

# NAČIN UZIMANJA UZORAKA I METODE ZA LABORATORIJSKA ISPITIVANJA UZORAKA HRANE NA PRISUSTVO KONTAMINENATA

## DIO I METODE UZIMANJA UZORAKA

### **1. Opšte odredbe**

#### **1.1. Zaposlena lica**

Uzimanje uzoraka vrše inspektori ili ovlaštena lica u skladu sa zakonom.

#### **1.2. Materijal za uzimanje uzoraka**

Za svaku seriju ili podseriju koja se laboratorijski ispituje uzimaju se zasebni uzorci.

#### **1.3. Mjere zaštite**

Prilikom uzimanja uzoraka preduzimaju se mjere zaštite od nastanka bilo kakvih promjena koje bi mogle uticati na količine kontaminanata ili bi imale štetan uticaj na postupak laboratorijskog ispitivanja ili bi zbog njih zbirni uzorci postali nereprezentativni.

#### **1.4. Pojedinačni uzorci**

Koliko je to moguće, Pojedinačni uzorci se uzimaju na različitim mjestima u čitavoj seriji ili podseriji koliko god je to moguće. Odstupanje od tog postupka unosi se u zapisnik iz tačke 1.8. ovog dijela.

#### **1.5. Priprema zbirnog uzorka**

Zbirni uzorak nastaje objedinjavanjem pojedinačnih uzoraka.

#### **1.6. Uzorci za kontrolu usaglašenosti sa propisanim zahtjevima kao i uzorci za potrebe odbrane ili arbitraže**

Uzorci za kontrolu usaglašenosti sa propisanim zahtjevima kao i uzorci za potrebe odbrane ili arbitraže uzimaju se iz homogenizovanog zbirnog uzorka, osim ako je to suprotno propisanim zahtjevima u odnosu na prava subjekta u poslovanju hranom;

#### **1.7. Pakovanje i prenos/transport uzoraka**

Svaki uzeti uzorak stavlja se u čistu, inertnu posudu/kesu/kontejner koji pruža odgovarajuću zaštitu od kontaminacije, gubitka analita adsorpcijom sa unutrašnjih strana posude/kese/kontejnera i od oštećenja tokom prenosa/transporta. Preduzimaju se sve

potrebne mjere zaštite kako bi se izbjegla promjena sastava uzorka koja bi mogla nastati za vrijeme prevoza ili skladištenja.

U slučaju uzimanja uzoraka za laboratorijska ispitivanja PAH-a potrebno je izbjegavati plastične kese/posude/kontejnere, ako je moguće, jer mogu izmijeniti sadržaj PAH-a u uzorku. Potrebno je koristiti, ako je moguće, inertne posude od stakla bez PAH, koje na odgovarajući način štite uzorak od svjetlosti. Kada je to praktično nemoguće obezbijediti, potrebno je izbjegavati barem direktan kontakt uzorka sa plastikom, (npr: u slučaju uzoraka u čvrstom stanju umotavanjem uzorka u aluminijumsku foliju prije stavljanja u posudu/kesu/kontejner za uzorke.

#### **1.8. Pečaćenje i označavanje uzoraka**

Svaki uzorak koji se uzima za službenu kontrolu ili monitoring pečati se i identifikuje na mjestu uzimanja uzoraka. O svakom uzetom uzorku se sačinjava zapisnik koji sadrži podatke o broju serije/podserije, datum i mjesto uzimanja uzoraka sa drugim podacima o uzorku koji mogu od značaja i pomoći pri laboratorijskom ispitivanju.

**1.9. Proizvodna serija** je prepoznatljiva, odjednom dostavljena, količina hrane za koju je utvrđeno da ima zajednička svojstva poput porijekla, vrste, načina i oblika pakovanja, subjekta koji je pakuje proizvod, pošiljaoca ili oznake a u slučaju ribe vrši se upoređivanje veličine riba u pakovanju;

**1.10. Proizvodna podserija** je određeni, označeni dio veće serije iz kojeg će se uzimati uzorci za ispitivanje, sa tim da svaka podserija treba da je prepoznatljiva i treba da je fizički odvojena od ostalih podserija;

**1.11. Pojedinačni uzorak** je količina hrane uzeta sa jednog mjesta u seriji ili podseriji;

**1.12. Zbirni uzorak** je uzorak koji je sastavljen od svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije ili podserije i predstavlja reprezentativni uzorak za serije ili podserije iz kojih su uzeti;

**1.13. Laboratorijski uzorak** je uzorak koji je dostavljen za laboratorijska ispitivanja.

## **DIO II PLANOVI ZA UZIMANJE UZORAKA**

### **2.1. Podjela serije u podserije**

Velike serije se dijele na podserije pod uslovom da se podserije mogu fizički odvojiti. Za proizvode koji se u prometu nalaze u velikim rasutim pošiljkama (npr. Žitarice) primjenjuje se tabela 1. Za ostale proizvode primjenjuje se tabela 2. Uzimajući u obzir da masa serije ne predstavlja i tačnu masu podserija, masa podserije može da prelazi navedenu masu za najviše 20 %.

