

Na temelju članka 17. stavak 2. i članka 72. Zakona o hrani ("Službeni glasnik BiH", broj 50/04) i članka 17. Zakona o Vijeću ministara Bosne i Hercegovine ("Službeni glasnik BiH", br. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 i 24/08), Vijeće ministara Bosne i Hercegovine, na prijedlog Agencije za sigurnost hrane Bosne i Hercegovine, u suradnji s nadležnim tijelima entiteta i Brčko Distrikta Bosne i Hercegovine, na 76. sjednici održanoj 12. veljače 2009. godine, donijelo je

PRAVILNIK

O METODAMA UZORKOVANJA I ANALIZA ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINE NITRATA U HRANI

DIO PRVI - OPĆE ODREDBE

Članak 1.

(Predmet)

(1) Pravilnikom o metodama uzorkovanja i analiza za službenu kontrolu količine nitrata u hrani (u daljnjem tekstu: Pravilnik) utvrđuju se metode uzorkovanja i analiza za službenu kontrolu količine nitrata u hrani navedenoj u dijelu I. Aneksa Pravilnika o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani.

(2) Metode uzorkovanja, priprava uzoraka i analize za službenu kontrolu količine nitrata u hrani provode se u skladu s metodama propisanim u Aneksu, koji je sastavni dio ovoga Pravilnika.

DIO DRUGI - PRIJELAZNE I ZAVRŠNE ODREDBE

Članak 2.

(Usklađenost)

Količina nitrata koji se određuje u hrani na temelju ovoga Pravilnika mora odgovarati količini propisanoj Pravilnikom o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani.

Članak 3.

(Prestanak važenja propisa)

Danom stupanja na snagu ovoga Pravilnika prestaju važiti odredbe Upute o načinu uzimanja uzoraka za provođenje analiza i superanaliza namirnica i predmeta u općoj upotrebi ("Službeni list SFRJ", broj 60/78), koje se odnose na provođenje službene kontrole hrane na prisustvo nitrata.

Članak 4.

(Stupanje na snagu)

Ovaj Pravilnik stupa na snagu osmoga dana od dana objave u "Službenom glasniku BiH".

VM broj 95/09
12. veljače 2009. godine
Sarajevo

Predsjedatelj
Vijeća ministara BiH
Dr. **Nikola Špirić**, v. r.

ANEKS

METODE UZORKOVANJA, PRIPRAVE UZORAKA I ANALIZE ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINE NITRATA U ODREĐENOJ HRANI

1. OPĆE ODREDBE

Službena kontrola provodit će se u skladu s važećim propisima o službenoj kontroli hrane.

1.1. Svrha i opseg

Uzorci namijenjeni službenoj kontroli količine nitrata u hrani uzimat će se u skladu s metodama propisanim u ovome Aneksu. Tako dobiveni skupni uzorci, bilo izravno s polja ili iz serija, smatrat će se reprezentativnim za te serije.

Usklađenost s propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani utvrđuje se na temelju količine koja se odredi u laboratorijskim uzorcima.

1.2. Definicije

U svrhu ovoga Aneksa, primjenjuju se sljedeće definicije:

