

На основу члана 17. став 2. и члана 72. Закона о храни ("Службени гласник БиХ", број 50/04) и члана 17. Закона о Савјету министара Босне и Херцеговине ("Службени гласник БиХ", бр. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 и 24/08), Савјет министара Босне и Херцеговине, на предлог Агенције за безбједност хране Босне и Херцеговине, у сарадњи са надлежним органима ентитета и Брчко Дистрикта Босне и Херцеговине, на 76. сједници одржаној 12. фебруара 2009. године, донио је

ПРАВИЛНИК

О МЕТОДАМА УЗОРКОВАЊА И АНАЛИЗА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ КОЛИЧИНЕ НИТРАТА У ХРАНИ

ДИО ПРВИ - ОПШТЕ ОДРЕДБЕ

Члан 1. (Предмет)

- (1) Правилником о методама узорковања и анализа за службену контролу количине нитрата у храни (у даљњем тексту: Правилник) утврђују се методе узорковања и анализа за службену контролу количине нитрата у храни која се помиње у дијелу Анекса I Правилника о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

- (2) Методе узорковања, припрема узорака и анализе за службену контролу количине нитрата у храни примјењују се у складу са методама прописаним у Анексу, који је саставни дио овог правилника.

ДИО ДРУГИ - ПРЕЛАЗНЕ И ЗАВРШНЕ ОДРЕДБЕ

Члан 2. (Усклађеност)

Количина нитрата која се одређује у храни на основу овог правилника мора одговарати количини прописаној Правилником о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

Члан 3. (Престанак важења прописа)

Даном ступања на снагу овог правилника престају да важе одредбе Упутства о начину узимања узорака за вршење анализа и суперанализа на мирница и предмет опште употребе ("Службени лист СФРЈ", број 60/78), које се односе на спровођење службене контроле хране на присуство нитрата.

Члан 4. (Ступање на снагу)

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у "Службеном гласнику БиХ".

СМ број 95/09
12. фебруара 2009. године
Сарајево

Председавајући
Савјета министара БиХ
Др **Никола Шпирић**, с. р.

АНЕКС

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА, ПРИПРЕМЕ УЗОРАКА И АНАЛИЗЕ ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ КОЛИЧИНЕ НИТРАТА У ОДРЕЂЕНОЈ ХРАНИ

1. ОПШТЕ ОДРЕДБЕ

Службена контрола спроводиће у складу са важећим прописима о службеној контроли хране.

1.1. *Сврха и обим*

Узорци који су намијењени за службену контролу количине садржаја нитрата у храни узимаће се у складу са методама прописаним у овом анексу. Тако добијени групни узорци, било директно из поља или из серија, сматраће се репрезентативним за те серије.

Усклађеност са прописима о максимално дозвољеним количинама одређених контаминатата у храни биће утврђена на основу количине која се одреди у лабораторијским узорцима.

1.2. *Дефиниције*

У сврху овог анекса, примјењују се следеће дефиниције:

- 1.2.1. *Серија или лот* (у даљем тексту: серија) јесте количина хране коју је могуће идентификовати и која се бере у исто вријеме или која је достављена у једној испоруци и за коју је овлашћено лице утврдило да има заједничке карактеристике, као што су: поријекло, врста или тип тла у максимално два хектара површине, врста паковања, пакер, пошиљалац или ознаке.
- 1.2.2. *Подсерија или сублот* (у даљем тексту: подсерија) јесте одређени дио велике серије на којем се примјењује метода узорковања; свака подсерија мора бити физички одвојена и таква да ју је могуће идентификовати.
- 1.2.3. *Појединачни узорак* је количина материјала узета са једног мјеста у серији или подсерији. У овом случају то може бити једна главница зелене салате, спанаћа, шака младог лишћа или једна врећа резаног лишћа.
- 1.2.4. *Групни узорак* је збир свих појединачних узорака узетих из дате серије или подсерије.
- 1.2.5. *Лабораторијски узорак* је узорак намијењен за лабораторијску анализу.
- 1.2.6. *Поље* је одређена површина земљишта истог типа тла и култивацијске праксе, која садржи само једну врсту зелене салате или спанаћа у истом стадију раста. Поље се такође може називати и серија у методи узорковања.
- 1.2.7. *Покривена површина* је одређена површина земљишта која је покривена стаклеником или полигунелом (пластични или полиетиленски тунел или пластеник) и која садржи само једну врсту зелене салате или спанаћа у истом стадију раста и која ће се брати у исто вријеме. Покривена површина такође се може називати и серија у методи узорковања.

