



945

Na temelju članka 17. stavak 2. i članka 54. stavak 1. točka c) 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 106. sjednici održanoj 22. lipnja 2017. godine, donijelo je

**PRAVILNIK  
O UTVRĐIVANJU METODA ZA UZORKOVANJE I  
KRITERIJA UČINKOVITOSTI ZA METODE ANALIZE  
ZA SLUŽBENU KONTROLU RAZINE ERUKA  
KISELINE U HRANI**

Članak 1.

(Predmet)

Ovim pravilnikom uspostavljaju se kriteriji učinkovitosti s kojima mora biti sukladna metoda analize koja se koristi za službenu kontrolu, te utvrđuju pravila u pogledu metode uzorkovanja.

Članak 2.

(Uzorkovanje i analize)

- (1) Uzorkovanje i analiza za službenu kontrolu razina eruka kiseline navedenih u posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani provode se u skladu s Aneksom ovoga pravilnika.
- (2) Primjenom stavka (1) ovoga članka ne dovode se u pitanje odredbe Pravilnika o službenim kontrolama koje se provode

radi verifikacije postupanja sukladno odredbama propisa o hrani i hrani za životinje te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja ("Službeni glasnik BiH", broj 5/13).

#### Članak 3.

(Stupanje na snagu)

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

VM broj 171/17  
22. lipnja 2017. godine  
Sarajevo

Predsjedatelj  
Vijeća ministara BiH  
Dr. Denis Zvizdić, v. r.

### ANEKS

#### DIO A: DEFINICIJE

Za potrebe ovoga Pravilnika primjenjuju se sljedeće definicije:

- **serija**: točno određena količina jednokratno isporučene hrane za koju nadležni inspektor može odrediti da posjeduje zajedničke značajke [kao što su podrijetlo, vrsta, vrsta pakiranja, osoba koja je pakirala, pošiljatelj ili oznake];
- **podserija**: određeni dio velike serije na kojoj se provodi uzorkovanje. Svaku se podseriju treba fizički odvojiti od ostalih i mora biti točno određena;
- **pojedinačni uzorak**: količina materijala uzetog s jednog mjesta u seriji ili podseriji;
- **skupni uzorak**: zbroj svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije odnosno podserije; skupni uzorci smatraju se reprezentativnim uzorcima serije ili podserije iz koje su uzeti;
- **laboratorijski uzorak**: uzorak namijenjen za laboratorijsku analizu

#### DIO B: METODE UZORKOVANJA

##### B.1. OPĆE ODREDBE

###### B.1.1. Osoblje

Uzorkovanje obavlja ovlaštena osoba.

###### B.1.2. Materijal za uzorkovanje

Svaka serija ili podserija koja se ispituje uzorkuje se zasebno.

###### B.1.3. Mjere opreza koje treba poduzeti

Tijekom uzorkovanja poduzimaju se mjere opreza kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi mogle utjecati na razine eruka kiseline, štetno djelovati na analitičko određivanje ili skupni uzorak učiniti nereprezentativnim.

###### B.1.4. Pojedinačni uzorci

Pojedinačni uzorci uzimaju se, koliko je to moguće, na različitim mjestima razdijeljenim unutar serije ili podserije. Odstupanje od tog postupka unosi se u zapisnik iz točke B.1.8. ovoga Priloga.

###### B.1.5. Priprema skupnog uzorka

Skupni uzorak sastavljen je objedinjavanjem pojedinačnih uzoraka.

###### B.1.6. Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže

Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže uzimaju se iz homogeniziranog skupnog uzorka, osim ako je to suprotno pravilima u pogledu prava subjekta u poslovanju s hranom.

###### B.1.7. Pakiranje i dostava uzoraka

Svaki uzorak stavlja se u čist, inertan spremnik koji pruža odgovarajuću zaštitu od onečišćenja, gubitka analita adsorpcijom na stijenke spremnika te od oštećenja tijekom dostave.

Poduzimaju se sve potrebne mjere opreza kako bi se izbjegla promjena sastava uzorka koja bi mogla nastati tijekom prijevoza ili skladištenja.

