobách prchavé prvky, ako napríklad iód, sú prenesené do stabilného oxidačného štádia. Najväžnejšia interferencia pochádza z kombinácií molekulárnych iónov argónu (plazma, plyn), vodíka, uhlíka, dusíka a kyslíka (rozkladné kyseliny, nečistoty plazmy a plynu a privodené atmosférické plyny) a matrice vzorky. Aby sa predišlo interferenciám, vyžaduje sa úplné vylúhovanie, meranie pozadia, vhodný výber analytických hmotností niekedy spojených s nižším výskytom (horší detekčný limit) a rozkladné kyseliny, napríklad kyselina dusičná.

Pre prvky, ktoré majú byť určené, sa vylúčia interferencie vhodným výberom špecifických analytických hmotností vrátane potvrdenia izotopového pomeru. Pre každé meranie sa má použitím interných štandardov skontrolovať odozva prístroja vzhľadom na Fano faktory.

3. Validácia

Validácia má dokázať, že analytické metódy sú v zhode s kritériami príslušných pracovných charakteristík.

Rôzne kategórie metód si vyžadujú rôzne kontrolné ciele. Nasledujúca tabuľka určuje pracovné charakteristiky, ktoré majú byť verifikované pre príslušný typ.

Tabuľka 9

Klasifikácia analytických metód pracovnými charakteristikami, ktoré majú byť určené

		Rozhoduj úci limit CC β	Rozhoduj úci limit CC α	Pravdivosť / výťažnosť	Presnosť	Selektivita / špecifikos ť	Použiteľno sť/ robustnos ť/ stabilita

Kvalitatívne metódy	S	+	-	-	-	+	+
	C	+	+	-	-	+	+
Kvantitatívne metódy	S	+	-	-	+	+	+
	C	+	+	+	+	+	+

S = screeningová metóda, C = konfirmačná metóda, + determinácia je povinná

3.1. Validačné postupy

Táto kapitola poskytuje príklady a/alebo odkazy pre validačné postupy analytických metód. Môžu sa použiť iné prístupy, ktoré dokážu, že dosiahnu rovnakú úroveň kvality informácie a ktoré demonštrujú, že analytická metóda vyhovuje pracovným kritériám pre pracovné charakteristiky.

Validácia sa môže tiež vykonať vedením interlaboratórnych štúdií podľa Codex Alimentarius, ISO alebo IUPAC (12), alebo podľa alternatívnych metód, ako sú jednotlivé laboratórne štúdie alebo vnútrolaboratórna validácia (13)(14). Táto časť je zameraná na jednotlivé laboratórne štúdie (na vnútrolaboratórnu validáciu) použitím modulárneho prístupu. Tento prístup pozostáva z

1. ustanovenia všeobecných pracovných charakteristík nezávislých od použitého modelu validácie a
2. viac špecifických model-závislých postupov, ako sú opísané v tabuľke 10.

Tabuľka 10

Model-nezávislé a model-závislé pracovné parametre

Validácia		
Model-nezávislé pracovné charakteristiky	Model-závislé pracovné charakteristiky	
Všeobecné pracovné charakteristiky (3.1.1.)	Bežný validačný prístup (3.2.1.)	Vnútrolaboratórny validačný prístup
špecifickosť	výťažnosť	výťažnosť
pravdivosť	opakovateľnosť	opakovateľnosť
robustnosť: menšie zmeny	vnútrolaboratórna reprodukovateľnosť	vnútrolaboratórna reprodukovateľnosť
stabilita	reprodukovateľnosť	reprodukovateľnosť
	rozhodujúci limit (CCα)	rozhodujúci limit (CCα)
	detekčná schopnosť (CCβ)	detekčná schopnosť (CCβ)
	kalibračné krivky	kalibračné krivky
	robustnosť: väčšie zmeny	robustnosť

3.1.1. Model-nezávislé pracovné charakteristiky

Bez ohľadu na vybraný validačný prístup majú byť určené nasledujúce pracovné chakteristiky. Na minimalizáciu pracovného zaťaženia možno použiť starostlivo navrhnutý a štatisticky rozumný prístup na kombináciu pokusov, ktoré slúžia na určenie rôznych parametrov.

3.1.1.1. Špecifickosť

Pre analytické metódy je dôležitý potenciál rozlíšenia medzi analytom

a blízko príbuznými látkami (izoméry, metabolity, produkty degradácie, endogénne látky, zložky matrice atď.). Na kontrolu interferencií sú potrebné dva prístupy.
Z toho dôvodu majú byť vybraté interferujúce látky a majú byť analyzované príslušné slepé vzorky na detekciu prítomnosti možných interferencií a na odhad účinku interferencií

a) vybrať rozsah chemicky príbuzných zložiek (metabolity, deriváty atď.) alebo iných látok, ktoré sa pravdepodobne stretli so zložkou záujmu a ktoré môžu byť prítomné vo vzorkách,

b) analyzovať vhodný počet slepých vzoriek (n ≥20) a kontrolovať všetky interferencie,

c) (signály, píky, stopové ióny) v oblasti záujmu, v ktorej sa očakáva eluovanie cieľového analytu,

d) dodatočne fortifikovať reprezentatívne slepé vzorky príslušnou koncentráciou látok, ktoré pravdepodobne interferujú s identifikáciou a/alebo kvantifikáciou analytu,

e) po analýze preskúmať, či

f) prítomnosť môže viesť k falošnej identifikácii,

g) je identifikácia cieľového analytu brzdená prítomnosťou jednej alebo viacerých interferencií alebo

h) je obzvlášť ovplyvnená kvantifikácia.

3.1.1.2. Pravdivosť
V tejto časti je opísané určenie pravdivosti (zložka správnosti). Pravdivosť môže byť potvrdená len pomocou certifikovaného referenčného materiálu (CRM). Vždy sa použije dostupný CRM. Postup je podrobne opísaný v slovenskej technickej norme.[4]) Nižšie je uvedený príklad:

a) analyzovať šesť replikátov CRM v súlade s návodom metódy,

b) určiť koncentráciu prítomného analytu v každej vzorke replikátov,

c) vypočítať pre tieto koncentrácie priemer, smerodajnú odchýlku a variačný koeficient (%),

d) vypočítať pravdivosť vydelením určenej priemernej koncentrácie certifikovanou hodnotou (meranej ako koncentrácia) a vynásobiť 100 na vyjadrenie výsledku v percentách.

Pravdivosť (%) = priemerná detekovaná výťažnosť korigovaná koncentráciou x 100/ certifikovaná hodnota.

Ak nie je dostupný CRM, namiesto správnosti môže sa určiť výťažnosť, ako je opísané v 4.1.2.1.