- 1.2.1. *Seriya ili lot* (u daljnjem tekstu: serija) jest količina hrane koju je moguće identificirati, koja je ubrana u isto vrijeme ili dostavljena u jednoj isporuci i za koju je ovlaštena osoba utvrdila da ima zajedničke karakteristike, poput podrijetla, vrste ili tipa tla na najviše 2 hektara površine, vrste pakiranja, pakirera, pošiljatelja ili oznake.
- 1.2.2. *Podserija ili subplot* (u daljnjem tekstu: podserija) jest određeni dio velike serije na kojem se primjenjuje metoda uzorkovanja; svaka podserija mora biti fizički odvojena i takva da ju je moguće identificirati.
- 1.2.3. *Pojedinačni uzorak* je količina materijala uzeta s jednog mjesta u seriji ili podseriji. U ovome slučaju to može biti jedna glavica zelene salate, špinata, šaka mladog lišća ili jedna vreća rezanog lišća.
- 1.2.4. *Skupni uzorak* je zbroj svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz dane serije ili podserije.
- 1.2.5. *Laboratorijski uzorak* je uzorak namijenjen analizi u laboratoriju.
- 1.2.6. *Polje* je određena površina zemljišta istoga tipa tla i kultivacijske prakse, koja sadrži samo jednu vrstu zelene salate ili špinata u istom stadiju rasta. Termin „polje” može se zamijeniti terminom „serija” pri uzorkovanju.
- 1.2.7. *Natkrivena površina* je određena površina zemljišta koja je natkrivena staklenikom ili politunelom (plastični ili polietilenski tunel ili platenik) i sadrži samo jednu vrstu zelene salate ili špinata u istom stadiju rasta koja će se brati u isto vrijeme. Termin „natkrivena površina” može se zamijeniti terminom „serija” pri uzorkovanju.

1.3. Opće odredbe

1.3.1. Osoblje

Uzorkovanje obavlja osoba koju ovlasti nadležni organ.

1.3.2. Materijal koji se uzorkuje

Svaka serija koja se ispituje mora se posebno uzorkovati. Velike serije, tj. serije teže od 30 tona ili površine veće od 3 hektara, potrebno je podijeliti na podserije kako bi se posebno uzorkovale.

1.3.3. Mjere opreza

Za vrijeme uzorkovanja i pripreve uzoraka moraju se poduzeti mjere opreza kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi utjecale na:

- količinu nitrata, negativno utjecale na analitičko određivanje ili učinile skupne uzorke nereprezentativnima, npr. prisutnost zemlje na zelenoj salati ili špinatu tijekom pripreve uzorka;
- zdravstvenu ispravnost hrane ili cjelovitost serije koja će se uzorkovati.

Također, bit će poduzete sve potrebne mjere radi osiguranja zaštite osoba koje uzimaju uzorke.

1.3.4. Pojedinačni uzorci

U mjeri u kojoj je to moguće, pojedinačni uzorci moraju se uzimati s različitih mjesta iz serije ili podserije. Odstupanje od takvog postupka mora se navesti u zapisniku koji je propisan u točki 1.3.8. ovoga Aneksa.

1.3.5. Priprava skupnog uzorka

Skupni uzorak dobiva se objedinjavanjem svih pojedinačnih uzoraka.

1.3.6. Uzorci

Uzorci se moraju uzimati iz homogeniziranog skupnog uzorka.

1.3.7. Pakiranje i prijenos uzoraka

Svaki se uzorak stavlja u čistu, inertnu, zapečaćenu, neprozirnu plastičnu vreću radi sprečavanja gubitka vlage i prikladne zaštite od bilo kakvog oštećenja ili kontaminacije.

Uzorak se mora dostaviti laboratoriju u roku od 24 sata od uzorkovanja i mora se čuvati ohlađen tijekom prijevoza. Ako to nije moguće, uzorak se mora duboko zamrznuti u roku od 24 sata i čuvati zamrznut (najviše do šest tjedana).

Bit će preduzete sve dodatne potrebne mjere opreza kako bi se izbjegla bilo kakva promjena u sastavu uzoraka do koje bi moglo doći tijekom prijevoza ili skladištenja.

1.3.8. Pečaćenje i označavanje uzoraka

Svaki uzorak koji je uzet za službene potrebe mora se zapečatiti na mjestu uzorkovanja i označiti.

O svakom uzorkovanju mora se sastaviti zapisnik, koji će omogućiti da svaka serija ili podserija bude nedvojbeno identificirana. Službena osoba koja obavlja uzorkovanje evidentira: vrstu, uzgajivača, način proizvodnje, vrijeme, mjesto uzorkovanja, subjekta u poslovanju s hranom odgovornog za pošiljku i bilo koje druge relevantne informacije koje bi mogle biti od pomoći analitičaru.