##### B.1.8. Pečaćenje i označavanje uzoraka

Svaki uzorak uzet za službene potrebe službeno se pečati na mjestu uzorkovanja i označavanja.

O svakom se uzorkovanju vodi zapisnik, kojim se omogućava nedvojbeno prepoznavanje svake serije i podserije iz koje je uzet uzorak. Zapisnik sadrži sljedeće:

- i. upućivanje na broj serije iz koje je uzet uzorak;
- ii. datum i mjesto uzorkovanja;
- iii. sve dodatne podatke koji mogu poslužiti analitičaru.

#### B.2. PLANOVI UZORKOVANJA

##### B.2.1. Podjela serija u podserije

Velike serije dijele se u podserije pod uvjetom da se podserije mogu i fizički odvojiti. Masa ili broj podserije za proizvode koji se prodaju u rasutim pošiljkama naveden je u Tablici 1. Masa ili broj podserije za ostale proizvode naveden je u Tablici 2. Uzimajući u obzir da masa serije nije uvijek točan umnožak mase podserija, masa podserije navedene u tablicama 1. i 2. može odstupati za najviše 20%.

##### B.2.2. Broj, masa i volumen pojedinačnih uzoraka

Skupni uzorak iznosi najmanje 1 kg ili 1 litru, osim ako to nije moguće, primjerice kad se uzorak sastoji od jednog paketa ili jedinice.

Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije ili podserije naveden je u Tablici 3.

Kada je riječ o tekućim proizvodima u rasutoj pošiljci, serija ili podserija moraju se dobro promiješati, ručno ili mehaničkim sredstvima, do mjere do koje to neće utjecati na kvalitetu proizvoda neposredno prije uzorkovanja. U tom slučaju pretpostavlja se da će se kontaminanti ravnomjerno rasporediti kroz cijelu seriju ili podseriju. Stoga je za skupni uzorak dovoljno uzeti tri pojedinačna uzorka iz serije odnosno podserije.

Pojedinačni uzorci podjednake su mase ili volumena. Masa ili volumen pojedinačnog uzorka iznosi najmanje 100 grama ili 100 mililitara, a dobiveni skupni uzorak barem 1 kg ili 1 litru. Odstupanje od ove metode unosi se u zapisnik iz točke B.1.8. ovog Aneksa.

Tablica 1.

##### Podjela serija na podserije za proizvode koji se prodaju u rasutim pošiljkama

Masa serije (tona)	Masa ili broj podserija
$\geq 1\ 500$	500 tona
$> 300$ i $< 1\ 500$	3 podserije
$\geq 100$ i $\leq 300$	100 tona
$< 100$	—

Tablica 2.

##### Podjela serija na podserije za ostale proizvode

Masa serije (tona)	Masa ili broj podserija
$\geq 15$	15 – 30 tona
$< 15$	—

Tablica 3.

##### Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti iz serije ili podserije

Masa ili volumen serije/podserije (u kg ili litrama)	Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti
$< 50$	3
$\geq 50$ i $\leq 500$	5
$> 500$	10

Ako se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica, tada je broj pakiranja ili jedinica koji će se uzeti za skupni uzorak naveden u Tablici 4.

Tablica 4.

**Broj pakiranja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzorkuju za skupni uzorak kad se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica**

Broj pakiranja ili jedinica u seriji/podseriji	Broj pakiranja ili jedinica koje treba uzeti
≤ 25	najmanje 1 pakiranje ili jedinica
26 – 100	oko 5 %, a najmanje 2 pakiranja ili jedinice
> 100	oko 5 %, a najviše 10 pakiranja ili jedinica

Ako bi uzorkovanje primjenom metode iz Poglavlja B.2. uzrokovalo neprihvatljive komercijalne posljedice (primjerice, zbog oblika pakiranja, oštećenja serije itd.) ili ako bi bilo gotovo nemoguće, tada se može primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cijelosti dokumentirana u izvješću predviđenom u točki B.1.8.