### **2.2. Broj pojedinačnih uzoraka**

Za hranu, osim dodataka ishrani, sušenih začina ili začinskog bilja, sušenih gljiva, algi ili lišajeva, zbirni uzorak mora da teži najmanje 1 kilogram ili 1 litar, osim ako to nije moguće, (npr: ako se uzorak sastoji od jednog pakovanja ili jedinice).

Za dodatke ishrani, sušene začine ili začinsko bilje, sušene gljive, alge ili lišajeve grupni uzorak mora da teži najmanje 100 grama ili 100 mililitara.

Za hranu, osim dodataka ishrani, najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se mora uzeti iz serije ili podserije mora biti u skladu s tabelom 3.

Kada je riječ o tečnim proizvodima u rasutoj pošiljci, serija ili podserija se moraju neposredno prije uzimanja uzoraka dobro promiješati ručno ili mehaničkim sredstvima u mjeri u kojoj je to moguće i na način da to ne utiče na kvalitet proizvoda. U tom slučaju se pretpostavlja da će doći do ravnomjerne raspodjele kontaminenata kroz cijelu seriju ili podseriju. Zbog toga se iz serije ili podserije koje čine grupni uzorak uzimaju tri pojedinačna uzorka.

Ako se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica, za hranu, osim dodataka ishrani, broj pakovanja ili jedinica (pojedinačni uzorci) koje treba uzeti za zbirni uzorak mora biti u skladu sa tabelom 4.a.

Pojedinačni uzorci moraju biti iste mase/volumena. Za hranu, osim dodataka ishrani, sušenih začina ili začinskog bilja, sušenih gljiva, algi ili lišajeva, masa/volumen pojedinačnog uzorka iznosi najmanje 100 grama ili 100 mililitara, tako da zbirni uzorak teži najmanje oko 1 kilograma ili 1 litra.

Za sušene začine ili začinsko bilje, suhe gljive, alge ili lišajeve masa/volumen pojedinačnog uzorka ne smije biti manja od 35 grama ili 35 mililitara, tako da zbirni uzorak teži najmanje 100 grama ili 100 mililitara.

Maksimalno dozvoljene količine za neorganski arsen primjenjuju se na sadržaj svake limenke, ali zbog praktičnih razloga može se koristiti pristup zbirnog uzimanja uzoraka. Ako je rezultat ispitivanja za zbirni uzorak limenki manji od maksimalno dozvoljene količine za neorganski arsen, ali joj je blizu, te ako se sumnja da pojedine limenke mogu prelaziti maksimalno dozvoljenu količinu, sprovode se dalja laboratorijska ispitivanja.

Za dodatke ishrani najmanji broj i veličina pojedinačnih uzoraka mora biti u skladu sa tabelom 4.b.

Ako zbog neprihvatljivih komercijalnih posledica (npr: zbog oblika pakovanja, oštećenja serije itd.) nije moguće primijeniti metodu uzimanja uzorka iz tačke B.2. ili ako je u praksi nemoguće primijeniti metodu uzimanja uzoraka iz tačke B.2., može se primijeniti alternativna metoda uzimanja uzoraka pod uslovom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cjelosti dokumentovana. To se unosi u zapisnik iz tačke B.1.8.

**Tabela 1:** Podjela serija na podserije za proizvode koji se prodaju u velikim pošiljkama u rasutom stanju

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

**Tabela 2:** Podjela serija na podserije za proizvode koji se ne prodaju u velikim pošiljkama u rasutom stanju

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

**Tabela 3:** Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije ili podserije hrane, osim dodataka ishrani

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

**Tabela 4.a:** Broj pakovanja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzimaju za zbirni uzorak kada se serija ili podserija sastoje od pojedinačnih pakovanja ili jedinica hrane, osim dodataka ishrani

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

**Tabela 4.b:** Najmanji broj i veličina pojedinačnih uzoraka za dodatke ishrani

Veličina serije (broj pakovanja)	Broj pakovanja (pojedinačni uzorci) koja treba uzeti za uzorak	Veličina pojedinačnog uzorka
1–50	1	Cjelokupan sadržaj pakovanja
51–250	2	Cjelokupan sadržaj pakovanja
251–1 000	4	Iz svakog maloprodajnog pakovanja uzetog za uzorak polovina sadržaja pakovanja
> 1 000	4 + 1 pakovanje na 1 000 maloprodajnih pakovanja najviše 25 maloprodajnih pakovanja	≤ 10 pakovanja: iz svakog maloprodajnog pakovanja, polovina sadržaja pakovanja > 10 pakovanja: iz svakog pakovanja uzima se jednaka količina kako bi se dobio uzorak koji odgovara sadržaju 5 pakovanja
Nepoznato (primjenjuje se samo za e-trgovinu)	1	Cjelokupan sadržaj pakovanja

### 2.3. Posebna pravila za uzorkovanje serija koje sadrže cijele ribe uporedne veličine ili mase

Uporediva veličina ili masa je razlika u veličini ili masi koja ne prelazi 50%.

Broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije utvrđen je u tabeli 3. ukupni uzorak koji objedinjuje sve pojedinačne uzorke ne smije biti lakši od 1 kilograma (vidjeti tačku .2.2. Dio II ovog priloga).

- Ako serija koja se uzorkuje sadrži sitnu ribu (riba čija je pojedinačna masa < 1 kilograma), kao pojedinačni uzorak za formiranje ukupnog uzorka uzima se cijela riba. Kada tako dobijeni ukupni uzorak teži više od 3 kilograma, pojedinačni uzorci mogu se uzeti od srednjih djelova ribe, ako svaki takav uzorak koji je dio ukupnog uzorka teži najmanje 100 grama. Cijeli dio na koji se primjenjuju maksimalno dozvoljene količine koristi se za homogenizaciju uzorka.

Sredina ribe je i njeno težište. Ono se najčešće nalazi kod leđne peraje (ako je riba ima), odnosno na pola puta između otvora za škrge i anusa.

- Ako serija koju se uzorkuje sadrži veće ribe (masa svake ribe od ≥ 1 kilograma), pojedinačni uzorak se sastoji od srednjeg dijela ribe. Svaki pojedinačni uzorak teži najmanje 100 g.

Kod riba srednje veličine (od ≥ 1 kilograma do < 6 kilograma) pojedinačni uzorak se izrezuje iz srednjeg dijela ribe koji se proteže od kičme do trbuha.

Kod vrlo velikih riba ( $\geq 6$  kilograma), pojedinačni uzorak uzima se sa desne strane (gledano sa prednje strane) dorsolateralnog mišića iz srednjeg dijela ribe. Ako bi tako uzeti uzorak iz srednjeg dijela ribe prouzrokovao veliki trošak, dovoljna mogu biti tri pojedinačna uzorka, od kojih svaki ima najmanje po 350 grama bez obzira na veličinu serije, ili se, alternativno, dovoljnim mogu smatrati tri pojedinačna uzorka od kojih svaki ima najmanje po 350 grama iz jednakog dijela (175 grama) mišićnog mesa u blizini repnog dijela ribe i mišićnog mesa u blizini glave iste ribe, bez obzira na veličinu serije.

#### **2.4. Posebna pravila za uzorkovanje serija riba koje se sastoje od cijelih riba različite veličine i/ili mase**

Za sastav uzorka primjenjuju se odredbe iz tačke 2.3. Dijela II ovog priloga

Ako preovladava određeni razred ili kategorija veličine ili mase (oko 80% serije i više), uzorak se uzima od riba čija veličina ili masa preovladava. Ovakav uzorak se smatra reprezentativnim za cijelu seriju.

Ako ne preovladava ni jedan određeni razred ili kategorija, veličine ili mase, mora se obezbijediti da ribe odabrane za uzorak budu reprezentativne za cijelu seriju. Posebne smjernice za takve slučajeve navedene su u smjernicama za uzorkovanje cijelih riba različite veličine i/ili mase „*Guidance document on sampling of whole fish of different size and/or weight*” ( 4 ).

#### **2.5. Posebna pravila za uzorkovanje kopnenih životinja**

Za meso i nusproizvode klanja svinja, goveda, ovaca, koza i kopitara uzima se uzorak od 1 kilograma od najmanje jedne životinje. Ako je potrebno dobiti količinu uzorka od 1 kilograma, jednake količine uzorka uzimaju se od više životinja.

Za meso živine uzorkuju se jednake količine od najmanje tri životinje kako bi se dobio ukupni uzorak od 1 kilograma. Za nusproizvode klanja živine uzorkuju se jednake količine od najmanje tri životinje kako bi se dobio ukupni uzorak od 300 grama.

Za meso i nusproizvode klanja divljači iz uzgoja i divljih kopnenih životinja uzima se uzorak od 300 grama od najmanje jedne životinje. Ako je potrebno dobiti količinu uzorka od 300 grama, jednake količine uzorka uzimaju se od više životinja.