1.3. Опште одредбе

1.3.1. Особље

Узорковање обавља лице овлашћено од надлежног органа.

1.3.2. Материјал који се узоркује

Свака серија која се испитује мора се засебно узорковати. Велике серије (тј. серије масе од 30 тона или веће од 3 хектара) потребно је подијелити на подсерије како би се узорковале засебно.

1.3.3. Мјере предострожности

Током узорковања и припреме узорака, морају се предузети мјере предострожности како би се избјегле било какве промјене које би утицале на:

- садржај нитрата, негативно утицале на аналитичко одређивање или учиниле групе узорке нерепрезентативним, нпр. присутност земље на зеленој салати или спанаћу током припреме узорка;
- безбједност хране или интегритет серије која ће се узорковати.

Такође, потребно је предузети све неопходне мјере како би се обезбиједила заштита лица која узимају узорке.

1.3.4. Појединачни узорци

У мјери у којој је то могуће, појединачни узорци морају се узимати на различитим мјестима распрострањеним кроз серију или подсерију. Одступање од такве процедуре мора се евидентирати у записнику који је прописан у тачки 1.3.8 овог Анекса.

1.3.5. Припрема групног узорка

Групни узорак се добија спајањем свих појединачних узорака.

1.3.6. Узорци

Узорци се морају узимати из хомогенизованог групног узорка.

1.3.7. Паковање и преношење узорака

Сваки узорак се ставља у чисту, инертну, запечаћену, непрозирну пластичну врећу ради спречавања губитка влажности и адекватне заштите од било каквог оштећења или контаминације.

Узорак се мора пребацити у лабораторију у року од 24 сата од узорковања и мора се чувати охлађен током превоза. Ако ово није могуће, узорак се мора дубоко смрзнути у року од 24 сата и чувати смрзнут (максимално до шест недјеља).

Предузеће се све додатне потребне мјере предострожности како би се избјегла било каква промјена у саставу узорака до које би могло доћи током превоза или складиштења.

1.3.8. Печаћење и означавање узорака

Сваки узорак који је узет за службену употребу мора се запечатити на мјесту узорковања и идентификовати.

О сваком узорковању мора се сачинити записник, који ће омогућити да свака серија или подсерија буде недвосмислено идентификована. Службено лице које врши узорковање евидентира врсту, узгајивача, методу производње, вријеме, мјесто узорковања, субјекта у пословању са храном одговорног за пошиљку и било које друге релевантне информације које би могле помоћи аналитичару.

1.4. Различите врсте серија

Може се стављати на тржиште храна која је у расутом стању (ринфуза) или у контејнерима, укључујући кесе, вреће и гајбе, или у другим малопродајним паковањима. Метода узорковања може се примијенити на све облике у којима је роба стављена на тржиште.

2. МЕТОДА УЗОРКОВАЊА

У мјери у којој је то могуће, појединачни узорци узимају се на различитим мјестима серија или подсерија.

2.1. Узорковање у пољу

Ако надлежни орган сматра потребним узорковање зелене салате или спанаћа у пољу, то узорковање се мора обављати на сљедећи начин:

Појединачни узорци морају се узимати са површине која је репрезентативна за то поље или покривену површину. Површине са различитом врстом тла, које су биле подвргнуте различитим култивацијским праксама или садрже различите врсте зелене салате или спанаћа, или се беру у различито вријеме, сматрају се као засебне серије или поља. Ако је поље веће од три хектара, дијели се на подсерије од два хектара и свака подсерија се узоркује засебно.

Појединачни узорци се узимају пратећи образац у облику слова „W” или „X” преко поља. Усјеви који се беру са уских дијела или покривених површина беру се пратећи образац слова „W” или „X” са неколико дијела и спајају како би се добио групни узорак.

Биљке се морају резати у нивоу земље.