### B.3. UZORKOVANJE U MALOPRODAJI

Uzorkovanje hrane u maloprodaji provodi se, ako je moguće, u skladu s odredbama o uzorkovanju iz točke B.2.2.

Ako bi uzorkovanje primjenom metode iz točke B.2.2. uzrokovalo neprihvatljive komercijalne posljedice (primjerice, zbog oblika pakiranja, oštećenja serije itd.) ili ako bi bilo gotovo nemoguće, tada se može primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cijelosti dokumentirana u izvješću predviđenom u točki B.1.8.

## DIO C: PRIPREMA UZORKA I ANALIZA

### C.1. LABORATORIJSKI STANDARDI KVALITETE

Laboratoriji ispunjavaju odredbe članka 12. Pravilnika o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja sukladno odredbama propisa o hrani i hrani za životinje te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja ("Službeni glasnik BiH", broj 5/13).

Laboratoriji sudjeluju u odgovarajućim programima za provjeru kvalitete rada koji odgovaravaju Međunarodnom usuglašenom protokolu za provjeru kvalitete rada (kemijskih analitičkih laboratorij<sup>(1)</sup>, koji je razvijen pod pokroviteljstvom IUPAC/ISO/AOAC-a.

Laboratoriji moraju moći dokazati da raspolažu internim postupkom za kontrolu kvalitete. Za to kao primjeri služe Smjernice ISO/AOAC/IUPAC-a o internoj kontroli kvalitete u analitičkim kemijskim laboratorijima<sup>(2)</sup>.

Kad god je to moguće, točnost analize ocjenjuje se tako da se u analizu uključe certificirani referentni materijali.

### C.2. PRIPREMA UZORKA

#### C.2.1. Mjere opreza i opća pitanja

Temeljni zahtjev je pripremiti reprezentativan i homogen laboratorijski uzorak i izbjeći sekundarno onečišćenje.

Sav uzorkovani materijal koji laboratorij primi koristi se za pripremu laboratorijskog uzorka.

Sukladnost s najvišim dopuštenim količinama propisanim posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani utvrđuje se na temelju razina utvrđenih u laboratorijskim uzorcima.

#### C.2.2. Obrada uzorka po prispijeću u laboratorij

Sav skupni uzorak melje se na sitno (kad je to primjenjivo) i temeljito se izmiješa postupkom kojim se dokazano postiže potpuna homogenizacija.

### C.3. KRITERIJI UČINKOVITOSTI ZA METODE ANALIZE

#### C.3.1. Definicije

Primjenjuju se sljedeće definicije:

$r$  = ponovljivost, vrijednost ispod koje se može, s određenom vjerojatnošću (obično 95%), očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova provedenih u uvjetima ponovljivosti (npr. isti uzorak, isti izvođač, ista naprava, isti laboratorij i kratak vremenski razmak provedbe) te je stoga  $r = 2,8 \times S_r$ .

$S_r$  = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti.

$RSD_r$  = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti.  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$

$R$  = obnovljivost, vrijednost ispod koje se može, s određenom vjerojatnošću (obično 95%), očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova provedenih u uvjetima obnovljivosti (npr. na istovjetnom materijalu koji su izvođači dobili koristeći se standardiziranom metodom za testiranje u različitim laboratorijima.);  $R = 2,8 \times S_R$ .

$S_R$  = standardna devijacija, izračunata iz rezultata dobivenih u uvjetima obnovljivosti.

$RSD_R$  = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih pod uvjetima obnovljivosti.  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$LOD$  = granica detekcije, najmanji izmjereni sadržaj iz kojeg se s opravdanom statističkom sigurnošću može utvrditi prisutnost analita. Brojčano je granica detekcije jednako-vrijedna trostrukoj standardnoj devijaciji srednje vrijednosti dobivene slijepim probama ( $n > 20$ ).

