

MINISTARSTVO ZDRAVSTVA I SOCIJALNE SKRBI

1415

Na temelju članka 15. stavka 2. podstavka 3. Zakona o hrani (»Narodne novine« broj 46/2007) ministar zdravstva i socijalne skrbi uz suglasnost ministra poljoprivrede, ribarstva i ruralnog razvoja donosi

PRAVILNIK

O PLANU UZORKOVANJA I METODAMA ANALIZA ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINA NITRATA U HRANI¹

Članak 1.

Ovim Pravilnikom utvrđuju se metode uzorkovanja, priprema uzoraka i analize količine nitrata u hrani u svrhu provođenja službene kontrole.

Pravilno uzorkovanje i postupci pripreme uzoraka važni su za točno određivanje količine nitrata.

Članak 2.

Pojedini pojmovi u smislu ovoga Pravilnika imaju sljedeće značenje:

Proizvodna serija (u daljnjem tekstu: serija) jest količina hrane koja ima određene zajedničke karakteristike poput podrijetla, tipa odnosno vrste tla u području ne većem od 2 hektara, vrste pakiranja, oblika pakiranja, količine pakiranja, osobe koja pakira, dobavljača ili druge oznake koje utvrđuje nadležni inspektor.

Proizvodna podserija (u daljnjem tekstu: podserija) jest određen dio velike serije na kojoj se provodi uzorkovanje. Svaka podserija mora biti fizički odvojena i prepoznatljiva.

Pojedinačni uzorak jest količina materijala uzetoga s jednoga mjesta iz serije odnosno podserije. U smislu ovoga Pravilnika pojedinačnim uzorkom smatra se i jedna glavica zelene salate odnosno špinata, šaka mladog lišća špinata ili jedno pakovanje odrezanih listova.

Skupni uzorak jest zbroj svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije odnosno podserije.

Laboratorijski uzorak jest reprezentativni dio/količina skupnog uzorka namijenjen analizi.

Polje jest određena površina zemlje iste vrste tla i načina uzgoja na kojemu se nalazi samo jedna sorta zelene salate odnosno špinata u istoj fazi rasta. U opisu metode uzorkovanja »polje« se također može zamijeniti riječju »serija«.

Natkrivena površina jest određena površina zemlje natkrivena staklenikom ili platenikom (plastičnim ili polietilenskim tunelom) s jednom sortom zelene salate odnosno špinata u istoj fazi rasta i s istim predviđenim vremenom berbe. U dijelu Pravilnika koji se odnosi na opis plan uzorkovanja »natkrivena površina« se također može zamijeniti riječju »serija«.

Članak 3.

Službena kontrola provodi se sukladno propisima o hrani. Uzorkovanje obavlja osoba ovlaštena posebnim propisom za provođenje službene kontrole.

Laboratoriji koji obavljaju analize u svrhu službene kontrole u smislu ovoga Pravilnika moraju udovoljavati odredbama članka 81. Zakona o hrani.

Članak 4.

Vrsta hrane koja se uzorkuje u svrhu određivanja količine nitrata propisana je posebnim propisom o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata koji se mogu nalaziti u hrani².

Uzorkovanje, priprema uzoraka i analize za službenu kontrolu količine nitrata u hrani moraju se provoditi sukladno zahtjevima određenim u Prilogu I. i II. koji su tiskani uz ovaj Pravilnik i čine njegov sastavni dio.

Skupni uzorci uzorkovani sukladno stavku 2. ovoga članka smatraju se reprezentativnim. Sukladnost s odredbama Pravilnika o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata koji se mogu nalaziti u hrani ocjenjuje se na osnovi količina određenih u laboratorijskim uzorcima, koji su pripremljeni i analizirani sukladno stavku 2. ovoga članka. Odredba stavka 2. ovoga članka primjenjuje se ne dovodeći u pitanje odredbe navedene u Pravilniku o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja u skladu s odredbama propisa o hrani i hrani za životinje, te propisa o zdravlju i zaštiti životinja (»Narodne novine« broj 99/07)³.

Članak 5.