Узорак мора садржавати најмање 10 биљака и групни узорак од 10 биљака мора износити најмање 1 kg. Земља, спољни нејестиви и оштећени листови морају се одстранити из сваке јединице. Узоркује се само она величина биљке коју је могуће понудити на тржишту и у складу са сљедећом табелом:

Врста узорка	Узгој на отвореном	Узгој под заштитом
Главичасте зелене салате (изузев хрскаве и „Iceberg” врста зелене салате) и „Cos” или „Romaine” зелене салате (изузев „Little gem” врста зелене салате)	150 g	100 g
Хрскава и „Iceberg” врста зелене салате	300 g	200 g
Лиснате зелене салате и „Little gem” врсте зелене салате	100g	100 g
Ендиве коврцавих листова и ендиве широких листова (Batavian)	200 g	150 g

2.2. *Узорковање серија спанаћа, зелене салате, хране за бебе и прерађене хране на бази житарица, која се налази на тржишту за дојенчад и малу дјецу*

Метода узорковања је примјенљива на серије ≤ 25 тона.

У случају великих серија (серије > 30 тона), серија се дијели у подсерије од 25 тона под условом да је подсерију могуће физички подијелити. Узимајући у обзир да маса серије није увијек тачан умножак од 25 тона, маса подсерије може прелазити поменутој масу за максимално 20 %. То значи да подсерија може бити масе између 15 и 30 тона. У случају када серија није или се не може физички подијелити у подсерије, узорак се узима из серије.

Групни узорак мора бити масе најмање 1 kg, осим гдје то није могуће, нпр. када се узоркује само једна главница или једно паковање.

Минимални број појединачних узорака које је потребно узети из серије наведен је у Табели 1.

Табела 1. *Минимални број појединачних узорака које је потребно узети из серије*

Маса серије (у kg)	Минимални број појединачних узорака које је потребно узети	Минимална маса групног узорка (kg)
< 50	3	1
50 до 500	5	1
> 500	10	1

Ако се серија састоји од појединачних паковања, број паковања који се узима за формирање групног узорка наведен је у Табели 2.

Табела 2. *Број паковања (појединачних узорака) који се узима за формирање групног узорка ако се серија састоји од појединачних паковања*

Број паковања или јединица у серији	Број паковања или јединица које ће се узети	Минимална маса групног узорка (kg)
1 до 25	1 паковање или јединица	1
26 до 100	Око 5%, најмање 2 паковања или јединице	1
> 100	Око 5%, максимално 10 паковања или јединица	1

Свака серија или подсерија која се провјерава на усклађеност мора се узорковати засебно. Међутим, ако би оваква метода узорковања изазвала неприхватљиве комерцијалне посљедице као резултат оштећења серије (због облика паковања, начина превоза, итд.), може се примијенити алтернативна метода узорковања, под условом да се обезбиједи да је групни узорак задовољавајуће репрезентативан у односу на узорковану серију и да је та метода потпуно описана и документована. Мјесто са којег се узорак узима из серије бира се произвољно, али гдје је то тешко изводљиво, узима се са произвољно одабраног мјеста из доступних дијелова серије.

2.3. *Узорковање у фази малопродаје*

Узорковање хране у фази малопродаје обавља се, гдје је то могуће, у складу са одредбама о узорковању прописаним у тачки 2.2.

Ako to nije moguće, može se primjenjivati alternativna metoda uzorkovanja u fazi maloprodaje, pod условом да она обезбјеђује да је групни узорак задовољавајуће репрезентативан у односу на узорковану серију и да је та метода потпуно описана и документована.

Ako је количина која се узоркује тако мала да је немогуће добити групни узорак од 1 kg, маса групног узорка може бити мања од 1 kg. Такође, при узorkовању прерађене хране на бази житарица и хране за бебе, дојенчад и малу дјецу, маса групног узорка може бити 0,5 kg.

2.4. *Процјена усклађености серије или подсерије*

- Прихвата се ако је лабораторијски узорак у складу са максимално дозвољеном количином, узимајући у обзир мјерну несигурност и корекцију за искоришћење;
- Одбија се ако лабораторијски узорак прелази максимално дозвољену количину (ван разумне сумње), узимајући у обзир мјерну несигурност и унесену корекцију за искоришћење (тј. за оцјену усклађености користи се аналитички резултат са унесеном корекцијом за искоришћење и минус проширена мјерна несигурност).