#### **2.6. Posebna pravila za uzimanje uzoraka velikih riba koje dolaze u velikim serijama**

Kada serija ili podserija od koje se uzimaju uzorci sadrži veće ribe (svaka riba je teža od 1 kg), a serija ili podserija teži više od 500 kg, pojedinačni uzorak se sastoji od centralnog dijela ribe. Svaki pojedinačni uzorak treba da teži najmanje 100 g.

### **3. Uzimanje uzoraka u maloprodaji**

Uzorkovanje hrane-proizvoda u maloprodaji vrši se, kad je to moguće, u skladu sa uzimanjem uzoraka iz tačke 2.2. Dijela II ovog priloga.

Kada nije moguće primijeniti metode uzimanja uzoraka određene u tački 2.2. Dijela II ovog priloga zbog neprihvatljivih komercijalnih posledica (npr: zbog oblika pakovanja, oštećenja u seriji itd.) ili kada je praktično nemoguće primijeniti gore navedenu metodu uzimanja uzoraka, može se primijeniti alternativna metoda uzimanja uzoraka pod uslovom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cjelosti dokumentovana.

## **DIO III**

### **PRIPREMA UZORKA I LABORATORIJSKO ISPITIVANJE**

#### **1. Laboratorijski standardi za kvalitet**

Laboratorije koje vrše ispitivanje hrane na prisustvo kontaminenata treba da ispunjavaju zahtjeve utvrđene zakonom i treba da učestvuju na odgovarajućim laboratorijskim provjerama

kvaliteta rada u skladu sa Međunarodnim usklađenim protokolom za provjeru kvaliteta rada (hemijskih) analitičkih laboratorija u skladu sa IUPAC/ISO/AOAC-a.

Laboratorije moraju da dokažu da imaju uspostavljen interni postupak za kontrolu kvaliteta u skladu sa Smjernicama ISO/AOAC/IUPAC-a o internoj kontroli kvaliteta u analitičkim hemijskim laboratorijama. Uvijek kada je moguće, tačnost ispitivanja se ocjenjuje tako da se u ispitivanje uključe certificirani referentni materijali.

## **2. Priprema uzorka**

### **2.1. Mjere zaštite i opšta načela**

Osnovni zahtjev je pripremiti reprezentativni i homogen laboratorijski uzorak i izbjeći sekundarno zagađenje.

Cijeli dio na koji se primjenjuju maksimalno dozvoljene količine koristi se za homogenizaciju uzorka.

Za proizvode koji nisu riba sav uzorkovani materijal koji je primila laboratorija upotrebljava se za pripremu laboratorijskog uzorka.

Za ribe se sav uzorkovani materijal koji je primila laboratorija homogenizuje. Reprezentativni dio/količina homogenizovanog ukupnog uzorka upotrebljava se za pripremu laboratorijskog uzorka.

U slučaju da se maksimalno dozvoljena količina odnosi na suhu supstancu sadržaj suve supstance u proizvodu određuje se na dijelu homogenizovanog uzorka, upotrebom metode za koju je dokazano da se njom precizno određuje sadržaj suve supstance.

Usaglašenost sa maksimalno dozvoljenim količinama utvrđena je propisom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminanata u hrani na osnovu nivoa utvrđenih u laboratorijskim uzorcima.

### **2.2. Posebni postupci za pripremu uzorka**

#### **2.2.1. Poseban postupak za olovo, kadmijum, živu, neorganski kalaj, neorganski i ukupni arsen i niki**

Analitičar mora obezbijediti da ne dođe do kontaminacije uzoraka tokom pripreme. Kad je god moguće, uređaji i oprema koji dolaze u kontakt sa uzorkom ne smiju da sadrže metale čija se prisutnost utvrđuje imoraju biti napravljeni od inertnih materijala, npr. plastike, poput polipropilena, politetrafluoretilena (PTFE) itd. Njih je potrebno očistiti kiselinom kako bi se umanjila opasnost od zagađenja. Za rezanje rubova može se upotrijebiti visokokvalitetni nerđajući čelik.

Postoji veći broj dobrih posebnih postupaka za pripremu uzorka koji se mogu koristiti za proizvode koji se razmatraju. Za aspekte koji nisu posebno obuhvaćeni ovim pravilnikom, utvrđeno je da je norma CEN „Hrana. Određivanje elemenata i njihove hemijske vrste. Opšta načela i posebni zahtjevi” <sup>(8)</sup> zadovoljavajuća, ali i druge metode pripreme uzorka jednako su dobre.

U slučaju neorganskog arsena treba obratiti pažnju na to da se sav materijal unese u rastvor jer je poznato da često dolazi do gubitaka, posebno zbog hidrolize nerastvorenog oblika Sn(IV) arsen-oksida.

U slučaju nikla problemi povezani sa kontaminacijom mogu nastati kada se za uzorkovanje ili analizu koristi oprema od nerđajućeg čelika ili gvožđa. U takvim slučajevima koristi se posebna oprema od materijala kao što su titanijum, keramika ili ahat.