3.1.1.3. Použiteľnosť/robustnosť (menšie zmeny)

Tieto štúdie využívajú úmyselné zavedenie malých primeraných obmien laboratóriom a sledovanie ich následkov.

Predvyšetrovacie štúdie sa uskutočňujú výberom faktorov predbežnej úpravy vzorky, čistenia a analýzy, ktoré majú vplyv na výsledky merania. Takéto faktory majú zahŕňať analytika, zdroj a vek reagentov, rozpúšťadlá, štandardy a extrakty vzoriek, rýchlosť zahrievania, teplotu, hodnotu pH, ako aj mnoho iných faktorov, ktoré sa môžu vyskytnúť v laboratóriu.

1. Identifikovať možné faktory, ktoré môžu ovplyvniť výsledok.
2. Mierne meniť každý faktor.

3. Uskutočniť test robustnosti použitím prístupu podľa Youdena (15)(16). (V tomto bode možno použiť iné konfirmačné metódy. Prístup podľa Youdena dodržiava minimum požadovaného času a výkonu.) Prístup podľa Youdena je frakčný faktorový dizajn. Nemôžu byť detekované interakcie medzi dvoma rozličnými faktormi.
4. Kde sa nájde faktor, ktorý významne ovplyvňuje výsledok, riadiť ďalšie pokusy tak, aby sa rozhodlo o prijateľnosti limitov tohto faktora.
5. Faktory, ktoré významne ovplyvňujú výsledky, majú byť jasne identifikované v protokole metódy.

Základnou myšlienkou nie je štúdium jednej zmeny v čase, ale zavedenie niekoľkých variácií naraz. Ako príklad označte nominálne hodnoty siedmich faktorov A, B, C, D, E, F, G, ktoré môžu ovplyvňovať výsledok, ak sa ich nominálne hodnoty mierne zmenia. Označte ich obmenené hodnoty malými písmenami a, b, c, d, e, f a g. Výsledkom je 27 alebo 128 rôznych možných kombinácií.

Je možné vybrať podskupinu ôsmich týchto kombinácií, ktoré majú rovnováhu medzi veľkými a malými písmenami (tabuľka 11). Má sa urobiť osem determinácií, ktoré využijú kombináciu vybraných faktorov (A – G). Výsledky determinácií ukazuje tabuľka 11 nižšie ako S – Z.

Tabuľka 11

Experimentálny projekt na štúdium robustnosti (menšie zmeny)

Hodnota faktora F	Kombinácia počtu determinácií							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A/a	A	A	A	A	a	a	a	a
B/b	B	B	b	b	B	B	b	b
C/c	C	c	C	c	C	c	C	c
D/d	D	D	d	d	d	d	D	D
E/e	E	e	E	e	e	E	e	e
F/f	F	f	f	F	F	f	f	F
G/g	G	g	g	G	g	G	G	g
Pozorovaný výsledok R	S	T	U	V	W	X	Y	Z

Pre výpočet pozri príklady testovania robustnosti v 3.3.

3.1.1.4. Stabilita

Bolo pozorované, že nedostatočná stabilita analytu alebo zložiek matrice vo vzorke počas skladovania alebo analýzy môže významne zvýšiť odchýlky výsledku analýzy. Ďalej má byť ešte skontrolovaná stabilita kalibračného štandardu v roztoku. Stabilita analytu je zvyčajne dobre charakterizovaná za rôznych podmienok skladovania. Monitoring skladovacích podmienok má tvoriť časť bežného laboratórneho akreditačného systému. Ak to nie je známe, nižšie sú uvedené príklady, ako môže byť determinovaná stabilita.

Stabilita analytu v roztoku

1. Pripraviť čerstvé zásobné roztoky analytu(ov) a riediť, ako je určené návodom testu, aby vznikli časti (napr. 40) z každej vybranej koncentrácie v blízkosti minima požadovaného pracovného limitu pre

látky, pre ktoré nebol stanovený povolený limit, a v blízkosti povoleného limitu pri ostatných látkach. Pripraviť dva roztoky analytu, jeden sa použije na fortifikáciu a druhý na finálny roztok analýzy a akýkoľvek iný roztok záujmu (napríklad odvodené štandardy).

2. Merať obsah analytu v čerstvo pripravenom roztoku podľa návodov testu.
3. Rozdeliť primerané objemy do vhodných nádob, označiť a skladovať podľa schémy.

Tabuľka 12

Schéma na určenie stability analytu v roztoku

	-20 °C	+ 4°C	+ 20 °C
Tma	10 častí	10 častí	10 častí
Svetlo			10 častí

1. Zvolená doba skladovania môže byť jeden, dva, tri a štyri týždne alebo dlhšie, ak to je potrebné, t. j. až kým sa dá pozorovať prvý degradačný jav počas identifikácie a/alebo kvantifikácie. Zaznamená sa maximálna doba skladovania a optimálne skladovacie podmienky.
2. Výpočet koncentrácie analytu(ov) v dávke sa má vykonať tak, že 100 % je roztok čerstvo pripraveného analytu v čase analýzy.

Zostávajúci analyt (%) = C_i x 100/$C_{čerstvý}$

C_i = koncentrácia v čase merania

$C_{čerstvý}$ = koncentrácia čerstvého roztoku

Stabilita analytu(ov) v matrici

1. Vždy, keď je to možné, majú sa použiť zaslané vzorky. Ak nie je dostupný zaslaný materiál, má sa použiť matrica fortifikovaná analytom.
2. Ak je dostupný zaslaný materiál, stanoviť koncentráciu v materiáli, kým je čerstvý. Ďalšie časti materiálu sa majú odobrať po jednom, dvoch, štyroch a dvadsiatich týždňoch a stanoviť koncentráciu. Ak je potrebné, tkanivo sa má skladovať pri teplote najmenej – 20 °C.
3. Ak nie je dostupný zaslaný materiál, zobrať slepý materiál a zhomogenizovať ho. Rozdeliť materiál na päť častí. Fortifikovať každú časť analytom, ktorý má byť pripravený pokiaľ možno v malom množstve vodného roztoku. Ihneď analyzovať jednu časť. Ostatné časti skladovať pri teplote najmenej – 20 °C, alebo ak je potrebné nižšej a analyzovať ich po jednom, dvoch, štyroch a dvadsiatich týždňoch.

3.1.1.5. Kalibračné krivky,
Ak sa kalibračné krivky používajú na kvantifikáciu,

a) na zostrojenie krivky sa má použiť najmenej päť úrovní (vrátane nuly),

b) má byť charakterizovaný pracovný rozsah krivky,

c) majú byť charakterizované matematický vzorec krivky a test dobrej zhody údajov krivky,

d) má byť charakterizovaná prípustnosť rozsahov pre parametre krivky.

