

Na osnovu člana 17. stav 2. i člana 72. Zakona o hrani ("Službeni glasnik BiH", broj 50/04) i člana 17. Zakona o Međunarodnom pravu ministara Bosne i Hercegovine ("Službeni glasnik BiH", broj 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 saradnji s nadležnim organima entiteta i Brčko Distrikta Bosne i Hercegovine, na 76. sjednici održanoj 12. februara 2009. godine, donijelo je

PRAVILNIK

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

DIO PRVI-OPĆE ODREDBE

Član 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 koja se pominje u Dijelu I. Aneksa Pravilnika o maksimalno dozvoljenim količinama za određene kontaminante u hrani.
- (2) Metode uzorkovanja, priprema uzoraka i analize za službenu kontrolu količine nitrata u hrani vrše se u skladu s metodama

koje su propisane u Aneksu, koji je sastavni dio ovog pravilnika.

DIO DRUGI-PRIJELAZNE I ZAVRŠNE ODREDBE

Član 2.
(Usklađenost)

Količina nitrata koji se određuju u hrani na osnovu ovog pravilnika mora se usklađivati s Pravilnikom o maksimalno dozvoljenim količinama za određene kontaminante u hrani.

Član 3.
(Prestanak važenja propisa)

Danom stupanja na snagu ovog pravilnika prestaju važiti odredbe Uputstva o načinu uzimanja uzorka za vršenje analiza i superanaliza namirnica i predmeta opće upotrebe ("Službeni list SFRJ", broj 60/78), koje se odnose na provođenje službene kontrole hrane na prisustvo nitrata.

Član 4.
(Stupanje na snagu)

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmog dana od dana objavljivanja u "Službenom glasniku BiH".

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

Predsjedavajući
Vijeća ministara BiH
Dr. Nikola Špirić, s. r.

ANEKS**METODE UZORKOVANJA, PRIPREME 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 obim

Uzoreci koji su namijenjeni za službenu kontrolu količine sadržaja nitrata u hrani uzimat će se u skladu s metodama propisanim u ovom aneksu. Tako dobiveni grupni uzorci, bilo direktno iz polja ili iz serija, smatrat će se reprezentativnim za te serije.

Uskladenost s propisima o maksimalno dozvoljenim količinama određenih kontaminanata u hrani bit će utvrđena na osnovu količine koja se odredi u laboratorijskim uzorcima.

1.2 Definicije

Za potrebe ovog aneksa, koriste se sljedeće definicije:

- 1.2.1 *Serija ili lot* (u daljnjem tekstu: serija) je količina hrane, koju je moguće identificirati i koja se bere u isto vrijeme ili koja je dostavljena u jednoj isporuci i za koju je ovlašteno lice utvrdilo da ima zajedničke karakteristike, kao što su porijeklo, vrsta ili tip tla u maksimalno 2 hektara površine, vrsta pakovanja, paker, pošiljalac ili oznake.
- 1.2.2 *Podserija ili subplot* (u daljnjem tekstu: podserija) je određeni dio velike serije kako bi se primijenila metoda uzorkovanja na taj određeni dio; svaka podserija mora se fizički razdvojiti i mora je biti moguće identificirati.
- 1.2.3 *Pojedinačni uzorak* je količina materijala uzeta s jednog mjesta u seriji ili podseriji. U ovom slučaju to može biti jedna glavica zelene salate, špinata, šaka mladog lišća ili jedna vreća rezanog lišća.
- 1.2.4 *Grupni uzorak* je zbir svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz date serije ili podserije.
- 1.2.5 *Laboratorijski uzorak* je uzorak namijenjen za laboratorijsku analizu.
- 1.2.6 *Polje* je određena površina zemljišta istog tipa tla i kultivacijske prakse, koja sadrži samo jednu vrstu zelene salate ili špinata u istom stadiju rasta. *Polje* se također može nazivati i *serija* u metodi uzorkovanja.
- 1.2.7 *Pokrivena površina* je određena površina zemljišta koja je pokrivena staklenikom ili politunelom (plastični ili polietilenski tunel ili plastenik) i koja sadrži samo jednu vrstu zelene salate ili špinata u istom stadiju rasta i koja će se brati u isto vrijeme. *Pokrivena površina* također se može nazivati i *serija* u metodi uzorkovanja.

1.3 Opće odredbe

1.3.1 Osoblje

Uzorkovanje vrši lice koje je ovlastio nadležni organ.