#### **2.2.2. Posebni postupci za policiklične aromatične ugljovodonike**

Laboratorija za vrijeme pripremanja uzorka treba da obezbijedi zaštitu uzorka od kontaminacije, tako da se posude isperu acetonom ili heksanom visoke čistoće prije korišćenja kako bi se rizik od kontaminacije sveo na minimum.

Aparatura i oprema koji dolaze u kontakt sa uzorkom treba da budu izrađeni od inertnih materijala, kao što je aluminijum, staklo ili polirani nerđajući čelik, a plastiku kao što je polipropilen ili politetrafluoroetilen (PTFE) treba izbjegavati s obzirom da analit može da adsorbuje na te materijale.

Za laboratorijsko ispitivanje policikličnih aromatičnih ugljovodonika u kakau i proizvodima dobijenim od kakaoa, utvrđivanje sadržaja masti vrši se u skladu sa metodom AOAC 963.15, a za utvrđivanje sadržaja masti u kakau u zrnju i od njega dobijenim proizvodima mogu se primijeniti i druge metode čiji je postupak istovjetan postupku utvrđivanja sadržaja masti za koji se može dokazati da se upotrijebljenim postupkom za utvrđivanje sadržaja masti dobija jednaka vrijednost sadržaja masti.

### 2.3. Obrada uzorka po prispijeću u laboratoriju

Kompletan zbirni uzorak se usitnjava mljevenjem (kada je to primjenljivo) i detaljno se izmiješa postupkom kojim se dokazano postiže potpuna homogenizacija.

### 2.4. Uzorci za kontrolu usaglašenosti sa propisanim zahtjevima kao i uzorci za potrebe odbrane ili arbitraže

Uzorci za kontrolu usaglašenosti sa propisanim zahtjevima kao i uzorci za potrebe odbrane ili arbitraže uzimaju se iz homogenizovanog zbirnog uzorka, osim ako je to suprotno propisanim zahtjevima u odnosu na prava subjekta u poslovanju hranom.

## 3. Laboratorijske (analitičke) metode

### 3.1. Opšte napomene

- "**r**" = **ponovljivost**, vrijednost ispod koje se može sa određenom vjerovatnoćom (obično 95 %) očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova izvršenih u uslovima ponovljivosti (npr: isti uzorak, isti izvođač, isti uređaj, ista laboratorija i kratak vremenski razmak izvođenja) te je zbog toga  $r = 2,8 \times s_r$ ;
- "**s**" = **standardna devijacija** izračunata iz rezultata dobijenih pod uslovima ponovljivosti;
- "**RSD**" - **relativno standardna devijacija** izračunata iz rezultata dobijenih pod uslovima ponovljivosti  $[(s/ ) \times 100]$ ;
- "**R**" = **obnovljivost**, vrijednost ispod koje se može, s određenom vjerojatnošću (obično 95 %), očekivati da će iznositi apsolutnu razliku između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova izvršenih u uslovima u obnovljivosti (npr: na identičnom materijalu koji su izvođači dobili koristeći standardizovanu metodu za testiranje u različitim laboratorijama,);  $R = 2,8 \times S_R$ .
- "**S<sub>R</sub>**" = **standardna devijacija**, izračunava se iz rezultata dobijenih pod uslovima obnovljivosti;
- "**RSD<sub>R</sub>**" = **relativna standardna devijacija** koje se izračunava iz rezultata dobijenih pod uslovima obnovljivosti  $[(s_R/ ) \times 100]$ ;
- "**LOD**" =- **granica detekcije**, najmanji izmjereni sadržaj iz kojeg se sa opravdanom statističkom sigurnošću može utvrditi prisutnost analita.
- "**LOQ**" = **granica kvantifikacije (određivanja)**, najmanji sadržaj analita koji se može izmjeriti sa opravdanom statističkom sigurnošću.
- "**HORRAT**" = Primijećena vrijednost RSD podijeljena s vrijednošću RSD koja je dobijena na osnovu Horwitzove jednačine (izmijenjene) (vidjeti tačku C.3.3.1. „Napomene uz kriterijume za izvođenje”); koristeći pretpostavku  $r = 0,66 R$ .
- "**HORRAT**" = Primijećena vrijednost  $RSD_R$  podijeljena s vrijednošću  $RSD_R$  koja je dobijena na osnovu Horwitzove jednačine (izmijenjene) (vidjeti tačku C.3.3.1. „Napomene uz kriterijume za izvođenje”);
- "**u**" = **kombinovana standardna mjerna nesigurnost** dobijena korišćenjem pojedinačnih standardnih mjernih nesigurnosti povezanih sa ulaznim količinama u modelu za mjerenje;
- "**U**" = **proširena mjerna nesigurnost**, uz upotrebu činilaca pokrivanja 2, što daje nivo pouzdanosti od približno 95% ( $U = 2u$ );
- "**U<sub>f</sub>**" = **najviša standardna mjerna nesigurnost**.