Ak je potrebná sériová kalibrácia založená na štandardnom roztoku, má byť vyjadrená prípustnosť rozsahov pre parametre kalibračnej krivky, ktoré sa môžu meniť od série k sérii.

3.1.2. Obvyklé validačné postupy

Výpočet údajov v súlade s obvyklými metódami si vyžaduje realizáciu niekoľkých individuálnych experimentov. Každá pracovná charakteristika má byť determinovaná pre každú väčšiu zmenu (pozri použiteľnosť/robustnosť). Pri multianalytových metódach môže byť analyzovaných súčasne viac analytov, ak je to možné, vopred sa vylúčia príslušné možné interferencie. Rovnakým spôsobom je možné určiť niektoré pracovné charakteristiky. Na zníženie pracovného zaťaženia sa odporúča čo najviac možných kombinácií experimentov (napríklad opakovateľnosť a vnútrolaboratórna reprodukovateľnosť so špecifickosťou, analýza slepých vzoriek na určenie rozhodujúceho limitu a testovanie na špecifickosť).

3.1.2.1. Výťažnosť

Ak nie je dostupný CRM, výťažnosť sa určuje skúškami za použitia fortifikovanej slepej matrice, napríklad použitím tejto schémy:

a) vybrať 18 častí slepého materiálu a fortifikovať šesť častí, každú 1, 1,5 a dvojnásobkom najnižšieho požadovaného pracovného limitu alebo 0,5, 1 a jedenapolnásobkom povoleného limitu,

b) analyzovať vzorky a vypočítať koncentráciu prítomnú v každej vzorke,

c) použitím doleuvedenej rovnice vypočítať výťažnosť pre každú vzorku,

d) vypočítať priemernú výťažnosť a CV zo šiestich výsledkov v každej úrovni,

e) % výťažnosti = 100 x nameraný obsah/fortifikačná úroveň.

Táto obvyklá metóda determinácie výťažnosti je variantom metódy štandardného prídavku opísanej v 3.5., ak
- je vzorka považovaná za slepú vzorku namiesto vzorky na analýzu,
- sa predpokladá, že výťažok (1) a výťažnosť (2) sú rovnaké pre obe časti testu,
- testované vzorky majú rovnakú hmotnosť a extrakty rovnaký objem,
- množstvo kalibračného štandardu, ktorý sa pridá do druhej (s prídavkom) časti testu, je vyjadrený X_{ADD} ($X_{ADD} = \rho_A \cdot V_A$),
- x1 je nameraná hodnota pre blank a x2 nameraná hodnota pre druhú (s prídavkom) časť testu,
- potom % výťažnosti = $100\ (x2 - x1)/X_{ADD}$

Ak sa nedosiahne ktorákoľvek z uvedených podmienok alebo je predpoklad, že sa nedosiahne, potom sa vykoná úplný postup na determináciu výťažnosti metódou štandardného prídavku, ako je uvedené v 3.5.

Vysvetlivky

(1) Výťažok: tá časť hmoty analytu obsiahnutá vo vzorke, ktorá je prítomná vo finálnom extrakte.

(2) Výťažnosť (tu): tá časť hmoty analytu pridaná k vzorke, ktorá je prítomná vo finálnom extrakte. Všade vo zvyšku dokumentu sa predpokladá, že výťažok a výťažnosť sú rovnaké, a preto sa používa len termín „výťažnosť“.

3.1.2.2. Opakovateľnosť

1. Pripraviť sadu vzoriek rovnakých matríc, fortifikovať analytom, aby sa získali koncentrácie rovné 1, 1,5 a dvojnásobku najnižšieho požadovaného pracovného limitu a jedenapolnásobku povoleného

limitu.

2. V každej hladine analýzy sa má pracovať najmenej so šiestimi replikátmi.
3. Analyzovať vzorky.
4. Vypočítať koncentráciu zistenú pre každú vzorku.
5. Zistiť priemernú koncentráciu, smerodajnú odchýlku a variačný koeficient (%) fortifikovaných vzoriek.
6. Opakovať tieto kroky pri najmenej dvoch iných príležitostiach.
7. Vypočítať súhrnné priemerné koncentrácie a CV pre fortifikované vzorky.

3.1.2.3. Vnútrolaboratórna reprodukovateľnosť

1. Pripraviť sadu vzoriek špecifického materiálu testu (rovnakých alebo rôznych matríc) fortifikovaných analytom (analytmi) , aby sa získali koncentrácie rovné 1, 1,5 a dvojnásobku najnižšieho požadovaného pracovného limitu alebo 0,5, 1 a jedenapolnásobku povoleného limitu.
2. V každej hladine analýzy sa má pracovať najmenej so šiestimi replikátmi.
3. Ak je to možné, opakovať tieto kroky pri najmenej dvoch iných príležitostiach s rôznymi operátormi a za rôznych podmienok vonkajšieho prostredia, napríklad rôzne výrobné dávky reagentov, rozpúšťadiel atď., rôzna izbová teplota, rôzne prístroje atď.
4. Analyzovať vzorky.
5. Vypočítať koncentráciu zistenú pre každú vzorku.
6. Zistiť priemernú koncentráciu, smerodajnú odchýlku a variačný koeficient (%) fortifikovaných vzoriek.

3.1.2.4. Reprodukovateľnosť

Ak bola overená reprodukovateľnosť, laboratóriá sa môžu zúčastňovať na porovnávacích štúdiách podľa slovenskej technickej normy.[5])

3.1.2.5. Rozhodujúci limit (CCα)

Rozhodujúci limit má byť zavedený podľa požiadaviek na identifikáciu alebo identifikáciu a kvantifikáciu, ako je definované v Pracovných kritériách a ostatných požiadavkách pre analytické metódy v časti 2.
V prípade látok, pre ktoré nie je ustanovený povolený limit, CCα môže byť stanovené:

a) buď postupom kalibračnej krivky podľa slovenskej technickej normy[6])(tu sa počíta ako kritická hodnota čistej stavovej premennej). V tomto prípade sa má použiť slepý materiál, ktorý je fortifikovaný v najnižšej požadovanej pracovnej hladine a nad najnižšou požadovanou pracovnou hladinou v ekvidistantných krokoch. Analyzovať vzorky. Po identifikácii vniesť do grafu signál oproti pridanej koncentrácii. Korešpondujúca koncentrácia v úseku na osi y plus 2,33 krát smerodajná odchýlka zachytenej vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti sa rovná rozhodujúcemu limitu. Je to vhodné len pre kvantitatívne postupy (α = 1 %), alebo
b) analyzovaním najmenej 20 slepých materiálov na matricu, aby bolo možné vypočítať pomer signálu k šumu v časovom okne, v ktorom sa očakáva analyt. Ako rozhodujúci limit možno použiť trojnásobok pomeru signál/šum. Je to vhodné pre kvantitatívne a kvalitatívne postupy.