Serijska ili podserijska smatra se zdravstveno ispravnom sukladno propisima o hrani ako rezultat analize laboratorijskog uzorka iz točke 2.4. Priloga II. ovoga Pravilnika odgovara odredbama Pravilnika o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata koji se mogu nalaziti u hrani, uzimajući u obzir mjernu nesigurnost.

Serijska ili podesrijska smatra se zdravstveno neispravnom sukladno propisima o hrani ako je rezultat analize laboratorijskog uzorka iz točke 2.4. Priloga II. ovoga Pravilnika veći od najveće dopuštene količine propisane Pravilnikom o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata koji se mogu nalaziti u hrani uzimajući u obzir mjernu nesigurnost. Navedena pravila o interpretaciji rezultata primjenjuju se za analitički rezultat dobiven za svrhu službene kontrole hrane.

Članak 6.

Posebni propis iz članka 4. stavka 1. ovoga Pravilnika donijet će se do 31. prosinca 2008. godine.

Članak 7.

Ovaj Pravilnik stupa na snagu 31. ožujka 2009. godine.

Klasa: 011-02/08-04/17

Urbroj: 534-07-08-2

Zagreb, 8. travnja 2008.

Ministar

mr. Darko Milinović, dr. med., v. r.

¹ Pravilnik preuzima odredbe Uredbe Komisije (EZ-a) broj 1882/2006 od 19. prosinca 2006. kojom se utvrđuju metode uzimanja uzoraka i analize za potrebe vršenja službenih kontrola razina nitrata u određenim prehrambenim proizvodima

² Posebni propis o najvećim dopuštenim količinama određenih kontaminanata koji se mogu nalaziti u hrani bit će usklađen s Uredbom Komisije (EZ-a) br. 1881/2006 od 19. prosinca 2006. kojom se utvrđuju maksimalne razine određenih kontaminanata u hrani i Uredbom (EEC) br. 315/93 od 8. veljače 1993. kojom se utvrđuju postupci Zajednice u vezi s kontaminantima u hrani

³ Pravilnik preuzima odredbe Uredbe (EZ-a) br. 882/2004 Europskoga parlamenta i Vijeća od 29. travnja 2004. o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja u skladu s odredbama propisa o hrani i hrani za životinje, te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja

PRILOG I.

PLAN UZORKOVANJA ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINA NITRATA U HRANI

1. OPĆE ODREDBE

1.1 Materijali za uzorkovanje

Svaka serija predviđena za ispitivanje uzorkuje se posebno. Velike serije dijele se na podserije koje se uzorkuju posebno. Velikim serijama smatraju se serije teže više od 30 tona ili one koje pokrivaju više od 3 hektara.

1.2 Mjere opreza

Za vrijeme uzorkovanja i pripreve uzoraka poduzimaju se mjere opreza kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi mogle: utjecati na količinu nitrata, nepovoljno utjecati na analizu odnosno učiniti skupne uzorke nereprezentativnima (npr. prisutnost zemlje na zelenoj salati ili špinatu tijekom pripreve uzorka), utjecati na cjelovitost serija za uzorkovanje.

Poduzimaju i sve potrebne mjere za zaštitu osoba koje uzorkuju.

1.3 Pojedinačni uzorci

Kad god je to moguće, pojedinačni se uzorci uzimaju s različitih mjesta u seriji ili podseriji. Odstupanje od ovakvog postupka mora se navesti u zapisniku iz točke 1.7 ovoga Priloga.

1.4 Priprava skupnog uzorka

Skupni se uzorak dobiva objedinjavanjem pojedinačnih uzoraka.

1.5 Ponovljeni uzorci

Ponovljeni uzorci zbog dodatnog stručnog mišljenja moraju se uzimati iz homogeniziranoga skupnog uzorka.

1.6 Pakiranje i dostava uzoraka

Svaki se uzorak stavlja u čistu, inertnu i čvrsto zatvorenu neprozirnu plastičnu vrećicu kako bi se spriječio gubitak vlage, a uzorak prikladno zaštitio od oštećenja ili zagađenja.

