

386.

Na osnovu člana 67 stav 6 Zakona o bezbjednosti hrane ("Službeni list CG", broj 57/15), Ministarstvo poljoprivrede i ruralnog razvoja donijelo je

P R A V I L N I K **O NAČINU UZIMANJA UZORAKA HRANE I METODAMA LABORATORIJSKIH** **ISPITIVANJA KONTAMINENATA U HRANI***

Predmet

Član 1

Ovim pravilnikom propisuje se način uzimanja uzoraka hrane, metode za laboratorijska ispitivanja i način praćenja kontaminenata u hrani.

Značenje izraza

Član 2

Izrazi upotrijebljeni u ovom pravilniku imaju sljedeća značenja:

- 1) **proizvodna serija** je određena količina hrane koja ima zajedničke osobine: porijeklo, vrstu, način pakovanja, pravno lice koje pakuje proizvod, pošiljaoca ili veličinu, u slučaju ribe;
- 2) **proizvodna podserija** je određeni, označeni dio veće serije iz kojeg će se uzimati uzorci za ispitivanje, s tim da svaka podserija treba da je prepoznatljiva i fizički odvojena od ostalih podserija;
- 3) **pojedinačni uzorak** je količina hrane uzeta sa jednog mjesta u seriji ili podseriji;
- 4) **zbirni uzorak** je uzorak koji je sastavljen od svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije ili podserije i predstavlja reprezentativni uzorak;
- 5) **laboratorijski uzorak** je uzorak koji je dostavljen za laboratorijska ispitivanja.

Uzimanje i laboratorijsko ispitivanje uzoraka

Član 3

Uzorci hrane za ispitivanje kontaminenata u hrani i metode laboratorijskih ispitivanja kontaminenata u hrani vrše se na način dat u Prilogu koji je sastavni dio ovog pravilnika.

Stupanje na snagu

Član 4

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmog dana od dana objavljivanja u "Službenom listu Crne Gore".

* U ovaj pravilnik prenijete su odredbe Regulative (EZ) broj 333/2007 od 28. marta 2007. o metodama za uzimanje uzoraka i metodama za laboratorijska ispitivanja nivoa elemenata u tragovima i procesnih kontaminenata u hrani.

Broj: 323-17/17-4

Podgorica, 20. marta 2017. godine

Ministar,
mr **Milutin Simović**, s.r.

NAČIN UZIMANJA UZORAKA I METODE ZA LABORATORIJSKA ISPITIVANJA UZORAKA HRANE NA PRISUSTVO KONTAMINENATA**Uzimanje uzoraka
Dio I**

1. Uzorci hrane za službenu kontrolu nivoa kontaminenata (olova, kadmijuma, žive, neorganskog kalaja i neorganskog arsena, 3-MCPD-a i policikličkih aromatičnih ugljo-vodonika-PAH) uzimaju se na način utvrđen ovim prilogom.
2. Uzroci se uzimaju iz svake serije ili podserije i laboratorijski ispituju pojedinačno.
3. Prilikom uzimanja uzoraka preduzimaju se mjere zaštite od nastanka bilo kakvih promjena koje bi mogle uticati na prisutnost kontaminenata u hrani i koje bi mogle štetno uticati na laboratorijsko ispitivanje ili promjene zbirnog uzorka.
4. Pojedinačni uzorci se uzimaju na različitim mjestima u čitavoj seriji ili podseriji, ukoliko je to moguće.
5. Zbirni uzorak se priprema tako što se objedine pojedinačni uzorci.
6. Kontrolni uzorci i uzorci za superanalizu uzimaju se iz homogenizovanog zbirnog uzorka u skladu sa propisanim zahtjevima utvrđenim zakonom.
7. Svaki uzeti uzorak stavlja se u čistu, inertnu posudu/kesu/kontejner koji pruža odgovarajuću zaštitu od kontaminacije, gubitka analita apsorpcijom sa unutrašnjih zidova posude/kese/kontejnera i od oštećenja tokom prenosa i/ili transporta uz preduzimanje potrebnih mjera zaštite kako bi se izbjegla promjena sastava uzorka koja može nastati za vrijeme transporta ili skladištenja uzorka.
U slučaju uzimanja uzoraka za laboratorijska ispitivanja PAH-a treba izbjegavati plastične posude, ako je moguće, jer mogu izmijeniti sadržaj PAH-a u uzorku, a po pravilu treba koristiti inertne posude od stakla bez PAH-a, koje štite uzorak od svjetlosti na odgovarajući način, a ukoliko nije moguće korišćenje inertnih posuda od stakla treba izbjegavati direktan kontakt uzorka sa plastikom (u slučaju tvrdih uzoraka umotavanjem uzorka u aluminijumsku foliju prije stavljanja u posudu za uzorke).
8. Svaki uzorak koji se uzima za službenu kontrolu treba da se označi i plombira na mjestu uzimanja uzoraka, a o svakom uzetom uzorku sačinjava se zapisnik koji sadrži podatke na osnovu kojih se može utvrditi serija i podserija (broj serije/podserije), datum i mjesto uzimanja uzoraka sa dodatnim podacima koji mogu biti od koristi pri laboratorijskom ispitivanju.