V prípade látok s ustanoveným povoleným limitom CCα môže byť stanovené

a) buď postupom kalibračnej krivky podľa slovenskej technickej normy[6]) (tu sa počíta ako kritická hodnota čistej stavovej premennej). V tomto prípade sa má použiť slepý materiál, ktorý je fortifikovaný približne povoleným limitom v ekvidistantných krokoch. Analyzovať vzorky. Po identifikácii vniesť do grafu signál oproti pridanej koncentrácii. Korešpondujúca koncentrácia v povolenom limite plus 1,64 krát smerodajná odchýlka vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti sa rovná rozhodujúcemu limitu (α = 5 %), alebo

b) analyzovaním najmenej 20 slepých materiálov na matricu, fortifikovaných analytom(mi) v limite. Korešpondujúca koncentrácia v povolenom limite plus 1,64 krát smerodajná odchýlka vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti sa rovná rozhodujúcemu limitu (α = 5 %).

3.1.2.6. Detekčná schopnosť (CCß)

Detekčná schopnosť sa určí podľa požiadaviek na screening, identifikáciu alebo identifikáciu a kvantifikáciu, ako je uvedené v časti 2.
V prípade látok s ustanoveným povoleným limitom CCß môže byť stanovené

a) postupom kalibračnej krivky podľa slovenskej technickej normy[6]) (tu sa počíta ako najnižšia detekovateľná hodnota čistej stavovej premennej). V tomto prípade sa má použiť slepý materiál, ktorý je fortifikovaný v najnižšej požadovanej pracovnej hladine a pod najnižšou požadovanou pracovnou hladinou v ekvidistantných krokoch. Analyzovať vzorky. Po identifikácii vniesť do grafu signál oproti pridanej koncentrácii. Korešpondujúca koncentrácia v rozhodujúcom limite plus 1,64 krát smerodajná odchýlka vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti priemerného nameraného obsahu v rozhodujúcom limite sa rovná detekčnej schopnosti (ß = 5 %),

b) analyzovaním najmenej 20 slepých materiálov na matricu, fortifikovaných analytom(mi) v rozhodujúcom limite. Analyzovať vzorky a identifikovať analyty. Hodnota rozhodujúceho limitu plus 1,64 krát smerodajná odchýlka vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti nameraného obsahu sa rovná detekčnej schopnosti (ß = 5 %),

c) kde nie sú dostupné kvantitatívne výsledky, detekčná schopnosť sa môže určiť vyšetrením fortifikovaného slepého materiálu v rozhodujúcom limite a nad rozhodujúcim limitom. V tomto prípade hladina koncentrácie, kde zostáva len <= 5 % falošne zhodných výsledkov, sa rovná detekčnej schopnosti metódy. Z toho dôvodu sa má vykonať najmenej 20 vyšetrení v najmenej jednej hladine koncentrácie za účelom zaistenia hodnoverného základu tejto determinácie.

V prípade látok, pre ktoré bol ustanovený detekčný limit CCß, môže byť stanovené

a) buď postupom kalibračnej krivky podľa slovenskej technickej normy[6]) (tu sa počíta ako najnižšia detekovateľná hodnota čistej stavovej premennej). V tomto prípade sa použije zástupca slepého materiálu, ktorý je fortifikovaný približne povoleným limitom v ekvidistantných krokoch. Analyzovať vzorky a identifikovať analyt(y). Vypočítať smerodajnú odchýlku priemeru nameraného obsahu v rozhodujúcom limite. Korešpondujúca koncentrácia v hodnote rozhodujúceho limitu plus 1,64 krát smerodajná odchýlka vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti sa rovná detekčnej schopnosti (ß = 5 %), alebo

b) analyzovaním najmenej 20 slepých materiálov na matricu,

fortifikovaných analytom(mi) v rozhodujúcom limite. Hodnota rozhodujúceho limitu plus 1,64 krát korešpondujúca smerodajná odchýlka sa rovná detekčnej schopnosti (ß = 5 %).

3.1.2.7. Robustnosť (väčšie zmeny)

Analytické metódy by mali byť testované za rôznych pokusných podmienok, ktoré zahŕňajú napríklad rôzne druhy, rôzne matrice alebo rôzne podmienky vzorkovania. Vnesené zmeny by mali byť veľké. Môže byť vyhodnotená dôležitosť týchto zmien, napríklad použitím prístupu podľa Youdena (15)(16). Pre všetky väčšie zmeny, pri ktorých sa ukázalo, že majú významný vplyv na prácu so vzorkou, by mala byť determinovaná každá pracovná charakteristika.

3.1.3. Validácia podľa alternatívnych modelov

Ak sa používajú alternatívne validačné postupy, vo validačnom protokole sa uvedie základný model a stratégia s príslušnými nutnými potrebami, predpokladmi a vzorcami alebo aspoň odkazy na ich použiteľnosť. Ďalej je uvedený príklad na alternatívny prístup. Ak sa použije napríklad vnútrolaboratórny model validácie, pracovné charakteristiky sú určené spôsobom, ktorý umožňuje validáciu väčších zmien v rovnakom validačnom postupe. To si vyžaduje návrh experimentálneho plánu validácie.

3.1.3.1. Experimentálny plán

Experimentálny plán má byť navrhnutý v závislosti od počtu rôznych druhov a rôznych faktorov skúmania. Preto má prvý krok samotného postupu validácie zvážiť počet vzoriek, ktorý bude analyzovaný v budúcnosti v laboratóriu za účelom výberu najdôležitejších druhov a tých faktorov, ktoré môžu mať vplyv na výsledky merania. Následne sa vyberie koncentračný rozsah spôsobom účelu prispôsobeným podľa úrovne záujmu.

Príklad:

1. Niektoré analyty sa môžu vyšetrovať súbežne analytickou metódou, ktorá má byť validovaná.
2. Boli identifikované zmeny vedúcich faktorov (A a B). Vedúce faktory tvoria základ, na ktorom sú kombinované hladiny faktorov. Tieto faktory môžu zahŕňať faktory ako druhy alebo matricu. V tomto príklade sa vedúci faktor menil v dvoch hladinách, t. j. boli vzaté do úvahy dva rôzne druhy (druhy A a B). Vo všeobecnosti možno meniť vedúce faktory na viac ako dvoch úrovniach, čo len zvyšuje počet analýz, ktoré majú byť vykonané.
3. Vybrané faktory sa menia v dvoch hladinách (označené ako buď + alebo -).