1.4. Različite vrste serija

Dopušteno je stavljati na tržište hranu u rasutom obliku (u rinfuzi) ili u spremnicima, uključujući vrećice, vreće i gajbe, ili u drugim maloprodajnim pakiranjima. Metoda uzorkovanja može se primijeniti na sve oblike u kojima je roba stavljena na tržište.

2. METODA UZORKOVANJA

U mjeri u kojoj je to moguće, pojedinačni se uzorci uzimaju iz različitih mjesta u seriji ili podseriji.

2.1. Uzorkovanje na polju

Ako nadležno tijelo smatra potrebnim uzorkovati zelenu salatu ili špinat na polju, uzorkovanje se provodi na sljedeći način:

Pojedinačni se uzorci moraju uzimati s površine koja je reprezentativna za to polje ili natkrivenu površinu. Posebnim serijama ili poljima smatraju se površine s različitim vrstama tla koje su bile podvrgnute različitim kultivacijskim praksama ili s različitim vrstama zelene salate ili špinata koji se ubiru u različito vrijeme. Ako je polje veće od 3 hektara, takvo polje dijeli se na podserije od 2 hektara i svaka se podserija posebno uzorkuje.

Pojedinačni se uzorci uzimaju slijedeći obrazac u obliku slova „W” ili „X” preko polja. Usjevi koji se ubiru s uskih gredica ili natkrivenih površina ubiru se slijedeći obrazac slova „W” ili „X” za nekoliko gredica i objedinjavaju se kako bi se dobio skupni uzorak.

Biljke se moraju rezati u nivou zemlje.

Uzorak mora sadržavati najmanje 10 biljaka, a masa skupnog uzorka od 10 biljaka mora iznositi najmanje 1 kg. Zemlja, vanjski nejestivi i oštećeni listovi moraju se ukloniti sa svake jedinice. Uzorkuje se samo ona veličina biljke koju je moguće ponuditi na tržištu i koja je sukladna sljedećoj tablici:

Vrsta uzorka	Uzgoj na otvorenom	Uzgoj pod zaštitom
Glavičaste zelene salate (izuzev vrsta hrskave i <i>Iceberg</i> zelene salate) i <i>Cos</i> ili <i>Romaine</i> zelene salate (izuzev vrsta <i>Little gem</i> zelene salate)	150 g	100 g
Vrste zelene salate hrskava i <i>Iceberg</i>	300 g	200 g
Lisnate zelene salate i vrste <i>Little gem</i> zelene salate	100 g	100 g
Endivije kovrčavih listova i endivije širokih listova (<i>Batavian</i>)	200 g	150 g

2.2. Uzorkovanje serija špinata, zelene salate, hrane za bebe i prerađene hrane na bazi žitarica za dojenčad i malu djecu, koja se nalazi na tržištu

Metoda uzorkovanja primjenjiva je na serije ≤ 25 t.

U slučaju velikih serija (serije > 30 t), serija se dijeli na podserije od 25 t, pod uvjetom da je podseriju moguće fizički podijeliti. Uzimajući u obzir da masa serije nije uvijek točan umnožak od 25 t, masa podserije može premašivati spomenutu masu za najviše 20%. To znači da masa podserija može iznositi između 15 i 30 t. U slučaju kada serija nije ili se ne može fizički podijeliti na podserije, uzorak se uzima iz serije.

Masa skupnog uzorka mora iznositi najmanje 1 kg, osim ako to nije moguće, npr. kada se uzorkuje samo jedna glavica ili jedno pakiranje.

Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti iz serije dani su u Tablici 1.