**Način uzimanja uzorka
Dio II**

1. Velike serije se dijele na podserije pod uslovom da se podserije mogu fizički odvojiti.
Za proizvode koji se stavljaju u promet u rasutom stanju (žitarice) podjela se vrši u skladu sa tabelom 1 ovog dijela, a za ostale, podjela velike serije na podserije vrši se u skladu sa tabelom 2.
Ukoliko ukupna serija ne predstavlja tačan zbir ukupnih podserija, količina podserije može prelaziti tu količinu za najviše 20 %.
2. Zbirni uzorak treba da je najmanje 1 kg ili 1 l, a ako to nije moguće, kada se uzorak sastoji od jednog pakovanja ili jedne jedinica, najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se mora uzeti iz serije ili podserije dat je u tabeli 3 ovog dijela.
U slučaju da se radi o tečnim proizvodima u rasutom stanju, serija ili podserija moraju se dobro promiješati ručno ili pomoću mehaničkih uređaja radi ravnomjernog rasporeda kontaminenata kroz cijelu seriju ili podseriju.
Za zbirni uzorak treba uzeti tri pojedinačna uzorka iz serije ili podserije.
Pojedinačni uzorci treba da budu iste mase/zapremine, a masa/zapremina pojedinačnog uzorka ne smije biti manja od 100g ili 10ml, tako da masa zbirnog uzorka bude najmanje 1kg ili 1l.

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

Masa serije (tona)	Masa ili broj podserija
≥ 1500	500 tona
> 300 i < 1500	3 podserije
≥ 100 i ≤ 300	100 tona
< 100	—

Tabela 2: Podjela serija na podserije za ostale proizvode

Masa serije (tona)	Masa ili broj podserija
≥ 15	15-30 tona
< 15	—

Tabela3. Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz podserije ili serije

Masa ili volumen serije/podserije (u kg ili litrama)	Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti
< 50	3
≥ 50 ≤ 500	5
> 500	10

Ako se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica, broj pakovanja ili jedinica uzima se u skladu sa tabelom 4 ovog dijela.

Tabela 4. Broj pakovanja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzorkuju za zbirni uzorak kada se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakovanja ili jedinica

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

Maksimalno dozvoljene količine za neorganski kalaj, primjenjuju se na sadržaj svake limenke, a uzorci se uzimaju kao zbirni uzorci.

Kada se laboratorijskim ispitivanjima zbirnog uzorka limenki utvrdi da je neorganski kalaj blizu maksimalno dozvoljene količine i ako se posumnja da pojedine limenke mogu prelaziti maksimalno dozvoljenu količinu, vrše se dalja ispitivanja.

Ako nije moguće uzorkovanje zbog neprihvatljivih komercijalnih posljedica (zbog oblika pakovanja, oštećenja u seriji) uzorkovanje se može vršiti alternativnom metodom koja je reprezentativna i dokumentovana, za uzorkovanu seriju ili podseriju.

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

4. Uzimanje uzoraka hrane u objektima za prodaju na malo vrši se, kada je to moguće, u skladu sa tačkom 2 ovog dijela.

Ukoliko nije moguće sprovesti uzimanje uzoraka u skladu tačkom 2 ovog dijela zbog nastupanja mogućih komercijalnih šteta (npr: zbog oblika pakovanja, oštećenja u seriji) uzimanje uzoraka može se vršiti alternativnom metodom koja je reprezentativna i dokumentovana, za uzorkovanu seriju ili podseriju.

5. Laboratorije koje vrše ispitivanja hrane na prisustvo kontaminanata 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/OAC-a.

Pripremanje uzoraka Dio III

1. Laboratorisko ispitivanje hrane vrši se na reprezentativnom i homogeneom uzorku uz preduzimanje zaštitnih mjera za sprečavanje naknadne kontaminacije.

2. Laboratorija za vrijeme pripremanja uzorka treba da obezbijedi zaštitu uzorka od kontaminacije, a uređaji i oprema koji dolaze u kontakt sa uzorkom ne smiju da sadrže metale čija se prisutnost utvrđuje i moraju biti izgrađeni od inertnih materijala (plastike-polipropilena, politetrafluoretilena (PTFE)) i očišćeni kiselinom radi smanjenja opasnosti od kontaminacije, a za rezanje krajeva može se upotrijebiti visokokvalitetni nerđajući čelik.

