

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 УЗИМАЊА УЗОРАКА И АНАЛИЗЕ ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ КОЛИЧИНЕ ОЛОВА, КАДМИЈУМА, ЖИВЕ, АНОРГАНСКОГ КАЛАЈА, 3-МОНОХЛОРПРОПАНДИОЛА (3-МРСД) И БЕНЗО(А)ПИРЕНА У ХРАНИ

ДИО ПРВИ-ОПШТЕ ОДРЕДБЕ

Члан 1.
(Предмет)

- (1) Правилником о методама узимања узорака и анализа за службену контролу количине олова, кадмијума, живе, анорганског калаја, 3-монохлорпропандиола (3-МРСД) и бензо(а)пирена у храни (у даљем тексту: Правилник) утврђују се методе узимања узорака и анализа за службену контролу количине олова, кадмијума, живе, анорганског калаја, 3-монохлорпропандиола (3-МРСД) и бензо(а)пирена у храни.

- (2) Узорковање, припремање узорака и анализе за службену контролу количине олова, кадмијума, живе, анорганског калаја, 3-монохлорпропандиола (3-МРСД) и бензо(а)пирена у храни спроводе се у складу са методама прописаним у Анексу, који је саставни дио овог правилника.

ДИО ДРУГИ-ПРЕЛАЗНЕ И ЗАВРШНЕ ОДРЕДБЕ

Члан 2.
(Усклађеност)

Количине олова, кадмијума, живе, анорганског калаја, 3-монохлорпропандиола (3-МРСД) и бензо(а)пирена које се одређују у храни на основу овог правилника морају се ускладити са прописима о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

Члан 3.
(Престанак важења прописа)

Даном ступања на снагу овог правилника престају важити одредбе Упутства о начину узимања узорака за вршење анализа и суперанализа на млијечу и предмет за општу употребу ("Службени лист СФРЈ", број 60/78) којима се одnose на спровођење службене контроле хране за олово, кадмијум, живу, аноргански калај, 3-монохлорпропандиол (3-МРСД) и бензо(а)пирен.

Члан 4.
(Ступање на снагу)

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

СМ број 94/09
12. фебруара 2009. године
Сарајево

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

АНЕКС

МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА И АНАЛИЗА ЗА СЛУЖБЕНУ КОНТРОЛУ КОЛИЧИНЕ ОЛОВА, КАДМИЈУМА, ЖИВЕ, АНОРГАНСКОГ КАДАЈА, 3-МОНОХЛОРОПРОПАНОЛА (3-MPCD) И БЕНЗО(А)ПИРЕНА У ХРАНИ

1. ДЕФИНИЦИЈЕ

Серија или лот (у даљем тексту: серија) јесте количина хране коју је могуће идентификовати и која је достављена у једној испоруци и за коју је овлашћено лице утврдило да има заједничке карактеристике, као што су поријекло, сорта, врста паковања, пакер, пошиљалац или ознаке. У случају рибе, величина рибе ће бити упоредива.

Подсерија или сублот (у даљем тексту: подсерија) одређени је дио велике серије како би се применила метода узорковања на тај одређени дио. Свака подсерија мора се физички раздвојити и мора је бити могуће идентификовати.

Појединачни узорак је количина материјала узета са једног мјеста у серији или подсерији.

Грутни узорак је збир свих појединачних узорака узетих из дате серије или подсерије. Грутни узорци ће бити узети у обзир као репрезентативни за серије или подсерије из које су узети.

Лабораторијски узорак је узорак намијењен за лабораторијску анализу.

Аналит је компонента узорка о којој се тражи аналитичка информација.

2. МЕТОДЕ УЗОРКОВАЊА

2.1. Опште одредбе

2.1.1. Особље

Узорковање врши лице овлашћено од надлежног органа.

2.1.2. Материјал који се узоркује

Свака серија или подсерија коју треба испитати мора се посебно узорковати.