1.3.2 Materijal koji se uzorkuje

Svaka serija koja se ispituje mora se zasebno uzorkovati. Velike serije (tj. serije mase od 30 tona ili veće od 3 hektara) potrebno je podijeliti na podserije kako bi se uzorkovale zasebno.

1.3.3 Mjere predostrožnosti

Tokom uzorkovanja i pripreme uzoraka moraju se preduzeti mjere predostrožnosti kako bi se izbjegle bilo kakve promjene, koje bi uticale na:

- sadržaj nitrata, negativno uticale na analitičko određivanje ili učinile grupne uzorke nereprezentativnim, npr. prisustvo zemlje na zelenoj salati ili špinatu tokom pripreme uzorka;
- sigurnost hrane ili integritet serije koja će se uzorkovati.

Također, bit će preduzete sve neophodne mjere kako bi se osigurala sigurnost lica koja uzimaju uzorke.

1.3.4 Pojedinačni uzorci

U onoj mjeri u kojoj je to moguće, pojedinačni uzorci moraju se uzimati na različitim mjestima rasprostranjenim kroz seriju ili podseriju. Odstupanje od takve procedure mora se evidentirati u zapisniku koji je propisan u tački 1.3.8 ovog aneksa.

1.3.5 Priprema grupnog uzorka

Grupni uzorak dobiva se spajanjem svih pojedinačnih uzoraka.

1.3.6 Uzorci

Uzorci se moraju uzimati iz homogeniziranog grupnog uzorka.

1.3.7 Pakovanje i prijenos uzoraka

Svaki uzorak stavlja se u čistu, inertnu, zapečaćenu, neprozirnu plastičnu vreću kako bi se spriječio gubitak vlažnosti, koja nudi adekvatnu zaštitu od bilo kakvog oštećenja ili kontaminacije.

Uzorak se mora prebaciti u laboratoriju u roku od 24 sata od uzorkovanja i mora se čuvati ohlađen tokom prijevoza. Ako ovo nije moguće, uzorak se mora duboko zalediti u roku od 24 sata i čuvati zaleđen (maksimalno do šest sedmica).

Kako bi se izbjegla bilo kakva promjena sastava uzoraka do koje bi moglo doći tokom prijevoza ili skladištenja, bit će preduzete sve dodatne potrebne mjere predostrožnosti.

1.3.8 Pečaćenje i označavanje uzoraka

Svaki uzorak koji je uzet za službenu upotrebu mora se zapečatiti na mjestu uzorkovanja i identificirati.

Za svako uzorkovanje mora se sačiniti zapisnik, koji će omogućiti da svaka serija ili podserija bude nedvosmisleno identificirana. Službeno lice koje vrši uzorkovanje evidentira vrstu, uzgajivača, metodu proizvodnje, datum, mjesto uzorkovanja, subjekta u poslovanju s hranom odgovornog za pošiljku i bilo koje druge relevantne informacije koje bi mogle pomoći analitičaru.

1.4 Različite vrste serija

Može se stavljati na tržište hrana koja je u rasutom stanju (rinfuza) ili u kontejnerima, uključujući kese, vreće i gajbe, ili u drugim maloprodajnim pakovanjima. Metoda uzorkovanja može se primijeniti na sve oblike u kojima je roba stavljena na tržište.

2. METODA UZORKOVANJA

U onoj mjeri u kojoj je to moguće, pojedinačni uzorci uzimaju se na različitim mjestima serija ili podserija.

2.1 Uzorkovanje u polju

Ako nadležni organ smatra potrebnim da uzorkuje zelenu salatu ili špinat u polju, to uzorkovanje mora se vršiti na sljedeći način:

Pojedinačni uzorci moraju se uzimati s površine koja je reprezentativna za to polje ili pokrivenu površinu. Površine s različitom vrstom tla, koje su bile podvrgnute različitim kultivacijskim praksama ili sadrže različite vrste zelene salate ili špinata, ili se beru u različito vrijeme, smatraju se kao zasebne serije ili polja. Ako je polje veće od 3 hektara, takvo polje dijeli se na podserije od 2 hektara i svaka podserija uzorkuje se zasebno.

Pojedinačni uzorci uzimaju se prateći obrazac u obliku slova „W” ili „X” kroz polje. Usjevi koji se beru sa uskih lijeha ili pokrivenih površina beru se prateći obrazac slova „W” ili „X” s nekoliko lijeha i spajaju se kako bi se dobio grupni uzorak.