Za pripremanje uzorka koji se mogu koristiti za ispitivanja primjenjuju se postupci CEN „Hrana: Određivanje elemenata i njihove hemijske vrste i Opšta načela i posebni zahtjevi” ili druge metode, a u slučaju neorganskog kalaja, potrebno je sav materijal unijeti u rastvor zbog hidrolize netopivog oblika Sn(IV) Kalaj-oksida.

3. Zaštita uzoraka od kontaminacije tokom pripremanja uzoraka za laboratorijsko ispitivanje, obezbjeđuje se 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 politetrafluoroeten (PTFE), treba izbjegavati budući da analit može da adsorbuje na te materijale.

Za laboratorijsko ispitivanje policikličkih aromatičnih ugljo-vodonika u kakau i proizvoda dobijenih od kakaoa, utvrđivanje sadržaja masti vrši se u skladu sa metodom AOAC 963.15, a za utvrđivanje sadržaja masti u kakau u zrnu 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.

4. Kompletan zbirni uzorak se melje na sitno (kad je to primjenljivo) i detaljno se izmiješa postupkom kojim se dokazano postiže potpuna homogenizacija.

5. Kontrolni uzorak i uzorak za superanalizu uzimaju se iz homogenizovanog materijala u skladu sa zakonom.

Metode laboratorijskih ispitivanja Dio IV

1. Za laboratorijska ispitivanja količine neorganskog kalaja primjenjuju se 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.

Za laboratorijska ispitivanja neorganskog arsena primjenjuju se metode za laboratorijsko ispitivanje ukupnog arsena, a ako je ukupna koncentracija arsena ispod maksimalno dozvoljene količine za neorganski arsen, ne vrše se dodatna laboratorijska ispitivanja i smatra se da je uzorak u skladu sa maksimalno dozvoljenom količinom za neorganski arsen, a ako je ukupna koncentracija arsena u dozvoljenim količinama za anorganski arsen ili iznad nje, vrše se dodatna laboratorijska ispitivanja.

2. Kada nije propisana metoda za određivanje kontaminanata u hrani, laboratorije mogu odabrati bilo koju validovanu metodu za laboratorijsko ispitivanje određenog kontaminanta pod uslovom da ta metoda ispunjava kriterijume iz tab. 5, 6 i 7 ovog dijela.

Tabela 5

Parametar	Kriterijum			
Primjenljivost	Hrana utvrđena Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani ("Službeni list CG", broj 48/16)			
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice			
Ponovljivost (RSD _r)	HORRAT _r manje od 2			
Obnovljivost (RSD _R)	HORRAT _R manje od 2			
Iskorišćenje	Primjenjuju se odredbe tačke 2 Dijela V			
LOD	= tri desetine LOQ-a			
LOQ	neorganski kalaj	≤ 10 mg/kg		
	Olovo	ML ≤ 0,01 mg/kg	0,01 < ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dvije trećine ML-a	≤ dvije petine ML-a
	Kadmijum, živa, neorganski arsen	ML je < 0,100 mg/kg		ML je ≥ 0,100 mg/kg
		≤ dvije petine ML-a		≤ jedna petina ML-a

Tabela 6.

Parametar	Kriterijum
Primjenljivost	Hrana utvrđena Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminenata u hrani ("Službeni list CG", broj 48/16)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice
Terenski slijepa proba	Manje od granice detekcije
Ponovljivost (RSD _r)	0,66 puta RSD _r kako je dobijena iz (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Obnovljivost (RSD _R)	Dobijena iz (izmijenjene) Horwitzove jednačine
Iskorišćenje	75-110 %
Granica detekcije	≤ 5 µg/kg (izraženo na suhu materiju)
Granica kvantifikacije	≤ 10 µg/kg (izraženo na suhu materiju)

3. Četiri policiklična aromatična ugljo-vodonika 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 ("Službeni list CG", broj 48/16)
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili uticaja matrice, provjera pozitivne detekcije
Ponovljivost (RSD _r)	HORRAT _r vrijednosti manje od 2
Obnovljivost (RSD _R)	HORRAT _R vrijednosti manje od 2
Iskorišćenje	50-120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg za svaku od četiri supstance
LOQ	≤ 0,90 µg/kg za svaku od četiri supstance

4. Horwitzova jednačina (za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) i izmijenjena Horwitzova jednačina (za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$) su generalizovane jednačine za preciznost koje su nezavisne od analita i matriksa i zavise isključivo od koncentracije za sve rutinske metode laboratorijskih ispitivanja.