$LOQ$  = granica kvantifikacije, najmanji sadržaj analita koji se može izmjeriti s opravdanom statističkom sigurnošću. Ako su točnost i preciznost stalno u području raspona oko granice detekcije, tada je granica kvantifikacije brojčano jednakovrijedna šesterostrukoj ili deseterostrukoju standardnoj devijaciji od srednje vrijednosti dobivene slijepim probama ( $n > 20$ ).

$u$  = kombinirana standardna mjerna nesigurnost dobivena primjenom pojedinačnih standardnih mjernih nesigurnosti povezanih s ulaznim količinama u modelu za mjerenje (<sup>3</sup>).

$U$  = proširena mjerna nesigurnost, uz primjenu čimbenika pokrivanja 2, što daje razinu pouzdanosti od približno 95% ( $U = 2u$ ).

$U_f$  = najviša standardna mjerna nesigurnost.

#### C.3.2. Opći zahtjevi

Metode analize koje se koriste za potrebe kontrole hrane sukladne su s odredbama Aneksa II. Pravilnika o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja sukladno odredbama propisa o hrani i hrani za životinje te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja.

#### C.3.3. Posebni zahtjevi

##### C.3.3.1. Kriteriji učinkovitosti

Kad nisu propisane posebne metode za utvrđivanje prisutnosti kontaminanata u hrani, laboratoriji mogu odabrati bilo koju validiranu metodu analize za dotičnu matricu pod uvjetom da odabrana metoda ispunjava posebne kriterije učinkovitosti utvrđene u Tablici 5.

Preporučuje se primjena potpuno validiranih metoda (tj. metoda koje su validirane međulaboratorijskim ispitivanjem dotične matrice) prema potrebi i dostupnosti. Mogu se primjenjivati i druge odgovarajuće validirane metode (primjerice, metode validirane u laboratoriju za dotičnu matricu), pod uvjetom da ispunjavaju kriterije učinkovitosti iz Tablice 5.

Detaljni podaci navedeni su u Napomenama za kriterije učinkovitosti, kako je to navedeno u ovoj točki.

Ako je moguće, validacijom metoda koje su validirane u laboratoriju obuhvaća se certificirani referentni materijal.

Tablica 5.

## Kriteriji efikasnosti za metode analize za eruka kiselinu

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani
Specifičnost	Bez utjecaja matrice i spektralnih interferencija
Ponovljivost (RSD <sub>r</sub> )	0,66 × RSD <sub>R</sub> dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost (RSD <sub>R</sub> )	2 × vrijednost dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskoristivost	95 – 105 %
LOD	≤ 1 g/kg
LOQ	≤ 5 g/kg

Napomene za kriterije učinkovitosti

Horwitzova jednadžba <sup>(4)</sup> (za koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) i preinačena Horwitzova jednadžba <sup>(5)</sup> (za koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) generalizirane su jednadžbe preciznosti koje su neovisne o analitu i matrici te isključivo ovise o koncentraciji za većinu rutinskih metoda analize.

Preinačena Horwitzova jednadžba za koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ :

$$RSD_R = 22 \%$$

pri čemu je:

- RSDR relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih uz uvjete obnovljivosti  $[(s_{R/\bar{x}}) \times 100]$
- C omjer koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Preinačena Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Horwitzova jednadžba za koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

pri čemu je:

- RSDR relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih uz uvjete obnovljivosti  $[(s_{R/\bar{x}}) \times 100]$
- C omjer koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

## C.3.3.2. Pristup "primjerenost svrsi"

Za metode koje su validirane u laboratoriju može se, kao alternativa, primijeniti pristup "primjerenost svrsi" <sup>(6)</sup> kako bi se ocijenila njihova pogodnost za primjenu tijekom službene kontrole. Metode pogodne za primjenu tijekom službene kontrole daju rezultate s kombiniranom standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od najviše standardne mjerne nesigurnosti izračunate primjenom formule u nastavku:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

pri čemu je:

- **U<sub>f</sub>** najviša dopuštena standardna mjerna nesigurnost (μg/kg);
- **LOD** granica detekcije metode (μg/kg); LOD mora ispunjavati kriterije učinkovitosti navedene u točki C.3.3.1. za relevantnu koncentraciju;
- **C** relevantna koncentracija (μg/kg);
- **α** brojčani čimbenik koji se primjenjuje ovisno o vrijednosti C. Vrijednosti koje se primjenjuju navedene su u tablici 6.