Biljke se moraju rezati u nivou zemlje.

Uzorak mora sadržavati najmanje 10 biljaka i skupni uzorak od 10 biljaka mora biti najmanje 1 kg. Zemlja, vanjski nejestivi i oštećeni listovi moraju se odstraniti iz svake jedinice. Uzorkuje se samo ona veličina koju je moguće ponuditi na tržištu i u skladu sa sljedećom tabelom:

Vrsta uzorka	Uzgoj na otvorenom	Uzgoj pod zaštitom
Glavičaste zelene salate (izuzev hrskave i „Iceberg” vrsta zelene salate) i „Cos” ili „Romaine” zelene salate (izuzev „Little gem” vrsta zelene salate)	150 g	100 g
Hrskava i „Iceberg” vrste zelene salate	300 g	200 g
Lisnate zelene salate i „Little gem” vrste zelene salate	100 g	100 g
Endive kovrdžavih listova i endive širokih listova (Batavian)	200 g	150 g

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

Metoda uzorkovanja primjenjiva je na serije ≤ 25 tona.

1. U slučaju velikih serija (serije > 30 tona), serija se dijeli u podserije od 25 tona pod uslovom da je podseriju moguće fizički podijeliti. Uzimajući u obzir da masa serije nije uvijek tačan umnožak od 25 tona, masa podserije može prelaziti pomenutu masu za maksimalno 20 %. To znači da podserija može biti mase između 15 i 30 tona. U slučaju kada serija nije ili se ne može fizički podijeliti u podserije, uzorak se uzima iz serije.

Grupni uzorak mora biti mase najmanje 1 kg, osim gdje to nije moguće, npr. kada se uzorkuje samo jedna glavica ili jedno pakovanje.

Minimalni broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti iz serije dati su u Tabeli 1.

Tabela 1. Minimalni broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti iz serije

Masa serije (u kg)	Minimalni broj pojedinačnih uzoraka koje je potrebno uzeti	Minimalna masa grupnog uzorka (kg)
< 50	3	1
50 do 500	5	1
> 500	10	1

Ako se serija sastoji od pojedinačnih pakovanja, onda je broj pakovanja, koji se uzima za formiranje grupnog uzorka, dat u Tabeli 2.

Tabela 2. Broj pakovanja (pojedinačnih uzoraka) koji se uzima za formiranje grupnog uzorka ako se serija sastoji od pojedinačnih pakovanja

Broj pakovanja ili jedinica u seriji	Broj pakovanja ili jedinica koje će se uzeti	Minimalna masa grupnog uzorka (kg)
1 do 25	1 pakovanje ili jedinica	1
26 do 100	Oko 5%, najmanje 2 pakovanja ili jedinice	1
> 100	Oko 5%, maksimalno 10 pakovanja ili jedinica	1

Svaka serija ili podserija koja se provjerava na uskladenost mora se uzorkovati zasebno. Međutim, u slučajevima kada bi ovakva metoda uzorkovanja dovela do neprihvatljivih komercijalnih posljedica kao rezultat oštećenja serije (zbog oblika pakovanja, načina prijevoza, itd.), može se primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uslovom da se osigura da je grupni uzorak zadovoljavajuće reprezentativan u odnosu na uzorkovanu seriju i da je ta metoda potpuno opisana i dokumentirana. Mjesto s kojeg se uzorak uzima iz serije bira se proizvoljno, ali gdje je to teško izvodljivo, uzima se s proizvoljno odabranog mjesta iz dostupnih dijelova serije.

2.3 Uzorkovanje u fazi maloprodaje

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

Ako to nije moguće, može se primjenjivati alternativna metoda uzorkovanja u fazi maloprodaje, pod uslovom da ona osigurava da je grupni uzorak zadovoljavajuće

reprezentativan u odnosu na uzorkovanu seriju i da je ta metoda potpuno opisana i dokumentirana.

Ako je količina koja se uzorkuje tako mala da je nemoguće dobiti grupni uzorak od 1 kg, masa grupnog uzorka može biti manja od 1 kg. Također, kod uzorkovanja prerađene hrane na bazi žitarica i hrane za bebe, za dojenčad i malu djecu, masa grupnog uzorka može biti 0,5 kg.