Uzorak se mora dostaviti u laboratorij unutar 24 sata od uzorkovanja i držati se na hladnom tijekom prijevoza. Ako to nije moguće, uzorak se mora duboko zamrznuti unutar 24 sata i zamrznut dostaviti laboratoriju unutar šest tjedana.

Isto tako valja poduzeti sve dodatne mjere opreza kako bi se izbjegle promjene u sastavu uzorka do kojih bi moglo doći tijekom prijevoza odnosno skladištenja.

1.7 Zatvaranje i označavanje uzoraka

Svaki uzorak uzet za službene potrebe mora se službeno zatvoriti (zapečatiti) na mjestu uzorkovanja i obilježiti.

O svakom uzorkovanju osoba iz članka 3. stavka 1. sastavlja zapisnik koji omogućava jasno prepoznavanje svake serije, a sadrži podatke o vremenu i mjestu uzorkovanja, ime sorte, naziv proizvođača, način proizvodnje te ostale važne podatke koji mogu poslužiti analitičaru.

1.8 Različiti tipovi serija

Hrana se može prodavati u rasutom obliku (rinfuza) ili u pakovanjima, uključujući, vreće, vrećice i sanduke/gajbe, odnosno u pojedinačnim maloprodajnim pakovanjima. Uzorkovati se mogu svi oblici prisutni na tržištu.

2. METODE UZORKOVANJA

Pojedinačni se uzorci uzimaju iz različitih mjesta u seriji ili podseriji, kad god je to moguće.

2.1 Uzorkovanje na polju

Ako nadležno tijelo ili tijelo za provođenje inspekcije smatra potrebnim uzorkovati zelenu salatu ili špinat na polju, uzorkovanje se provodi prema sljedećem postupku:

Pojedinačni se uzorci moraju uzorkovati s površina koje su reprezentativne za polje odnosno natkrivenu površinu. Odvojenim serijama odnosno poljima smatraju se: površine s različitim vrstama tla na kojima se provode različiti načini uzgoja, različite sorte zelene salate ili špinata, odnosno zelena salata ili špinat koji se ubiru u različito doba. Polje veće od 3 ha, dijeli ga se na podserije od 2 ha, a svaka se podserija uzorkuje zasebno.

Pojedinačni uzorci skupljaju se slijedeći obrazac u obliku slova »W« ili »X« preko cijeloga polja. Kulture na uskim gredicama ili natkrivenim površinama ubiru se slijedeći obrazac u obliku slova »W« ili »X« za svaku gredicu te tako tvore skupni uzorak.

Biljke se moraju odrezati neposredno do tla.

Uzorak mora sadržavati najmanje 10 biljaka, a skupni uzorak od 10 biljaka mora težiti najmanje 1 kg. Uzorkuju se samo biljke koje veličinom odgovaraju posebnom propisu kojim se uređuje veličina zelene salate⁴. Zemlja, nejestivi vanjski listovi i oštećeni listovi uklanjaju se sa svake uzorkovane biljke.

2.2 Uzorkovanje serija špinata, zelene salate, dječje hrane i prerađene hrane na bazi žitarica za dojenčad i malu djecu

Metoda uzorkovanja opisana u ovoj točki Priloga odnosi se na serije do uključivo 25 t.

U slučaju serija većih od 30 tona, serija se dijeli na podserije od približno 25 t, pod uvjetom da se one fizički razdvoje. Uzimajući u obzir da masa serije ne predstavlja uvijek točan umnožak mase i broja podserija, masa podserije može odstupati u rasponu od 15 do 30 t. Ako se serija ne može fizički razdvojiti u podserije, uzorak se uzima iz serije.

Skupni uzorak mora težiti najmanje 1 kg, osim ako to nije moguće, kao kod uzorkovanja jedne glavice salate odnosno jednog pakovanja.

Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se mora uzorkovati iz serije ovisi o masi serije i naveden je u Tablici 1., osim u slučajevima kada se serija sastoji od pojedinačnih pakovanja, tada je broj pakovanja koji se moraju uzorkovati za skupni uzorak naveden u Tablici 2.