Tablica 1. Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti iz serije

Masa serije (kg)	Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti	Najmanja masa skupnog uzorka (kg)
< 50	3	1
50 - 500	5	1
> 500	10	1

Ako se serija sastoji od pojedinačnih pakiranja, onda je broj pakiranja koji se uzima za formiranje skupnog uzorka dan u Tablici 2.

Tablica 2. Broj pakiranja (pojedinačnih uzoraka) koji se uzima za formiranje skupnog uzorka ako se serija sastoji od pojedinačnih pakiranja

Broj pakiranja ili jedinica u seriji	Broj pakiranja ili jedinica koje se uzimaju	Najmanja masa skupnog uzorka (kg)
1 - 25	1 pakiranje ili jedinica	1
26 - 100	oko 5%, najmanje 2 pakiranja ili jedinice	1
> 100	oko 5%, najviše 10 pakiranja ili jedinica	1

Svaka serija ili podserija kojoj se provjerava usklađenost mora se uzorkovati zasebno. Međutim, ako bi ovakva metoda uzorkovanja dovela do tržišno neprihvatljivih posljedica kao rezultat oštećenja serije (zbog oblika pakiranja, načina prijevoza itd.), može se primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uvjetom da ona osigurava zadovoljavajuću reprezentativnost skupnog uzorka u odnosu na uzorkovanu seriju i da je ta metoda potpuno opisana i dokumentirana. Mjesto s kojega se uzima uzorak iz serije bira se nasumice, ali gdje je to fizički teško izvodivo, uzima se s nasumice odabranog mjesta iz dostupnih dijelova serije.

2.3. Uzorkovanje u fazi maloprodaje

Uzorkovanje hrane u fazi maloprodaje provodi se, gdje je to moguće, u skladu s odredbama o uzorkovanju koje su propisane u točki 2.2.

Ako to nije moguće, može se primjenjivati alternativna metoda uzorkovanja u fazi maloprodaje, pod uvjetom da ona osigurava zadovoljavajuću reprezentativnost skupnog uzorka u odnosu na uzorkovanu seriju i da je ta metoda potpuno opisana i dokumentirana.

Ako je količina koja se uzorkuje toliko malena da je nemoguće dobiti skupni uzorak od 1 kg, masa skupnog uzorka može biti manja od 1 kg. Također, pri uzorkovanju prerađene hrane na bazi žitarica i hrane za bebe, dojenčad i malu djecu, masa skupnog uzorka može iznositi 0,5 kg.

2.4. Procjena usklađenosti serije ili podserije

- Prihvaća se ako je laboratorijski uzorak sukladan najvećoj dopuštenoj količini, uzimajući u obzir mjernu nesigurnost i korekciju za iskorištenje;
- Odbija se ako laboratorijski uzorak premašuje najveću dopuštenu količinu (izvan razumne sumnje), uzimajući u obzir mjernu nesigurnost i unesenu korekciju za iskorištenje (tj. za ocjenu usklađenosti koristi se analitički rezultat s unesenom korekcijom za iskorištenje i minus proširena mjerna nesigurnost).

3. PRIPRAVA UZORKA

- 3.1. U slučaju uzorkovanja svježeg povrća, uzorci se moraju pripremiti u roku od 24 sata od uzorkovanja ako je to moguće. Ukoliko to nije moguće, uzorak se mora čuvati zamrznut (najviše do šest tjedana).
- 3.2. Zemlja, jako zaprljani i drugi vanjski nejestivi i oštećeni listovi moraju se ukloniti iz svake pojedinačne jedinice. Nije dozvoljeno pranje uzoraka jer se tako može smanjiti količina nitrata.
- 3.3. Potrebno je homogenizirati cijeli uzorak (moguće je dodavati poznatu količinu vode). Ovisno o veličini upotrijebljenih uređaja za usitnjavanje, mogu se objediniti jedna ili više pojedinačnih jedinica radi homogenizacije. Miješanje se može pospiješiti zamrzavanjem i usitnjavanjem jedinica prije homogenizacije. Mora se pokazati da je postupak homogenizacije doveo do potpune homogenizacije, koja je ključna za maksimalnu ekstrakciju i iskorištenje nitrata. Uzorci se na taj način moraju jednako tretirati, bez obzira jesu li uzeti na polju ili iz maloprodaje.
- 3.4. Za analizu se uzimaju jedan ili više uzoraka iz sastavljene kaše.