2.1.3. Мјере предострожности

Током узорковања и припремања лабораторијских узорака морају се предузети мјере предострожности како би се избјегле биле какве промјене које би утицале на садржај контаминанта и негативно утицале на аналитичко одређивање или учиниле групне узорке нерепрезентативним.

2.1.4. Појединачни узорци

Ако је могуће, појединачни узорци узимају се на разним мјестима распрострањеним кроз серију или подсерију. Одступање од ове процедуре мора се евидентирати у записнику који је прописан у тачки 2.1.8. овог анекса.

2.1.5. Припремање групног узорка

Грутни узорак добија се обједињавањем свих појединачних узорака.

2.1.6. Узорци

Узорци се морају узимати из хомогенизованог групног узорка.

2.1.7. Паковање и преношење узорака

Сваки узорак мора се ставити у чисти контејнер од инертног материјала који нуди адекватну заштиту од контаминације, губитка анализата адсорпцијом на унутрашњем зиду контејнера и од оштећења при превозу. Потребно је предузети све мјере предострожности како би се избјегла промјена састава узорака до које би могло доћи током превоза или складиштења.

2.1.8. Печаћење и означавање узорака

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

За свако узорковање мора се сачинити записник, који ће омогућити да свака серија или подсерија буде недвосмислено идентификована са наведеним датумом и мјестом узорковања заједно са било којим додатним информацијама које би могле бити од помоћи аналитичару.

2.2. Планови узорковања

Велике серије дијеле се на подсерије под условом да се подсерија може физички одвојити. За производе који се стављају на тржиште у расутом стању (ринфуза нпр. житарице) примјењује се Табела 1. За друге производе користи се Табела 2. Узимајући у обзир да маса серије није увијек тачан умножак масе подсерија, маса подсерија може прећи наведену масу за највише 20%.

Маса групног узорка мора износити најмање 1 кг или 1 литар, осим када то није могуће (нпр. када се узорак састоји од једног пакета или јединице).

Минималан број узорака који треба да буду узети из серије или подсерије наведен је у Табели 3.

У случају течних производа велике масе, серије или подсерије морају се темељито измијешати ручно или механички непосредно прије узорковања, онолико колико је могуће и тако до то не утиче на квалитет производа. Тада се сматра да је наведени контаминант хомогено расподијељен у датој серији или подсерији. Довољно је узети три појединачна узорка из серије или подсерије да се формира групни узорак.

Појединачни узорци треба да буду сличне масе. Маса појединачног узорка мора бити најмање 100 г или 100 милилитара, чиме ће групни узорак бити најмање 1 кг или 1 литар. Свако одступање од ове методе мора се забиљежити у записнику који се помиње у тачки 2.1.8. овог анекса.

Табела 1. Подјела серија на подсерије за производе којима се тргује у расутом стању (ринфуза)

Маса серије (у тонама)	Маса или број подсерије
≥ 1500	500 тона
> 300 и < 1500	3 подсерије
≥ 100 и ≤ 300	100 тона
< 100	-

Табела 2. Подјела серија на подсерије за друге производе

Маса серија (у тонама)	Маса или број подсерија
≥ 15	15 до 30 тона
< 15	-

Табела 3. Минималан број појединачних узорака које је потребно узети из серије или подсерије

Маса или волумен серије/подсерије (у кг или литрима)	Минималан број појединачних узорака које је потребно узети
< 50	3
≥ 50 и ≤ 500	5
> 500	10

Табела 4. Број паковања или јединица (појединачних узорака) које је потребно узети да би се формирао групни узорак када се серија или подсерија састоји од појединачних паковања или јединица

Број паковања или јединица у серији или подсерији	Број паковања или јединица које је потребно узети
≤ 25	Најмање једно паковање или јединица
26 до 100	Око 5%, најмање 2 паковања или јединице
> 100	Око 5%, максимално 10 паковања или јединица

Максимална количина за аноргански калај односи се на садржај сваке конзерве, али из практичних разлога неопходно је користити методу групног узорка. Ако је резултат теста за групни узорак конзерви мањн, али близу максимално дозвољене количине анорганског калаја, и ако се сумња да индивидуалне конзерве могу прелазити максимално дозвољене количине, треба предузети додатна испитивања.