Tablica 6.

## Brojčane vrijednosti koje treba primjenjivati za α kao konstantu u formuli utvrđenoj ovom točkom, ovisno o relevantnoj koncentraciji

C (μg/kg)	α
≤ 50	0,2
51 – 500	0,18
501 – 1 000	0,15
1 001 – 10 000	0,12
> 10 000	0,1

## DIO D: IZVJEŠČIVANJE I TUMAČENJE REZULTATA

## D.1. IZVJEŠČIVANJE

## D.1.1. Izražavanje rezultata

Rezultati se izražavaju u istim jedinicama i zaokružuju se na isti broj decimala kao što su u propisanim najvišim dopuštenim količinama u posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani.

## D.1.2. Izračuni iskorištenja

Ako se u analitičkoj metodi primjenjuje postupak ekstrakcije, analitički se rezultat mora ispraviti radi iskorištenja. U tom se slučaju objavljuju podaci o razini iskorištenja.

U slučaju da se u analitičkoj metodi ne primjenjuje postupak ekstrakcije, rezultat se može objaviti bez ispravke radi iskorištenja ako se dokaže, a najbolje korištenjem odgovarajućeg certificiranog referentnog materijala, da je postignuta certificirana koncentracija, dopuštajući mogućnost mjerne nesigurnosti (primjerice, visok stupanj točnosti mjerenja) te da metoda stoga nije pristrana. Ako se objavljuje rezultat bez ispravke radi iskorištenja, to treba navesti.

## D.1.3. Mjerna nesigurnost

Analitički rezultat izražava se kao  $x \pm U$ , pri čemu  $x$  označuje analitički rezultat, a  $U$  je proširena mjerna nesigurnost, ako se primjenjuje čimbenik pokrivanja 2, što daje razinu pouzdanosti od približno 95% ( $U = 2u$ ).

Analitičar uzima u obzir izvješće o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, čimbenika iskoristivosti i u odredbama u zakonodavstvu EU-a u području hrane i krmi-va <sup>(7)</sup>.

## D.2. TUMAČENJE REZULTATA

## D.2.1. Prihvatanje serije ili podserije

Serija ili podserija prihvata se ako rezultat laboratorijske analize uzorka ne premašuje odgovarajuću najvišu količinu utvrđenu u posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i ispravak rezultata radi iskorištenja, ukoliko je u korištenoj analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

## D.2.2. Odbijanje serije ili podserije

Serija ili podserija odbija se ako rezultat laboratorijske analize uzorka bez sumnje premašuje odgovarajuću najvišu dopuštenu količinu utvrđenu posebnim propisima o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata u hrani, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i ispravak rezultata radi iskorištenja, ukoliko je u korištenoj analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

## D.2.3. Primjenjivost

Tumačenje pravila iz točaka D.2.1. i D.2.2. primjenjuju se na analitički rezultat dobiven na uzorku za provjeru ispunjivanja normi. U slučaju analize u svrhu obrane ili arbitraže, primjenjuju se nacionalna pravila.

<sup>(1)</sup> Međunarodni usuglašeni protokol za provjeru kvalitete rada (kemijskih) analitičkih laboratorija, autori M. Thompson, S.L.R. Ellison i R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006., 78., 145.-196.

<sup>(2)</sup> Uredili M. Thompson i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995., 67., 649.-666.

<sup>(3)</sup> Međunarodni mjeriteljski rječnik – Osnovni i opći pojmovi i pridruženi nazivi (VIM), JCGM 200:2008.

<sup>(4)</sup> W. Horwitz, L.R. Kamps. K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980., 63., 1344.

<sup>(5)</sup> M. Thompson, Analyst, 2000., 125., 385-386.

<sup>(6)</sup> M. Thompson i R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006., 10., 471.-478.

<sup>(7)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

---