### 3.2. Opšti zahtjevi

Laboratorijske (analitičke) metode koje se upotrebljavaju za potrebe kontrole hrane vrše se u skladu sa propisima kojim su utvrđena pravila za službene kontrole hrane;

Za laboratorijska ispitivanja količine neorganskog kalaja primjenjuju se odnosno primjerene su laboratorijske metode koje se primjenjuju za ukupni kalaj.

Za laboratorijska ispitivanja olova u vinu primjenjuju se metode i pravila koje je utvrdio OIV (Organisation internationale de la vigne et du vin), u skladu sa posebnim propisom.

Analitičke metode za ukupni arsen primjerene su za potrebe testiranja za kontrolu nivoa anorganskog arsena. Ako je ukupna koncentracija arsena ispod maksimalno dozvoljene količine za anorganski arsen, nije potrebno dodatno testiranje te se smatra da je uzorak u skladu s maksimalno dozvoljenom količinom za anorganski arsen. Ako je ukupna koncentracija arsena na maksimalno dozvoljenom nivou za anorganski arsen ili iznad nje, sprovodi se dodatno testiranje kako bi se utvrdilo je li koncentracija anorganskog arsena iznad maksimalno dozvoljenog nivoa za anorganski arsen.

Analitičke metode za ukupni arsen primjerene su za potrebe testiranja za kontrolu količina neorganskog arsena. Ako je ukupna količina arsena ispod maksimalno dozvoljene količine za neorganski arsen, nije potrebno dodatno laboratorijsko ispitivanje i smatra se da je uzorak u skladu sa maksimalno dozvoljenom količinom za neorganski arsen. Ako je ukupna količina arsena na maksimalno dozvoljenoj količini za neorganski arsen ili iznad nje, vrši se dodatno laboratorijsko ispitivanje kako bi se utvrdilo da li je koncentracija neorganskog arsena iznad maksimalno dozvoljene količine za neorganski arsen.

### 3.3. Posebni zahtjevi

#### 3.3.1. Kriterijumi za izvođenje

Kada nije propisana specifična metoda za određivanje kontaminenata u hrani na nivou Evropske unije, laboratorije mogu odabrati bilo koju validnu metodu za laboratorijsko ispitivanje za određenu matricu pod uslovom da odabrana metoda ispunjava specifične kriterijume iz tabele 5., 6. i 7. Preporuka je da se potpuno validne metode (tj. metode validirane međulaboratorijskim ogledima za odgovarajuću matricu) koriste kad je to primjereno i moguće. Druge odgovarajuće validirane metode (npr. interne validirane metode za odgovarajuću matricu) se takođe mogu koristiti pod uslovom da ispunjavaju kriterijume za izvođenje iz tabele 5., 6. i 7. Kada je to moguće, validacija interno validiranih metoda uključuje sertifikovani referentni materijal.

#### (a) Kriterijumi za izvođenje za laboratorijske (analitičke metode) za olovo, kadmijum, živu, neorganski kalaj i neorganski i ukupni arsen i nikel

Tabela 5

Parametar	Kriterijum		
Primjenljivost	Hrana utvrđena Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrane (Sl. list CG br. 14/2025)		
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice		
Ponovljivost (RSDr)	HORRATr vrijednosti manje od 2		
Obnovljivost (RSDR)	HORRATR vrijednosti manje od 2		
Iskorišćenje	Primjenjuju se odredbe tačke 1.2. Dijela IV ovog priloga		
LOD	= tri desetine LOQ-a		
LOQ	Neorganski kalaj	≤ 10 mg/kg	
	Olovo	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dvije trećine ML-a
	Kadmijum, živa	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg
≤ dvije petine ML-a		≤ dvije petine ML-a	≤ jedna petina ML-a

Anorganski arsen ukupni arsen	ML $\leq 0,03$ mg/kg	0,03 < ML < 0,1 mg/kg	ML $\geq 0,1$ mg/kg
	$\leq$ ML	$\leq$ dvije trećine ML-a	$\leq$ dvije trećine ML-a
Nikl	ML $\leq 0,3$ mg/kg	0,3 < ML < 0,6 mg/kg	ML $\geq 0,6$ mg/kg
	$\leq$ ML	$\leq$ dvije trećine ML-a	$\leq$ jedna trećina ML-a

**(b) Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje 3-monohlorpropan-1,2-diol (3-MCPD), estere masnih kiselina 3-MCPD-a i glicidil estere masnih kiselina:**

- Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje za 3-MCPD u hrani navedenoj u tački 5.2., Priloga Uredbe o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)

Tabela 6.a

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Hrana navedena u tački 5.2. Priloga Uredbe o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Terenske slijepe probe	Manje od LOD-a
Ponovljivost (RSDr)	0,66 × RSDr dobijen pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijene pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	75 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	$\leq 7$ µg/kg
Granica određivanja (LOQ)	$\leq 14$ µg/kg

- Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje 3-MCPD u hrani navedenoj u tački 5.3., Priloga Uredbe o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)

Tabela 6.b

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Hrana navedena u tački 5.3. Priloga Uredbe o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Terenske slijepe probe	Manje od LOD-a
Ponovljivost (RSDr)	0,66 × RSDr dobijen pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijena pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	75 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	$\leq 7$ µg/kg
Granica određivanja (LOQ)	$\leq 14$ µg/kg

- Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje estera masnih kiselina 3-MCPD-a, izražene kao 3-MCPD, u hrani navedenoj u u tački 5.3 , Priloga

**Uredbe o maksimalno dovoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)**

**Tabela 6.c**

<b>Parametar</b>	<b>Kriterijum</b>
Primjenljivost	Hrana navedena u tački 5.3. Priloga Uredbe o maksimalno dovoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Ponovljivost (RSDr)	$0,66 \times \text{RSDR}$ dobijen pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijena pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	70 – 125 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u tačkama 5.3.1. i 5.3.2.	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ u uljima i mastima
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u tačkama 5.3.3.1 i 5.3.3.2.	$\leq$ dvije petine najveće dovoljene količine
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u tački 5.3.3.2.	$\leq 15 \mu\text{g/kg}$ masti

— **Sprovođenje kriterijuma za metode analize glicidil estera masnih kiselina, izražene kao glicidol, u hrani iz tačke 5.4. Priloga Uredbe o maksimalno dovoljenim količinama kontaminenata u hrani (Službeni list CG", broj 14/25)**

**Tabela 6.d**

<b>Parametar</b>	<b>Kriterijum</b>
Primjenljivost	Hrana navedena u tački 5.4. Priloga Uredbe o maksimalno dovoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Ponovljivost (RSDr)	$0,66 \times \text{RSDR}$ dobijen s pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijena pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	70 – 125 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u tačkama 5.4.1. i 5.4.2.	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ u uljima i mastima
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u tački 5.4.3.1. sa sadržajem masti $< 65 \%$ i u tački 5.4.3.2., sa sadržajem masti $< 8 \%$	$\leq$ dvije petine najveće dovoljene količine
Granica određivanja (LOQ)	$\leq 31 \mu\text{g/kg}$ masti

za hranu navedenu u tački 5.4.3.1. sa sadržajem masti $\geq 65\%$ i u tački 5.4.3.2. sa sadržajem masti $\geq 8\%$	
--	--

**(c) Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje za policiklične aromatične ugljovodonike:**

Četiri policiklična aromatična ugljovodonika na koje se ovi kriterijumi odnose su benzo(a)piren, benzo(a)antracen, benzo(b)fluoranten i krizen.

**Tabela 7.**

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Hrana utvrđena Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice, provjera pozitivne detekcije
Ponovljivost (RSDr)	HORRATr vrijednosti manje od 2
Obnovljivost (RSDR)	HORRATR vrijednosti manje od 2
Iskorištenje	50-120 %
Granica detekcije	$\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$ za svaku od četiri materije
granica kvantifikacije	$\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$ za svaku od četiri materije

**(d) Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje akrilamida:**

**Tabela 8.**

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Sve kategorije hrane
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Terenske slijepa probe	Manje od granice dokazivanja (LOD)
Ponovljivost (RSDr)	$0,66 \times \text{RSDR}$ dobijen pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijena pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorištenje	75 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ)	Za hranu s referentnim vrijednostima $< 125 \mu\text{g/kg}$ : $\leq$ dvije petine količine referentne vrijednosti, međutim, ne mora biti niža od $20 \mu\text{g/kg}$ Za hranu sa količinom referentne vrijednosti $\geq 125 \mu\text{g/kg}$ : $\leq 50 \mu\text{g/kg}$

**(e) Kriterijumi za izvođenje metode za laboratorijsko ispitivanje za perhlorat:**

**Tabela 9.**

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Sve kategorije hrane
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Ponovljivost (RSDr)	$0,66 \times \text{RSDR}$ dobijen pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSDR)	dobijena pomoću (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	70 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ)	≤ dvije petine maksimalno dozvoljene količine

**(f) Napomene za kriterijume za izvođenje:**

Horwitzova jednačina (za koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) i izmijenjena Horwitzova jednačina (za koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) generalizovane su jednačine preciznosti koje su nezavisne od analita i matrici i isključivo zavise od koncentracije za većinu rutinskih metoda analize/ispitivanja.