Tablica 1. NAJMANJI BROJ POJEDINAČNIH UZORAKA KOJI SE UZIMAJU IZ SERIJE

Masa serije (kg)	Najmanji broj pojedinačnih	Najmanja masa skupnog uzorka
------------------	----------------------------	------------------------------

	uzoraka	(kg)
< 50	3	1
50 do 500	5	1
> 500	10	1

Tablica 2. BROJ PAKOVANJA (POJEDINAČNIH UZORAKA) KOJI SE UZORKUJU ZA SKUPNI UZORAK, KADA SE SERIJA SASTOJI OD POJEDINAČNIH PAKOVANJA

Broj pakovanja odnosno jedinica u seriji	Broj pakovanja odnosno jedinica koje treba uzorkovati	Najmanja masa skupnog uzorka (kg)
1 do 25	1 pakovanje odnosno jedinica	1
26 do 100	oko 5 %, a najmanje 2 pakovanja odnosno jedinice	1
> 100	oko 5 %, a najviše 10 pakovanja odnosno jedinice	1

⁴ Veličina zelene salate te batavijske endivije kovrčavih i širokih listova kakve se pojavljuju na tržištu opisana je u Uredbi Komisije (EZ-a) br. 1543/2001 od 27. srpnja 2001., kojom se propisuju norme za stavljanje na tržište zelenih salata te batavijske endivije kovrčavih i širokih listova (SL L 203, 28.7.2001., str. 9) s posljednjim izmjenama i dopunama iz Uredbe Komisije (EZ-a) br. 6/2005 od 4. siječnja 2005. (SL L 2, 5.1.2005., str. 3).

Svaka serija odnosno podserija čija se sukladnost provjerava uzrokuje se zasebno. Međutim, ako bi ovakva metoda uzorkovanja dovela do tržišno neprihvatljivih posljedica proizišlih iz oštećenja serije (zbog oblika pakovanja, prijevoza itd.), tada se može primijeniti druga metoda uzorkovanja, pod uvjetom da i ona osigurava dovoljnu reprezentativnost skupnog uzorka uzetog iz serije te da je takva metoda potpuno opisana i dokumentirana u zapisniku iz točke 1.7 ovoga Priloga. Mjesto uzorkovanja najbolje je odabrati nasumce. Ako je to fizički neizvedivo, zbog nedostupnosti uzorka, tada valja nasumce odabrati mjesto za uzorkovanje s dijelova serije koji su dohvatljivi.

2.3 Uzorkovanje iz maloprodaje

Uzorkovanje namirnica u maloprodaje provodi se sukladno točki 2.2. ovoga Priloga.

Kada navedena metoda uzorkovanja nije primjenjiva, primjenjuje se druga metoda uzorkovanja pod uvjetom da i ona osigurava dovoljnu reprezentativnost skupnog uzorka uzetog iz serije te da je takva metoda potpuno opisana i dokumentirana. u zapisniku iz točke 1.7. ovoga Priloga.

Kad je serija koja se uzorkuje toliko malena da je nemoguće dobiti skupni uzorak mase 1 kg, skupni uzorak može težiti i manje. Zbirni uzorak prerađene hrana na bazi žitarica i hrana za dojenčad i malu djecu, može biti 0,5 kg.

PRILOG II.

PRIPRAVA UZORAKA I ANALIZE ZA SLUŽBENU KONTROLU KOLIČINE NITRATA U HRANI

Potrebno je odrediti i pridržavati se općih kriterija koje analitička metoda mora zadovoljiti, kako bi se osiguralo da kontrolni laboratoriji koriste podjednako uspješne analitičke metode.

1. PRIPRAVA UZORKA

Uzorci svježih plodova, moraju se za analizu pripremiti unutar 24 sata od njihovog uzorkovanja. Kada to nije moguće uzorak se mora zamrznuti i čuvati zamrznut, ali ne dulje od 6 tjedana.

Zemlja, jako zaprljani, oštećeni i nejestivi listovi moraju se ukloniti sa svake uzorkovane biljke. Pranje uzoraka nije dozvoljeno jer se pranjem može smanjiti količina nitrata.