2.3. Узорковање у фази малопродаје

Узорковање хране у фази малопродаје врши се кад год је то могуће у складу са тачкама 2.1. и 2.2 Анекса.

Ако то није могуће, могу се примјенити друге ефикасне процедуре узорковања у фази малопродаје, под условом да је узоркована серија или подсерија репрезентативна.

3. ПРИПРЕМАЊЕ УЗОРКА И АНАЛИЗА

3.1. Лабораторијски стандарди квалитета

Лабораторије поступају у складу са прописима о службеној контроли.

Лабораторије морају учествовати у одговарајућим шемама испитивања способности које су у складу са "Међународним хармонизованим протоколом за међулабораторијска испитивања, тестови тачности (енг. *Proficiency Testing*) хемијских аналитичких лабораторија"⁽¹⁾, развијених под окриљем IUPAC/ISO/AOAC.

Лабораторије морају доказати да примјењују процедуре за интерну контролу квалитета. Примјери за то су „ISO/AOAC/IUPAC смјернице о интерној контроли квалитета у аналитичким хемијским лабораторијама“⁽²⁾.

Када год је могуће, истинитост анализа процјењује се укључивањем одговарајућих сертификованих референтних материјала у анализу.

3.2. Припремање узорака

3.2.1. Мјере предострожности и општи предуслови

Основни захтјев је да се добије репрезентативан и хомоген лабораторијски узорак без увођења секундарне контаминације.

Сав материјал узорка који је примљен у лабораторији мора се искористити за припремање лабораторијског узорка.

Усклађеност са максимално дозвољеним количинама који су утврђени прописима о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни утврђује се на основу количине која је одређена у лабораторијским узорцима.

3.2.2. Специфичне процедуре за припремање узорака

3.2.2.1. Специфичне процедуре за олово, кадмијум, живу и аноргански калај

Аналитичар је дужан да обезбиједи да узорци не постану контаминирани током њиховог припремања. Када год је то могуће, уређаји и опрема која долази у контакт са узорком не смију садржавати метале који се одређују и треба да буду направљени од инертних материјала, нпр. од пластике, као што је полипропилен, политетрафлуороетилен (PTFE) итд. Морају бити очишћени киселином како би се минимизирао ризик контаминације. Висококвалитетни перђајући челик може се користити за резање ивица.

Постоје многе задовољавајуће специфичне процедуре припреме узорака које се могу користити. Методе описане у CEN стандарду „Храна - одређивање елемената у траговима – критеријуми за извођење и општа разматрања” показале су се као задовољавајуће⁽³⁾, али и друге могу бити једнако валидне.

У случају анорганског калаја, посебна пажња мора се обратити на то да се сав материјал стави у раствор јер се често јављају губици због хидролизе у нерастворљиви хидратни Sn (IV) оксид.

3.2.2.2. Специфичне процедуре за бензо(а)пирене

Аналитичар је дужан да обезбиједи да узорци не буду контаминирани током њихове припреме. Посуде морају прије употребе бити испране ацетоном или хексаном високе чистоће, како би се ризик контаминације све на најмању могућу мјеру. Кад год је то могуће, уређаји и опрема која долази у контакт са узорком треба да буду направљени од инертних материјала, нпр. алуминијума, стакла или полираног перђајућег челика. Потребно је избјегавати пластику као што је полипропилен, PTFE итд. јер аналит (узорак који се испитује) може адсорбовати ове материјале.

3.2.3. Обрада узорка допремљеног у лабораторију

Комплетан групни узорак треба фино самљети (гдје је неопходно) и детаљно измијешати користећи поступак којим се доказано постиже комплетна хомогенизација.

3.2.4. Узорци

Узорци се морају узимати из хомогенизованог групног узорка.

3.3. Методе анализа

3.3.1. Дефиниције

За потребе овог анекса користе се сљедеће дефиниције:

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

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 , гдје 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 $\left[\left(\frac{s_R}{\bar{x}} \right) \times 100 \right]$.