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

$$\text{RSDR} = 22 \%$$

pri čemu je:

— RSDR relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih uz uslove obnovljivosti

— C odnos koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Izmijenjena Horwitzova jednačina primjenjuje se na koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

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

$$\text{RSDR} = 2C(-0,15)$$

pri čemu je:

— RSDR relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih uz uslove obnovljivosti

— C odnos koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Horwitzova jednačina primjenjuje se na koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

**3.3.2. Pristup „prikladnosti za svrhu”**

Za interno validovane metode, „pristup prikladnost za primjenu” može da se koristi kao alternativa za procjenu njihove primjerenosti za službeni nadzor. Metode koje odgovaraju za službenu kontrolu moraju da daju rezultate sa kombinovanom standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od najveće standardne mjerne nesigurnosti izračunate pomoću sljedeće formule:

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

u kojoj je:

—  $U_f$  najveća standardna mjerna nesigurnost ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),

— granica detekcije znači granica detekcije metode ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ); mora ispunjavati kriterijume za izvođenje iz tačke.3.3.1 Dijela III za relevantnu koncentraciju,

— C relevantna koncentracija ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),

—  $\alpha$  numerički faktor koji se koristi zavisno od vrijednosti C. Vrijednosti koje se koriste date su u tabeli 10.

**Tabela 10. Numeričke vrijednosti koje se upotrebljavaju za  $\alpha$  kao konstantu u formuli iz ove tačke s obzirom na relevantnu koncentraciju**

C ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

**Napomena:** Laboratorija uzima u obzir „Izveštaj o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, faktora iskorišćenja i odredbi EU zakonodavstva o hrani i hrani za životinje”.

## DIO IV IZVJEŠTAVANJE I TUMAČENJE REZULTATA

### 1. IZVJEŠTAVANJE

#### 1.1. Izražavanje rezultata

Rezultati se izražavaju u istim jedinicama i zaokružuju se na isti broj decimala na način kako su iskazani u Uredbi o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminanata u hrani (Sl. list CG", br. 14/2025)

#### 1.2. Izračunavanje iskorišćenja

Ako se u laboratorijskoj/analitičkoj metodi primjenjuje postupak ekstrakcije, laboratorijski/analitički rezultat se radi iskorišćenja mora ispraviti. U tom slučaju izvještava se o podacima o nivou iskorišćenja.

U slučaju da se u laboratorijskoj/analitičkoj metodi ne primjenjuje ekstrakcija (npr; kod metala), rezultat se može izraziti bez korekcije za iskorišćenje ako je pravilnom upotrebom odgovarajućeg certifikovanog referentnog materijala dokazano da je dobijena certifikovana koncentracija unutar granica mjerne nesigurnosti (tj. velika tačnost mjerenja) i time da metoda ne pokazuje mjerno odstupanje. U slučaju da je rezultat izražen bez korekcije za iskorišćenje, to treba biti navedeno.

#### 1.3. Mjerna nesigurnost

Rezultat ispitivanja/analize izražava se kao  $x \pm U$ , pri čemu  $x$  označava laboratorijski/analitički rezultat, a  $U$  je proširena mjerna nesigurnost, ako se koristi faktor pokrivanja 2, što daje nivo pouzdanosti od približno 95 % ( $U = 2u$ ). Laboratorija/analitičar uzima u obzir „Izveštaj o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, faktora iskorišćenja i odredbi EU zakonodavstva o hrani i hrani za životinje”.

### 2. TUMAČENJE REZULTATA

#### 2.1. Prihvatanje serije/podserije

Serije ili podserije se prihvata ako rezultat laboratorijske analize uzorka ne prelazi odgovarajuću maksimalno dozvoljenu količinu u skladu sa Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminanata u hrani (Službeni list CG", broj 14/25) uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i korekciju rezultata radi iskorišćenja, ako je u korišćenoj laboratorijskoj/analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

#### 2.2. Odbijanje serije/podserije

Serija ili podserija se odbija ako rezultat laboratorijskežog ispitivanja/ analize uzorka nesumnjivo prelazi odgovarajuće maksimalno dozvoljenu količinu u skladu sa Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminanata u hrani (Službeni list CG", broj 14/25),

uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i korekciju rezultata radi iskorišćenja, ako je u korišćenoj laboratorijskoj/analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

### **2.3. Primjenljivost**

Postojeća pravila za tumačenje primjenjuju se za laboratorijske/analitičke rezultate dobijene na uzorku uzetom kako bi se dokazala usaglašenost sa propisanim normama. U slučaju ispitivanja/analize koja se obavlja za referentne svrhe ili u svrhe odbrane primjenjuju se nacionalni propisi.”