Tabuľka 13

Príklady faktorov, ktoré sa považujú za dôležité pri validačnom postupe

Pohlavie zvieraťa	(faktor 1)
Plemeno	(faktor 2)
Transportné podmienky	(faktor 3)
Podmienky skladovania	(faktor 4)
Čerstvosť vzorky	(faktor 5)

Podmienky výkrmu	(faktor 6)
Rôzni operátori s rôznymi skúsenosťami	(faktor 7)

Tabuľka 14

Možný skúšobný plán pre uvedený príklad

Druh	Faktor 1	Faktor 2	Faktor 3	Faktor 4	Faktor 5	Faktor 6	Faktor 7	Č. vzorky
A	+	+	+	+	-	+	-	1
A	+	+	-	-	+	-	-	2
A	+	-	+	-	-	-	+	3
A	+	-	-	+	+	+	+	4
A	-	+	+	-	+	+	+	5
A	-	+	-	+	-	-	+	6
A	-	-	+	+	+	-	-	7
A	-	-	-	-	-	+	-	8

Druh	Faktor 1	Faktor 2	Faktor 3	Faktor 4	Faktor 5	Faktor 6	Faktor 7	Č. vzorky
B	+	+	+	+	-	+	-	9
B	+	+	-	-	+	-	-	10
B	+	-	+	-	-	-	+	11
B	+	-	-	+	+	+	+	12
B	-	+	+	-	+	+	+	13
B	-	+	-	+	-	-	+	14
B	-	-	+	+	+	-	-	15
B	-	-	-	-	-	+	-	16

Každá vzorka (každá hladina kombinácie faktora) má byť obohatená štyrmi rôznymi koncentráciami v blízkosti úrovne záujmu, pre každú hladinu sa analyzuje jedna slepá vzorka, 5 x 16 = 80 analytov bude spracovaných v samotnom validačnom pokuse.

Výsledky z týchto 80 meraní možno vypočítať (13)(14).

Výťažnosť

1. opakovateľnosť per úroveň koncentrácie (s_{ir}),
2. vnútrolaboratórna reprodukovateľnosť per úroveň koncentrácie (s_{ir}),
3. rozhodujúci limit (CCα),
4. detekčná schopnosť (CCß),
5. silová krivka (miera ß chyby oproti koncentrácii),
6. robustnosť väčších zmien, robustnosť menších zmien môže byť určená podľa odseku 3.1.1.3.
7. 16 kalibračných kriviek vzťahujúcich sa na vzorky,

8. jedna celková kalibračná krivka,
9. predpokladaný interval celkovej kalibračnej krivky,
10. odchýlka indukovaná matricou (s_{mat}),
11. odchýlka indukovaná pokusom (s_{run}),
12. vplyv individuálnych faktorov na výsledky merania.

Tieto pracovné charakteristiky dovoľujú úplne vyhodnotiť pracovnú hladinu metódy, pretože sa neskúma len vplyv jednotlivých faktorov, ale aj príslušných kombinácií týchto faktorov. Pomocou tohto náčrtu pokusu možno rozhodnúť, či má byť z celkovej kalibračnej krivky vylúčený jeden alebo viac faktorov, pretože sa významne odchyľujú od smerodajných odchýlok ostatných faktorov.

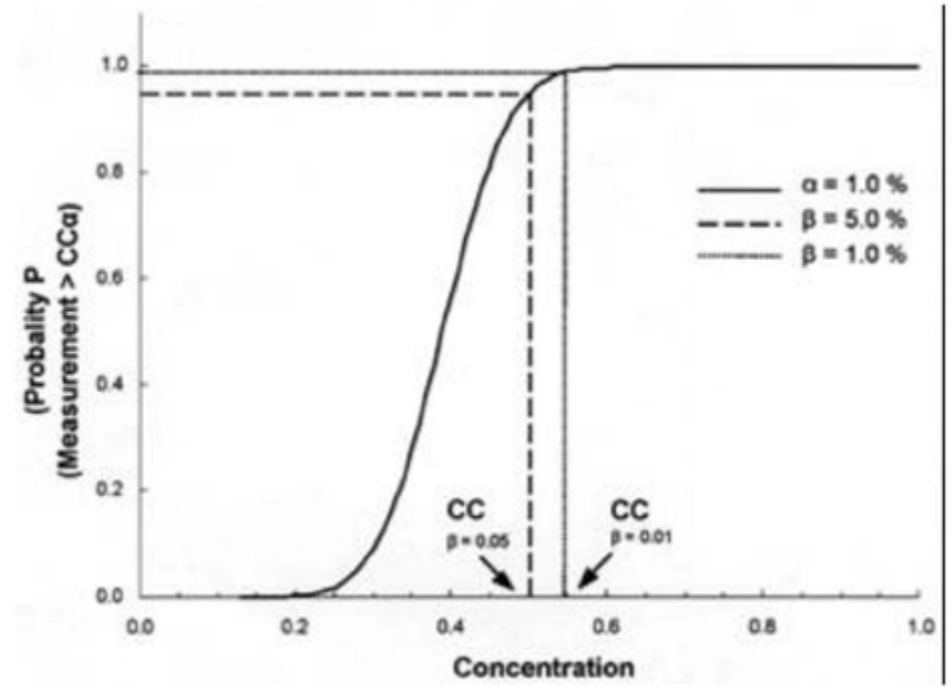
3.1.3.2. Silová krivka

Silová krivka poskytuje informácie o detekčnej schopnosti metódy vo vybranom rozsahu koncentrácie. Ak sa použije vyšetrovaná metóda, týka sa ß chyby. Silová krivka umožňuje výpočet detekčných schopností pre príslušné kategórie metód pre určitú ß chybu (napríklad 5 %)

(screening, konfirmácia) alebo typy (kvalitatívne alebo kvantitatívne).

Obrázok 1

Silová krivka



Obrázok 1 ukazuje príklad grafického stanovenia detekčnej schopnosti (CCß) analytickej metódy. Táto príslušná metóda má zostávajúce riziko podávania falošných rozhodnutí 5 % pri koncentrácii 0,50 ug/kg. Pri koncentrácii 0,55 ug/kg riziko podávania falošne zhodných rozhodnutí stúpa na 1 %.