LOD = Граница детекције, најмања количина аналита у узорку коју је могуће одредити уз разумну статистичку вјероватност. Граница детекције је нумерички једнака трострукој стандардној девијацији средње вриједности слијепих проба ($n > 20$).

LOQ = Граница квантификације, најмања количина аналита који се може одредити уз одређену статистичку вјероватноћу. Ако су и тачност и прецизност константне у концентрацијском распону око границе детекције, тада је граница квантификације нумерички једнака шестострукој или десетострукој стандардној девијацији средње вриједности слијепих проба ($n > 20$).

$XORRAT_r$ = Израчуната вриједност RSD_r подијељена са вриједношћу RSD_r која је добијена на основу Хорвицове једначине ⁽¹⁾, полазећи од претпоставке да $r = 0,66R$.

$XORRAT_R$ = Израчуната вриједност RSD_R подијељена са вриједношћу RSD_R добијена на основу Хорвицове једначине.

- u = Стандардна мјерна несигурност.
 U = Проширена мјерна несигурност, уз обухватни фактор 2 који даје ниво поузданости од око 95 % ($U = 2u$).
 U_f = Највећа стандардна мјерна несигурност.

3.3.2. Општи захтјеви

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

Методe анализа за укупни калај могу се користити за службену контролу количине анорганског калаја.

За анализу олова у вину користе се прописи о методама за анализу вина.

3.3.3. Специфични захтјеви

3.3.3.1. Критеријуми за извођење

Гдје специфичне методe за одређивање контаминанта у храни нису прописане, лабораторије могу изабрати било коју валидирану методу анализе (гдје је то могуће, валидација укључује сертификовани референтни материјал) под условом да изабрана метода одговара специфичним критеријумима за извођење, прописаним у табелама 5, 6. и 7.

Табела 5. Критеријуми за извођење метода анализе олова, кадмијума, живе и анорганског калаја

Параметар	Вриједност / коментар
Примјенљивост	Храна која је спецификована прописима о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.
LOD	За аноргански калај мање од 5 mg/kg. За друге елементе мање од једне десетине вриједности максимално дозвољене количине која је одређена прописом о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни, осим ако је максимална количина за олово мања од 100 µg/kg. У другом случају, не више од једне петине максималне количине.
LOQ	За аноргански калај мање од 10 mg/kg. За друге елементе мање од једне петине вриједности максимално дозвољене количине одређене прописом о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни, осим ако је максимална количина за олово мања од 100 µg/kg. У другом случају, не више од двије петине максималне количине.
Прецизност	HORRAT _r или HORRAT _R вриједности које су мање од 2.
Искористићење (<i>eng. Recovery</i>)	Вриједне одредбе прописане тачком 4.1.2.
Специфичност	Без спектралних интерференција или утицаја матрице.

Табела 6. Критеријуми за извођење за методe анализе 3-MCPD

Критеријум	Препоручена вриједност	Концентрација
Слијета проба	Мање од лимита детекције (LOD)	--
Искористићење (<i>eng. Recovery</i>)	75 -110%	Све
LOD	5 (или мање) mg/kg на бази суве материје	--
LOQ	10 (или мање) mg/kg на бази суве материје	--
Прецизност	< 4 mg/kg	20 mg/kg

	< 6 mg/kg	30 mg/kg
	< 7 mg/kg	40 mg/kg
	< 8 mg/kg	50 mg/kg
	< 15 mg/kg	100 mg/kg

Табела 7. Критеријуми за извођење методе анализе бензо(а)пирена

Параметар	Вриједност/коментар
Примјенљивост	Храна која је спецификована прописом о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.
LOD	Не више од 0,3 µg/kg.
LOQ	Не више од 0,9 µg/kg.
Прецизност	XORRAT _T или XORRAT _R вриједности мање од 2.
Искоришћење (енг. Recovery)	50 - 120 %.
Специфичност	Без спектралних интерференција или утицаја матрице, верификација позитивне детекције.