3. *ПРИПРЕМАЊЕ УЗОРКА*

- 3.1. У случају узorkовања свјежег поврћа, припрема узорка мора се извршити у року од 24 сата од узorkовања, ако је то могуће. Ако није могуће, узорак се мора чувати смрзнут (максимално до шест недјеља).
- 3.2. Земља, јако прљави и други спољни нејестиви и оштећени листови морају се одстранити из сваке појединачне јединице. Прање узorkа није дозвољено јер се прањем може смањити садржај нитрата.
- 3.3. Потребно је хомогенизовати комплетан узорак (могуће је додавање познате количине воде). Зависно од величине уређаја коришћених за уситњавање, могу се саставити једна или више појединачних јединица у сврху хомогенизације. Мијешање се може постпешити смрзавањем и уситњавањем јединица прије хомогенизације. Мора се показати да је процес хомогенизације довео до потпуне хомогенизације, која је кључна за максималну екстракцију и искоришћење нитрата. Узорци се на овај начин морају једнако третирати, без обзира да ли су узети из поља или из малопродаје.
- 3.4. Један или више аналитичких узorkа за анализу узимају се из састављене каше.

4. *МЕТОДА АНАЛИЗЕ, ИЗВЈЕШТАВАЊЕ О РЕЗУЛТАТИМА И ЗАХТЈЕВИ ЛАБОРАТОРИЈСКЕ КОНТРОЛЕ*

4.1. *Дефиниције*

За потребе овог анекса примјењују се следеће дефиниције:

- t = поновљивост, за апсолутну вриједност разлике двају резултата добијених у поновљивим условима (исти узорак, исти испитивач, исти инструмент, иста лабораторија и кратки временски размак), уз вјероватноћу од 95%, очекује се да буде мања од t (тј. $|x_1 - x_2| < t$), гдје је $t = 2,8 \cdot s_r$.

s_r = стандардна девијација израчуната из резултата добијених у поновљивим условима.

RSD_r = релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у поновљивим условима $\left(\left(\frac{s_r}{\bar{x}}\right) \times 100\right)$.

R = обновљивост, за апсолутну вриједност разлике између појединачних резултата добијених у обновљивим условима (на истом материјалу који добију испитивачи у различитим лабораторијама користећи стандардизоване испитне методе), уз вјероватноћу од 95%, очекује се да буде мања од R , где је:
 $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = стандардна девијација израчуната из резултата добијених у обновљивим условима.

RSD_R = релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у обновљивим условима $\left(\left(\frac{s_r}{\bar{x}}\right) \times 100\right)$.

4.2. Општи услови

Методe анализе које се користе у сврху контроле хране морају се ускладити са прописима о службеној контроли хране.

4.3. Посебни услови

4.3.1. Поступак екстракције

Посебна пажња мора се обратити у примјени поступка екстракције. Методе екстракција врућом водом, односно смјесом метанола и воде (у омјеру 30:70) гарантују дјелотворну екстракцију нитрата. Екстракција хладном водом користи се само ако је узорак за анализу прије екстракције био смрзнут.

4.3.2. Критеријуми за извођење

Посебни критеријуми за аналитичке методе које се користе за одређивање количине нитрата су:

Критеријум	Распон концентрација	Препоручена вриједност	Највећа дозвољена вриједност
Искористићење (eng. Recovery)	< 500 mg/kg	60-120 %	
	≥ 500 mg/kg	90-110 %	
Прецизност RSD_r	Сви	вриједност добијена помоћу Хорвицове једначине	2 x вриједност добијена помоћу Хорвицове једначине
Прецизност RSD_r може се израчунати као 0,66 пута прецизност RSD_R за релативну концентрацију ($RSD_r = 0,66 \times RSD_R$)			

Напомене у вези са критеријумима за извођење

- Распони концентрација се не наводе, будући да се прецизност израчунава за релевантне концентрације.
- Прецизност се израчунава помоћу Хорвицове једначине, тј.:

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

гдје је:

RSD_R релативна стандардна девијација израчуната из резултата добијених у обновљивим условима $\left(\left(s_R/\bar{x}\right) \times 100\right)$

C је омјер концентрација (тј. 1 = 100 g/100 g, 0.001 = 1000 mg/kg).

4.4. Извјештавање о резултатима, процјена мјерне несигурности и израчунавање искоришћења (енг. Recovery)

Резултат анализе исказује се као коригован односно некоригован за искоришћење. Ако је резултат коригован, мора се навести проценат искоришћења.

Резултати анализе приказују се као $x \pm U$, гдје је x резултат анализе, а U је проширена мјерна несигурност уз фактор покривања 2, чиме се добија ниво поузданости од око 95%.

Наведена правила тумачења резултата анализе у смислу прихватања односно одбијања серије вриједи за резултате анализа добијених на узорку за службену контролу.

4.5. Стандарди квалитета за лабораторије

Лабораторија мора бити усклађена са прописима о службеној контроли хране.