4. ANALITIČKA METODA, IZVJEŠĆIVANJE O REZULTATIMA I ZAHTJEVI ZA LABORATORIJSKU KONTROLU

4.1. Definicije

Za potrebe ovoga Aneksa primjenjuju se sljedeće definicije:

r = ponovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike dvaju rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima (isti uzorak, isti ispitivač, isti instrument, isti laboratorij i kratki vremenski razmak), uz vjerojatnost od 95% očekuje se da bude manja od r (tj. $|x_1 - x_2| < r$), gdje je $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima.

RSD_r = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima $\left(\left(s_r / \bar{x} \right) \times 100 \right)$.

R = obnovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike između pojedinačnih rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima (na istome materijalu koji dobiju ispitivači u različitim laboratorijima koristeći standardizirane ispitne

metode), uz vjerojatnost od 95% očekuje se da bude manja od R, gdje je:
 $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima.

RSD_R = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima $\left(\frac{s_r}{\bar{x}}\right) \times 100$.

4.2. Opći uvjeti

Analitičke metode koje se koriste u svrhu kontrole hrane moraju biti sukladne propisima o službenoj kontroli hrane.

4.3. Posebni uvjeti

4.3.1. Postupak ekstrakcije

Potrebno je obratiti posebnu pozornost u primjeni postupka ekstrakcije. Metode ekstrakcija vrućom vodom, odnosno sa smjesom metanola i vode (u omjeru 30 : 70) jamče djelotvornu ekstrakciju nitrata. Ekstrakcija hladnom vodom koristi se samo ako je uzorak za analizu prije ekstrakcije bio zamrznut.

4.3.2. Izvedbeni kriteriji

Posebni kriteriji za analitičke metode koje se koriste za određivanje količine nitrata su:

Kriterij	Raspon koncentracija	Preporučena vrijednost	Najveća dopuštena vrijednost
Iskorištenje (eng. <i>Recovery</i>)	< 500 mg/kg	60-120 %	
	≥ 500 mg/kg	90-110 %	
Preciznost RSD_R	Svi	vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe	2 x vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe

Preciznost RSD_R može se izračunati kao 0,66 puta preciznost RSD_R za relativnu koncentraciju ($RSD_r = 0,66 \times RSD_R$)

Napomene vezane uz izvedbene kriterije

- Rasponi koncentracija se ne navode, budući da se preciznost izračunava za relevantne koncentracije.
- Preciznost se izračunava s pomoću Horwitzove jednadžbe, tj.:

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

gdje je:

RSD_R relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima $\left(\frac{s_r}{\bar{x}}\right) \times 100$

C jest omjer koncentracija (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

4.4. Izvješćivanje o rezultatima, procjena mjerne nesigurnosti i izračun iskorištenja (eng. Recovery)

Rezultat analize iskazuje se kao korigiran odnosno nekorigiran za iskorištenje. Ako je rezultat korigiran, mora se navesti postotak iskorištenja.

Rezultati analize prikazuju se kao $\times \pm U$, gdje je \times rezultat analize, a U je proširena mjerna nesigurnost uz faktor pokrivanja 2, čime se dobiva razina pouzdanosti od oko 95%.

Navedena pravila tumačenja rezultata analize u smislu prihvaćanja odnosno odbijanja serije vrijede za rezultate analiza dobivenih na uzorku za službenu kontrolu.

4.5 Standardi kvalitete za laboratorije

Laboratorij mora biti sukladan propisima o službenoj kontroli hrane.