Cijeli uzorak se homogenizira, uz mogući dodatak poznate količine vode. Ovisno o veličini uređaja za usitnjavanje, može se homogenizirati jedan ili više uzoraka. Mljevenje se može pospješiti zamrzavanjem i usitnjavanjem uzoraka prije homogenizacije. Svakako se mora pokazati da je postupak doveo do potpune homogenizacije uzorka. Potpuna homogenizacija je bitna za što bolju ekstrakciju i iskorištenje nitrata. Svi uzorci bez obzira da li su uzorkovani na polju ili u maloprodaji obrađuju se na opisani način.

Za analizu se uzima jedan ili više uzoraka iz homogeniziranog uzorka.

2. ANALITIČKA METODA, IZVJEŠTAVANJE O REZULTATIMA ANALIZE I UVJETI POTREBNI ZA LABORATORIJSKU KONTROLU

2.1. Definicije

Za potrebe ovoga Priloga primjenjuju se sljedeće definicije:

r = ponovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike dvaju rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima (isti uzorak, isti ispitivač, isti instrument, isti laboratorij i kratki vremenski razmak) uz vjerojatnost od 95% se očekuje da bude manja od r (tj. $|x_1 - x_2| < r$), gdje je

$$r = 2,8 \times sr.$$

sr = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima.

RSD_r = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u ponovljivim uvjetima

$$RSD_r = \frac{s_r}{x} \times 100$$

R = obnovljivost, za apsolutnu vrijednost razlike između pojedinačnih rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima (na istome materijalu koji dobiju ispitivači u različitim laboratorijima koristeći standardizirane ispitne metode) uz vjerojatnost od 95 % se očekuje da bude manja od R , gdje je:

$$R = 2,8 \times sR.$$

sR = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima.

RSD_R = relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100$$

2.2. Opći uvjeti

Analitičke metode koje se koriste za potrebe ovog Pravilnika moraju biti sukladne odredbama iz Priloga II. točki 1. i 2. Pravilnika o službenim kontrolama koje se provode radi verifikacije postupanja u skladu s odredbama propisa o hrani i hrani za životinje, te propisa o zdravlju životinja.

2.3. Posebni uvjeti

2.3.1 Postupak ekstrakcije

Posebnu pozornost treba obratiti u primjeni postupka ekstrakcije. Metode ekstrakcija vrućom vodom, odnosno sa smjesom metanola i vode (u omjeru 30:70) jamče djelotvornu ekstrakciju nitrata. Ekstrakcija hladnom vodom koristi se samo ako je uzorak za analizu prije ekstrakcije bio zamrznut.

2.3.2 Izvedbeni kriteriji

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

Kriterij	Raspon koncentracija	Preporučena vrijednost	Najveća dopuštena vrijednost
Iskorištenje	< 500 mg/kg	60-120 %	
	≥ 500 mg/kg	90-110 %	
Preciznost RSD_r	Svi	vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe	2 x vrijednost dobivena s pomoću Horwitzove jednadžbe
Preciznost RSD_r može se izračunati kao 0,66 puta preciznost RSD_R za relativnu koncentraciju ($RSD_r = 0,66 \times RSD_R$)			

Napomene vezane uz izvedbene kriterije

Rasponi koncentracija se ne navode, budući se preciznost izračunava za relevantne koncentracije.

preciznost se izračunava s pomoću Horwitzove jednadžbe, tj.:

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

gdje je:

RSD_R relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih u obnovljivim uvjetima

$$RSD_R = \frac{s_R}{\bar{x}} \times 100$$

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

2.4. Ispitni izvještaj, procjena mjerne nesigurnosti i izračun iskorištenja

Rezultat analize iskazuje se kao korigirani odnosno nekorigirani za iskorištenje. Ako je rezultat korigiran, mora se navesti % iskorištenja. Za provjeru sukladnosti iz članka 4. ovoga Pravilnika koriste se rezultati analize korigirani za iskorištenje.

Rezultati analize prikazuju se kao $x \pm U$, gdje je x rezultat analize, a U je proširena mjerna

nesigurnost uz faktor pokrivanja 2, čime se dobiva razina 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.