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

RSD_R = 22 % u kojoj je:

— RSD_R relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih u uslovima obnovljivosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C odnos koncentracije (tj. 1 = 100 g/100g, 0,001 = 1 000mg/kg). Izmijenjena Horwitzova jednačina primjenjuje se za koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

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

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)} \text{ u kojoj je:}$$

— RSD_R relativna standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih u uslovima obnovljivosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C omjer koncentracije (tj. $1 = 100 \text{ g}/100\text{g}$, $0,001 = 1 \text{ 000mg}/\text{kg}$). Izmijenjena Horwitzova jednačina primjenjuje se za koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

5. Za interno validovane metode, „pristup primjerenosti za primjenu“, može se koristiti kao alternativa za procjenu njihove primjerenosti za službenu kontrolu, a metode koje odgovaraju za službenu kontrolu treba da daju rezultate sa kombinovanom standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od maksimalne standardne mjerne nesigurnosti izračunate pomoću formule:

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

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 iz tačke 3 ovog dijela za relevantnu koncentraciju;
- C relevantna koncentracija ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- α brojčani faktor koji se koristi u zavisnosti od vrijednosti C a vrijednosti koje se koriste date su u tabeli 8.

Tabela 8: Brojčane vrijednosti koje se upotrebljavaju za α kao konstantu u formuli za relevantnu koncentraciju

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

Napomena:

“ 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 $r = 2,8 \times sr$;

“ s_r ” = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih pod uslovima ponovljivosti;

“ $RSDr$ ” - relativno standardna devijacija izračunata iz rezultata dobijenih pod uslovima ponovljivosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$;

“ R ” -obnovljivost, vrijednost ispod koje se može, sa određenom vjerovatnoćom (obično 95 %), očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova izvršenih u uslovima obnovljivosti (npr: na identičnom materijalu koji su izvođači dobili koristeći standardizovanu metodu za testiranje u različitim laboratorijima.); $R = 2,8 \times sR$;

“ sR ” =standardna devijacija, izračunava se iz rezultata dobijenih pod uslovima obnovljivosti;

“ RSD_R ” -relativna standardna devijacija koje se izračunava iz rezultata dobijenih pod uslovima obnovljivosti $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$;

“ LOD ” - granica detekcije, najmanji izmjereni sadržaj iz kojeg se sa opravdanom statističkom sigurnošću može utvrditi prisutnost analita. Brojčano je granica detekcije istovrijedna trostruko standardnoj devijaciji srednje vrijednosti dobijene slijepim probama ($n > 20$);

“ LOQ ” -granica kvantifikacije, najmanji sadržaj analita koji se može izmjeriti sa opravdanom statističkom sigurnošću. Ako su tačnost i preciznost stalno u području raspona oko granice detekcije, granica kvantifikacije brojčano je istovrijedna deseterostruko standardnoj devijaciji od srednje vrijednosti dobijene slijepim probama matrice ($n \geq 20$);

“ $HORRAT$ ” -dobijena vrijednost $RSDr$ podijeljena sa vrijednošću $RSDr$ koja je dobijena na osnovu Horwitzove jednačine (izmijenjene) (vidjeti tačku 3 ovog dijela („Napomene uz kriterijume za izvođenje”)) koristeći pretpostavku $r = 0,66 R$.

“ $HORRAT_R$ ” -dobijena vrijednost RSD_R podijeljena sa vrijednošću RSD_R koja je dobijena na osnovu Horwitzove jednačine (izmijenjene) (vidjeti tačku („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_f ” -najviša standardna mjerna nesigurnost.

Izvještavanje i interpretacija rezultata

Dio V

1. Rezultati o izvršenim laboratorijskim ispitivanjima izražavaju se u jedinicama i decimalama u skladu sa skladu sa Uredbom o maksimalno dozvoljenim količinama kontaminanata u hrani.
2. Ako se u laboratorijskoj metodi primjenjuje postupak ekstrakcije, laboratorijski rezultat treba ispraviti radi iskorišćenja, a u izvještaju se navode podaci o nivou iskorišćenja.

U slučaju da se u laboratorijskoj metodi ne primjenjuje postupak ekstrakcija (kod metala), rezultat se može izraziti bez korekcije za iskorišćenje ako je pravilnom upotrebom dokazano da je dobijena sertifikovana koncentracija unutar granica mjerne nesigurnosti (velika tačnost mjerenja), a u izvještaju se navode rezultati izraženi bez korekcije za iskorišćenje.

3. Rezultat laboratorijskog ispitivanja izražava se kao $x \pm U$, pri čemu x označava laboratorijski rezultat, a u je proširena mjerna nesigurnost, ako se koristi faktor pokrivanja 2, što daje nivo pouzdanosti od približno 95 % ($U = 2u$).