3.1.3.3. Reprodukovateľnosť

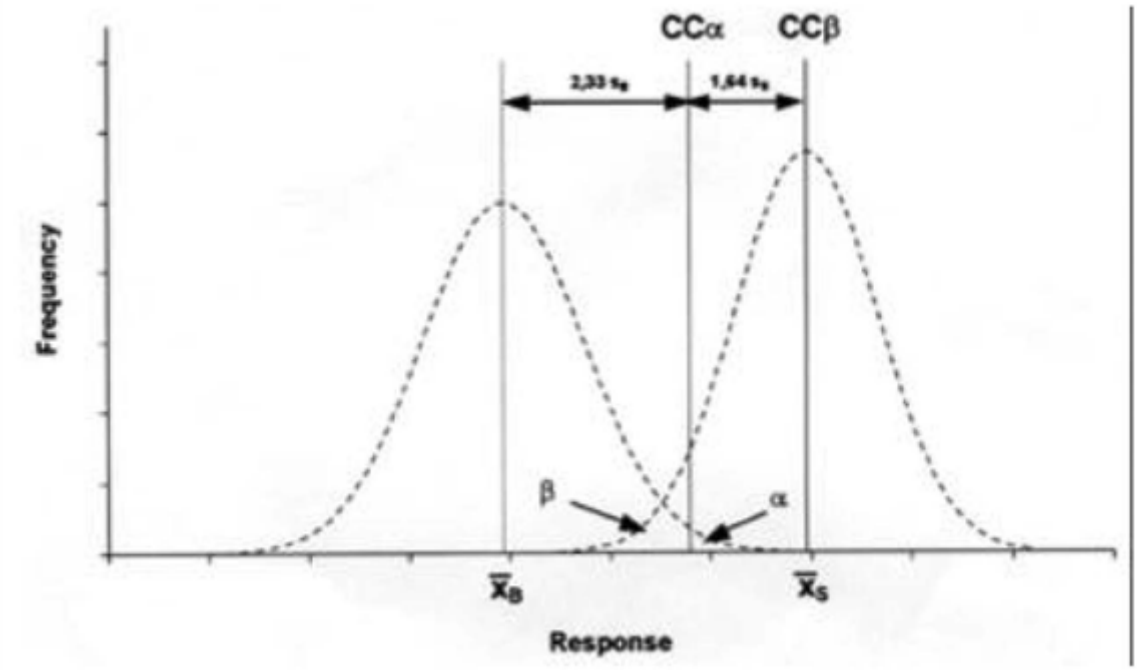
Určenie reprodukovateľnosti metódy pomocou koncepcie jednotlivých

laboratórnych štúdií (vnútrolaboratórna validácia) si vyžaduje opakovanú účasť v skúškach spôsobilosti v súlade s ISO guide 43-1 (3) a 43-2 (4). Laboratóriá si môžu vybrať ich vlastné metódy, tieto metódy sa používajú v rutinných podmienkach. Na vyhodnotenie reprodukovateľnosti sa môže použiť smerodajná odchýlka laboratória.

3.2. Grafická podoba rôznych analytických limitov

Obrázok 2

Látky, pre ktoré nie je ustanovený povolený limit



X_S – priemerná hodnota odozvy kontaminovanej vzorky

S_B – smerodajná odchýlka slepej vzorky (determinovaná za podmienok vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti)

S_S – smerodajná odchýlka kontaminovanej vzorky (determinovaná za podmienok vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti)

α – miera falošne nezhodných výsledkov

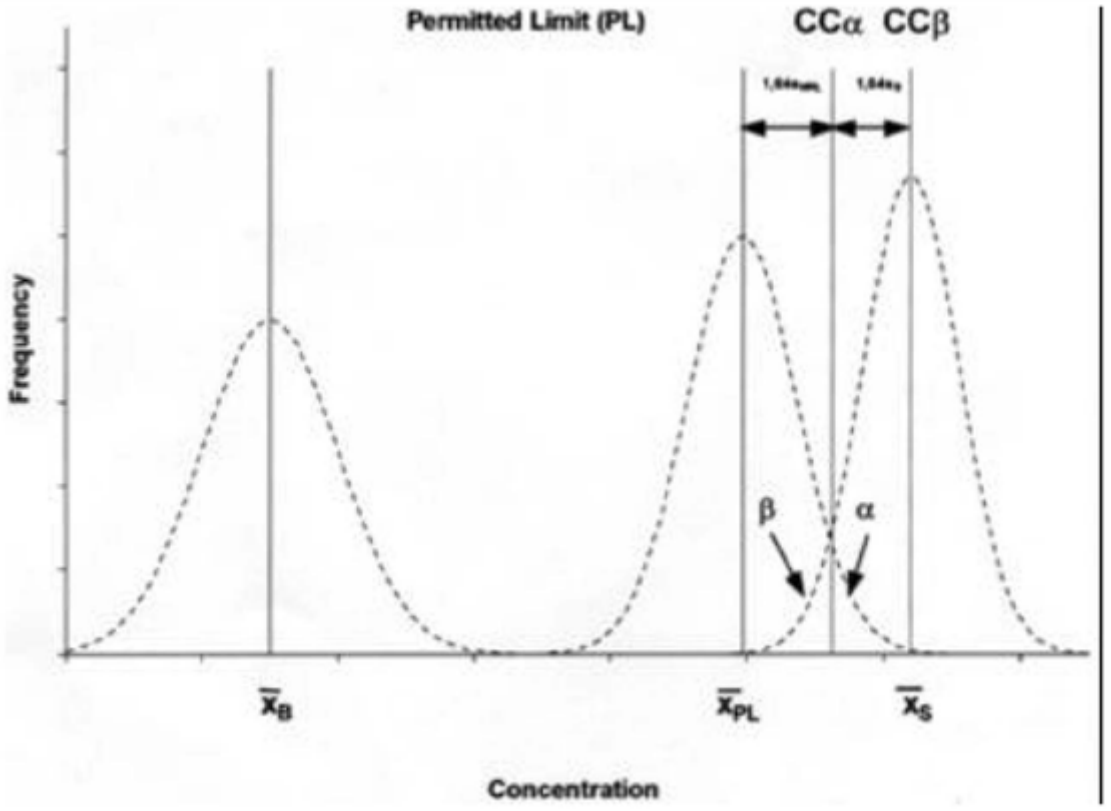
ß – miera falošne zhodných výsledkov

CCα – odozva s udanou α chybou a 50 % β chybou

CCβ – odozva s veľmi malou α chybou a β chybou

Obrázok 3

Látky s ustanoveným povoleným limitom



X_B – priemerná koncentrácia slepej vzorky

X_{PL} – priemerná koncentrácia vo vzorke obsahujúcej analyt v povolenom limite

X_S – priemerná koncentrácia kontaminovanej vzorky

S_{PL} – smerodajná odchýlka vzorky obsahujúcej analyt v povolenom limite (determinovaná za podmienok vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti)

S_S – smerodajná odchýlka kontaminovanej vzorky (determinovaná za podmienok vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti)

α – miera falošne nezhodných výsledkov

ß – miera falošne zhodných výsledkov

CCα – odozva s udanou α chybou a 50 % β chybou

CCβ – odozva s veľmi malou α chybou a β chybou

3.3. Príklad výpočtu pre testovanie robustnosti malých zmien podľa prístupu Youdena (16)

Porovnanie priemerov A

$A_A = \sum(A_i)/4$

$A_B = \sum(B_i)/4$

$A_C = \sum(C_i)/4$

$A_D = \sum(D_i)/4$

$A_E = \sum(E_i)/4$

$A_F = \sum(F_i)/4$

$A_G = \sum(G_i)/4$

$A_a = \sum(a_i)/4$

$A_b = \sum(b_i)/4$

$A_c = \sum(c_i)/4$

$A_d = \sum(d_i)/4$

$A_e = \sum(e_i)/4$

$A_f = \sum(f_i)/4$

$A_g = \sum(g_i)/4$

Porovnanie priemerov veľkých písmen (A_A do A_G) s priemermi s nimi korešpondujúcimi malými písmenami (A_a do A_g). Ak má faktor vplyv, rozdiel bude významne väčší než rozdiely ostatných faktorov.