3.3.3.2. "Пристап „Прикладности за сврху“ (енг. Fitness for Purpose)

Ако постоји ограничени број потпуно валидираних метода анализе, алтернативно се може примијенити пристап „прикладности за сврху“ како би се процијенила ваљаност методе анализе. Методе које су ваљане за службену контролу морају давати резултате са стандардном мјерном несигурношћу које су мање од највеће стандардне мјерне несигурности израчунате наведеном формулом:

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

гдје је:

Uf највећа стандардна мјерна несигурност (µg/kg)

LOD граница детекције методе (µg/kg)

C релевантна концентрација (µg/kg)

α нумерички фактор који се користи независно од вриједности C. Вриједности које се користе дате су у Табели 8.

Табела 8. Нумеричке вриједности које се користе за α као константу у формули датај у овој тачки, зависно од релевантне концентрације

C (µg/kg)	α
≤ 50	0,2
51 - 500	0,18
501 - 1000	0,15
1001 - 10000	0,12
> 500	0,1

4. ИЗВЈЕШТАВАЊЕ И ИЗРАЖАВАЊЕ РЕЗУЛТАТА

4.1 Извјештавање

4.1.1 Изражавање резултата

Резултати се морају изрази у истим јединицама као и максимално дозвољена количина која је утврђена прописом о максимално дозвољеним количинама за одређене контаминанте у храни.

4.1.2 Израчунавање искоришћења (енг. Recovery)

Ако је у аналитичкој методи примјењен поступак екстракције, аналитички резултат се коригује за искоришћење. У том случају треба навести проценат искоришћења.

Ако се у аналитичкој методи не примјењује екстракција (нпр. метали), резултат се не мора кориговати за искоришћење ако је коришћен прикладни пертификовани референтни материјал који показује да је добијена пертификована концентрација унутар граница мјерне несигурности (тј. велика тачност мјерења). У случају да је резултат изражен без корекције за искоришћење, то треба да бити наведено.

4.1.3 Мјерна несигурност

Аналитички резултати морају се исказати као $x \pm U$, гдје је x аналитички резултат, а U је проширена мјерна несигурност уз фактор покривања 2 који даје ниво поузданости од приближно 95% ($U = 2u$).

Аналитичар узима у обзир извјештај о односу између аналитичких резултата, мјерне несигурности, фактора искоришћења и одредаба у законодавству о храни и храни за животиње.

4.2. Тумачење резултата

4.2.1 Прихватање серија/подсерија

Серија или подсерија прихвата се и сматра исправном ако аналитички резултат лабораторијског узорка не прелази максимално дозвољену количину утврђену прописом о максимално дозвољеним количинама одређених контаминаната у храни, узимајући у обзир мјерну несигурност и корекцију резултата за искоришћење ако је у аналитичкој методи примјењена екстракција.

4.2.2 Одбијање серија/подсерија

Серија или подсерија не прихвата се и сматра неисправном ако аналитички резултат лабораторијског узорка прелази ван сваке сумње максимално дозвољену количину постављену прописом о максимално дозвољеним количинама одређених контаминаната у храни, узимајући у обзир повећану мјерну несигурност и корекцију резултата за искоришћење ако је у аналитичкој методи примјењена екстракција.

4.2.3 Примјењивост

Наведена правила о интерпретацији резултата примјењују се за аналитички резултат добијен у сврху службене контроле хране.

⁽¹⁾ »Међународни усклађени протокол за тестирање компетентности (енг. Proficiency) аналитичких лабораторија за хемију«, аутори: M. Thompson, S.L.R. Ellison i R. Wood, Pure Appl. Chemistry, 2006, 78, 145-96.

(²) Уредили М. Thompson i R. Wood, *Pure Appl. Chemistry*, 1995, 67, 649-666.

(³) Стандард ЕН 13804:2002: „Храна - Одређивање елемената у траговима - Критеријуми за извођење, општа разматрања и припремање узорка“, CEN, Rue de Stassart 36, Б-1050, Брисел.