2.4 Procjena usklađenosti serije ili podserije

- Prihvata se ako je laboratorijski uzorak u skladu s maksimalno dozvoljenom količinom, uzimajući u obzir mjernu nesigurnost i korekciju za iskorištenje;
- Odbija se ako laboratorijski uzorak prelazi maksimalno dozvoljenu količinu (van 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. PRIPREMA UZORKA

- 3.1 U slučaju uzorkovanja svježeg povrća, priprema uzorka mora se izvršiti u roku od 24 sata od uzorkovanja ako je to moguće. Ako to nije moguće, uzorak se mora čuvati zamrznut (maksimalno do šest sedmica).
- 3.2 Zemlja, jako prljavi i drugi vanjski nejestivi i oštećeni listovi moraju se odstraniti iz svake pojedinačne jedinice. Pranje uzoraka nije dozvoljeno jer se pranjem uzorka može smanjiti sadržaj nitrata.
- 3.3 Potrebno je homogenizirati kompletan uzorak (moguće je dodavanje poznate količine vode). Zavisno od veličine uređaja korištenih za usitnjavanje, mogu se sastaviti jedna ili više pojedinačnih jedinica za svrhu homogenizacije. Miješanje može biti potpomognuto smrzavanjem i sjeckanjem jedinica prije homogenizacije. Mora se pokazati da je proces homogenizacije doveo do potpune homogenizacije, koja je ključna za maksimalnu ekstrakciju i iskorištenje nitrata. Uzorci se na ovaj način moraju tretirati identično bez obzira da li su uzeti iz polja ili iz maloprodaje.
- 3.4 Jedan ili više analitičkih uzoraka za analizu uzimaju se iz sastavljene kaše.

4. METODA ANALIZE, IZVJEŠTAVANJE O REZULTATIMA I ZAHTJEVI LABORATORIJSKE KONTROLE

4.1 Definicije

Za potrebe ovog aneksa, koriste se sljedeće definicije:

r = ponovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike dvaju rezultata dobivenih u ponovljivim uslovima (isti uzorak, isti ispitivač, isti instrument, ista laboratorija i kratki vremenski razmak), uz vjerovatnost 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 uslovima.

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

R = obnovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike između pojedinačnih rezultata dobivenih u obnovljivim uslovima (na istom materijalu koji dobiju ispitivači

u različitim laboratorijama koristeći standardizirane ispitne metode), uz vjerovatnost od 95 % očekuje se da bude manja od R , gdje je:

$$R = 2,8 \cdot s_R$$

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

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

4.2 Opći uslovi

Metode analize koje se koriste s ciljem kontrole hrane moraju se uskladiti s propisima o službenoj kontroli hrane.

4.3 Posebni uslovi

4.3.1 Postupak ekstrakcije

Posebna pažnja mora biti usmjerena na primjenu postupka ekstrakcije. Metode ekstrakcija vrućom vodom, odnosno sa smjesom metanola i vode (u omjeru 30:70) garantiraju djelotvornu ekstrakciju nitrata. Ekstrakcija hladnom vodom koristi se samo ako je uzorak za analizu prije ekstrakcije bio zamrznut.

4.3.2 Kriteriji za izvođenje

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

Kriterij	Raspon koncentracija	Preporučena vrijednost	Najveća dozvoljena vrijednost
Iskorištenje (eng. Recovery)	< 500 mg/kg	60-120 %	
	≥ 500 mg/kg	90-110 %	
Preciznost RSD_R	Svi	vrijednost dobivena pomoću Horwitz jednačine	2 x vrijednost dobivena pomoću Horwitz jednačine
Preciznost RSD_t može se izračunati kao 0,66 puta preciznost RSD_R za relativnu koncentraciju ($RSD_t = 0,66 \times RSD_R$)			

Napomene vezane za kriterije za izvođenje:

- Rasponi koncentracija ne navode se budući da se preciznost izračunava za relevantne koncentracije.
- Preciznost se izračunava pomoću Horwitz jednačine, tj.

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

gdje je:

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

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

4.4 Izvještavanje o rezultatima, procjena mjerne nesigurnosti i izračunavanje iskorištenja (eng. Recovery)

Rezultat analize iskazuje se kao korigiran, odnosno nekorigiran za iskorištenje. Ako je rezultat korigiran, mora se navesti procenat 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 nivo pouzdanosti od oko 95%.

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

4.5 Standardi kvaliteta za laboratorije

Laboratorija se mora uskladiti s propisima o službenoj kontroli hrane.