Robustná metóda nemá byť ovplyvnená zmenami stretávajúcimi sa takmer určite medzi laboratóriami.

Ak nie je významný rozdiel, najrealistickejší stupeň náhodných chýb je daný siedmimi rozdielmi:

Rozdiely (D_i)

$D_a = A - a = \sum(A_i) - \sum(a_i)$

$D_b = B - b = \sum(B_i) - \sum(b_i)$

$D_c = C - c = \sum(C_i) - \sum(c_i)$

$D_d = D - d = \sum(D_i) - \sum(d_i)$

$D_e = E - e = \sum(E_i) - \sum(e_i)$

$D_f = F - f = \sum(F_i) - \sum(f_i)$

$D_g = G - g = \sum(G_i) - \sum(g_i)$

Druhá mocnina rozdielov (D_i^2)

D_a^2 = hodnota a

D_b^2 = hodnota b

D_c^2 = hodnota c

D_d^2 = hodnota d

D_e^2 = hodnota e

D_f^2 = hodnota f

D_g^2 = hodnota g

Smerodajná odchýlka rozdielov D_i (S_{Di})

$$S_{Di} = \sqrt{2 * \sum (D_1^{2/7})}$$

Ak S_{Di} je významne väčšie ako smerodajná odchýlka metódy uskutočnenej za podmienok vnútrolaboratórnej reprodukovateľnosti (pozri vyššie), čo sa dalo vopred očakávať, že všetky faktory spolu majú vplyv na výsledok, aj keď každý jednotlivý faktor nevykazuje významný vplyv a metóda nie je dostatočne robustná oproti vybraným modifikáciám.

3.4. Príklady výpočtu pre vnútrolaboratórny postup validácie

Príklady a výpočty pre vnútrolaboratórny validačný protokol, ako je opísané pod validáciou podľa alternatívnych modelov (3.1.3.) (13)(14)

3.5. Príklady pre metódu štandardného prídavku

Testovaná vzorka s obsahom analytu T je rozdelená na dve skúšobné dávky 1 a 2 alebo hmoty m_1 a m_2. Skúšobná dávka 2 je obohatená objemom V a roztoku s koncentráciou analytu ρ_A. Po krokoch purifikácie a extrakcie metódy sa získajú dva extrakty skúšobných vzoriek s príslušnými objemami V_1 a V_2. Predpokladaná výťažnosť analytu je rc. Oba analyty sú skúšané metódou merania citlivosti b a dávajú analytickú odozvu x_1 a x_2.

Ak sa predpokladá, že rc a b sú rovnaké pre analyt v natívnej vzorke a v obohatenej vzorke, potom sa môže obsah T vypočítať ako :

$$T = x_1.V_1.\rho_A.V_A / (x_2.V_2.m_1 - x_1.V_1.m_2)$$

Metóda dovoľuje určenie výťažnosti. Potom prídavok s opísaným postupom, časť extraktu dávky testu 1 (objem V_3) je obohatená o známe množstvo ρ_B . V_b . sa analyzuje. Analytická odozva je x_3 a výťažnosť je:

$$rc = x_2.V_1.V_2.\rho_B.V_B / [x_3.V_1.V_3(T.m_2 + \rho_A.V_A) - x_2.V_2.T.m_1(V_3 - V_B)]$$

Okrem toho je možné vypočítať citlivosť b ako :

$b = x_1.V_1 / rc.T.m_1$

Boli opísané všetky podmienky použitia a detaily (18).

4. Použité skratky

AAS – atómová absorbčná spektrometria

AES – atómová emisná spektrometria

AOAC–I – Asociácia oficiálnych analytických chemikov - medzinárodná

B – viazaná frakcia (imuno postupy)

CI – chemická ionizácia

CRM – Certifikovaný referenčný materiál

CV – variačný koeficient

2 D – dvojrozmerný

DAD – detektor diódového poľa

DPASV – diferenčná pulzná anodická strippová voltametria

ECD – detekcia záchytu elektónu

EI – elektónová nárazová ionizácia

GC – plynová chromatografia

HPLC – vysokoúčinná kvapalinová chromatografia

HPTLC – vysokoúčinná tenkovrstvová chromatografia

HRMS – vysokorozlišovacia (hmotnostná spektrometria)

ICP-AES – atómová emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou

ICP-MS – hmotnostná spektrometria s indukčne viazanou plazmou

IR – infračervené

ISO – Medzinárodná organizácia pre normalizáciu

LC – kvapalinová chromatografia

LR(MS) – nízkorozlišovacia (hmotnostná spektrometria)

MRPL – minimum požadovaných pracovných limitov

MS – hmotnostná spektrometria

m/z – pomer hmota/náboj

RF – relatívna migrácia k čelu rozpúšťadla (TLC)

RSDL – relatívne smerodajné odchýlky laboratória

SIM – selektovaný monitoring iónov

TLC – chromatografia na tenkej vrstve

UV – ultrafialové svetlo

VIS – viditeľné svetlo

1) § 25 zákona č. 488/2002 Z. z. o veterinárnej starostlivosti a o zmene niektorých zákonov.Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca cudzorodé látky v potravinách (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

2) § 2 ods. 5 zákona č. 140/1998 Z. z. o liekoch a zdravotníckych pomôckach, o zmene zákona č. 455/ 1991 Zb. o živnostenskom podnikaní (živnostenský zákon) v znení neskorších predpisov a o zmene a doplnení zákona Národnej rady Slovenskej republiky č. 220/1996 Z. z. o reklame v znení neskorších predpisov.

3) Zákon č. 140/1998 Z. z. v znení neskorších predpisov.Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100 (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

4) § 4 ods. 3 zákona č. 488/2002 Z. z.

5) § 2 písm. a) zákona č. 488/2002 Z. z.

6) § 14 zákona č. 488/2002 Z. z.

7) Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 293/2003 Z. z. o veterinárnej kontrole pri výmenách živých zvierat a produktov živočíšneho pôvodu s členskými štátmi.

8) Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 319/2003 Z. z., ktorým sa upravujú podrobnosti o zákaze používania niektorých látok s hormonálnym alebo tyreostatickým účinkom a beta-agonistických látok v chove hospodárskych zvierat.

9) § 26 ods. 1 zákona č. 488/2002 Z. z.

10) § 6 ods. 2 písm. a) zákona č. 488/2002 Z. z.

11) § 26 ods. 3 zákona č. 488/2002 Z. z.

12) § 8 zákona č. 488/2002 Z. z.

13) § 4 ods. 2 zákona č. 488/2002 Z. z.

14) Zákon Národnej rady Slovenskej republiky č. 184/1993 Z. z. o krmivách.

15) § 2 písm. c) zákona č. 488/2002 Z. z.

16) § 2 písm. d) zákona č. 488/2002 Z. z.

17) § 3 zákona č. 488/2002 Z. z.

18) § 5 a 12 nariadenia vlády Slovenskej republiky č. 293/2003 Z. z.

19) § 12 ods. 3 zákona č. 488/2002 Z. z.

20) § 10 ods. 3 zákona č. 488/2002 Z. z.

21) Napríklad zákon Národnej rady Slovenskej republiky č. 184/1993 Z. z., nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 281 /2003 Z. z. o požiadavkách v záujme ochrany zdravia ľudí pri produkcii a uvádzaní čerstvého mäsa na trh, nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 282/2003 Z. z. o požiadavkách v záujme ochrany zdravia ľudí pri produkcii a uvádzaní čerstvého hydinového mäsa na trh, nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 300/2003 Z. z. o požiadavkách na zdravie zvierat a o požiadavkách v záujme ochrany zdravia ľudí pri produkcii králičieho mäsa a zveriny zo zveri z farmových chovov a pri ich uvádzaní na trh, nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 311/2003 Z. z. o požiadavkách na ochranu zdravia zvierat a o požiadavkách v záujme ochrany zdravia ľudí pri usmrcovaní voľne žijúcej zveri a uvádzaní zveriny z tejto zveri na trh.

22) § 10 ods. 9 zákona č. 488/2002 Z. z.

23) Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100 (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

24) § 6 ods. 2 písm. n) zákona č. 488/2002 Z. z.

25) § 6 ods. 2 písm. n) zákona č. 488/2002 Z. z.

26) § 2 písm. b) zákona č. 488/2002 Z. z.

27) § 43 a 44 zákona č. 488/2002 Z. z.Zákon č. 140/1961 Zb. Trestný zákon v znení neskorších predpisov.

28) Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 274/2003 Z. z. o vzájomnej spolupráci medzi orgánmi veterinárnej správy, orgánmi štátnej správy v zootechnickej oblasti a orgánmi členských štátov a o spolupráci medzi nimi a Európskou komisiou pri zabezpečovaní správneho použitia právnych predpisov vo veterinárnej a zootechnickej oblasti.

29) § 7 ods. 1 písm. b) nariadenia vlády Slovenskej republiky č. 293/2003 Z. z.

30) Zákon č. 488/2002 Z. z.

31) Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 279/2003 Z. z., ktorým sa ustanovujú zdravotné predpisy týkajúce sa živočíšnych vedľajších produktov, ktoré nie sú určené na ľudskú spotrebu.

32) § 7 ods. 2 písm. b) nariadenia vlády Slovenskej republiky č. 319/2003 Z. z.

33) § 9 zákona č. 488/2002 Z. z.

34) Zákon č. 71/1967 Zb. o správnom konaní (správny poriadok) v znení zákona č. 215/2002 Z. z.

35) Napríklad zákon Slovenskej národnej rady č. 10/1992 Zb. o súkromných veterinárnych lekároch a o Komore veterinárnych lekárov Slovenskej republiky v znení zákona č. 337/1998 Z. z.

36) § 27 zákona č. 488/2002 Z. z.

37) § 25 zákona č. 488/2002 Z. z.Zákon č. 140/1998 Z. z. v znení neskorších predpisov.Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003-100 (oznámenie č. 101 /2003 Z. z.).

38) § 35 zákona č. 488/2002 Z. z.

39) § 38, 33 až 45 zákona č. 488/2002 Z. z.

40) § 20 a 24 zákona č. 488/2002 Z. z.

41) § 6 ods. 1 zákona č. 488/2002 Z. z.

42) § 5 nariadenia vlády Slovenskej republiky č. 284/2003 Z. z. o zdravotných problémoch a problémoch veterinárnej inšpekcie pri dovoze hovädzieho dobytka, oviec, kôz, ošípaných, čerstvého mäsa alebo mäsových výrobkov z tretích krajín.Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 301/2003 Z. z. o princípoch ovplyvňujúcich organizáciu veterinárnych kontrol zvierat vstupujúcich na územie Slovenskej republiky z tretích krajín.

43) § 2 ods. 2 písm. e) nariadenia vlády Slovenskej republiky č. 321/2003 Z. z., ktorým sa ustanovujú princípy organizácie veterinárnych kontrol produktov vstupujúcich do Slovenskej republiky z tretích krajín.

44) § 33 ods. 2 zákona č. 488/2002 Z. z.

45) § 33 ods. 8 zákona č. 488/2002 Z. z.

46) Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 321/2003 Z. z.

1) Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100 (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

1) § 4 ods. 3 zákona č. 488/2003 Z. z. o veterinárnej starostlivosti a o zmene niektorých zákonov.

2) Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100 (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

1) § 13 zákona č. 488/2002 Z. z.

2) § 6 ods. 2 písm. a) zákona č. 488/2002 Z. z.

3) § 14 ods. 4 zákona č. 488/2002 Z. z.

4) § 2 písm. a) zákona č. 488/2002 Z. z.

5) Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 13. februára 2003 č. 414/2003–100 (oznámenie č. 101/2003 Z. z.).

6) § 6 a 8 zákona č. 488/2002 Z. z.

1) ISO 78-2(6).

2) Kapitoly 5.9. normy ISO 17025 (1).

3) ISO 31 (20).

4) ISO 5725-4 (5).

5) ISO 5725-2 (5).

6) ISO 11843 (17).

Vydavateľ Zbierky zákonov Slovenskej republiky, správca obsahu a prevádzkovateľ právneho a informačného portálu Slov-Lex dostupného na webovom sídle www.slov-lex.sk je
Ministerstvo spravodlivosti Slovenskej republiky, Račianska 71, 813 11 Bratislava,
tel.: +421 2 888 91 864, +421 2 888 91 865, e-mail: helpdesk@slov-lex.sk.