

Ovaj je tekst namijenjen isključivo dokumentiranju i nema pravni učinak. Institucije Unije nisu odgovorne za njegov sadržaj. Vjerodostojne inačice relevantnih akata, uključujući njihove preambule, one su koje su objavljene u Službenom listu Europske unije i dostupne u EUR-Lexu. Tim službenim tekstovima može se izravno pristupiti putem poveznica sadržanih u ovom dokumentu.

► **B**

► **M2** UREDBA KOMISIJE (EZ) br. 333/2007

od 28. ožujka 2007.

o metodama uzorkovanja i analitičkim metodama za kontrolu razina elemenata u tragovima i procesnih kontaminanata u hrani ◀

(Tekst značajan za EGP)

(SL L 88, 29.3.2007., str. 29.)

Koju je izmijenila:

		Službeni list		
		br.	stranica	datum
► <b><u>M1</u></b>	Uredba Komisije (EU) br. 836/2011 od 19. kolovoza 2011.	L 215	9	20.8.2011.
► <b><u>M2</u></b>	Uredba Komisije (EU) 2016/582 od 15. travnja 2016.	L 101	3	16.4.2016.
► <b><u>M3</u></b>	Provedbena uredba Komisije (EU) 2019/2093 od 29. studenoga 2019.	L 317	96	9.12.2019.
► <b><u>M4</u></b>	Provedbena uredba Komisije (EU) 2021/705 od 28. travnja 2021.	L 146	73	29.4.2021.
► <b><u>M5</u></b>	Provedbena uredba Komisije (EU) 2022/685 od 28. travnja 2022.	L 126	14	29.4.2022.
► <b><u>M6</u></b>	Provedbena uredba Komisije (EU) 2022/2418 od 9. prosinca 2022.	L 318	4	12.12.2022.

▼ B

▼ M2

**UREDBA KOMISIJE (EZ) br. 333/2007**

**od 28. ožujka 2007.**

**o metodama uzorkovanja i analitičkim metodama za kontrolu razina elemenata u tragovima i procesnih kontaminanata u hrani**

▼ B

(Tekst značajan za EGP)

*Članak 1.*

▼ M3

1. Uzorkovanje i analiza za kontrolu razina olova, kadmija, žive, anorganskog kositra, anorganskog arsena, 3-monoklorpropan-1,2-diola (3-MCPD), estera masnih kiselina 3-MCPD-a, glicidil estera masnih kiselina, policikličkih aromatskih ugljikovodika i perklorata navedenih u odjeljcima 3., 4., 6. i 9. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006 i za kontrolu razina akrilamida u skladu s Uredbom Komisije (EU) 2017/2158 <sup>(1)</sup> provode se u skladu s Prilogom ovoj Uredbi.

▼ B

2. Primjenom stavka 1. ne dovode se u pitanje odredbe Uredbe (EZ) br. 882/2004.

*Članak 2.*

Ovim su direktive 2001/22/EZ, 2004/16/EZ i 2005/10/EZ stavljanje izvan snage.

Upućivanje na direktive stavljene izvan snage smatra se upućivanjem na ovu Uredbu.

*Članak 3.*

Ova Uredba stupa na snagu dvadesetog dana od dana njezine objave u *Službenom listu Europske unije*.

Primjenjuje se od 1. lipnja 2007.

Ova je Uredba u cijelosti obvezujuća i izravno se primjenjuje u svim državama članicama.

<sup>(1)</sup> Uredba Komisije (EU) 2017/2158 od 20. studenoga 2017. o uspostavi mjera za ublažavanje učinaka i razina referentnih vrijednosti radi smanjenja prisutnosti akrilamida u hrani (SL L 304, 21.11.2017., str. 24.).

**▼ B***PRILOG*

## DIO A

**DEFINICIJE**

Za potrebe ovog Priloga primjenjuju se sljedeće definicije:

**▼ M5**

„proizvodna serija“: prepoznatljiva količina odjednom dostavljene hrane za koju je službena osoba utvrdila da ima zajednička svojstva (poput podrijetla, sorte, vrste, područja, vrste pakiranja, izvođača pakiranja, pošiljatelja ili oznake);

**▼ B**

„proizvodna podserija“: označeni dio veće serije na kojemu će se primijeniti metoda uzorkovanja. Svaka pojedina podserija mora biti prepoznatljiva i treba je fizički odvojiti od ostalih;

„pojedinačni uzorak“: količina materijala uzetog s jednog mjesta u seriji ili podseriji;

„skupni uzorak“: sastavljen je od svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije ili podserije; skupni uzorci smatraju se reprezentativnima za serije ili podserije iz kojih su uzeti;

„laboratorijski uzorak“: uzorak namijenjen laboratorijskoj analizi;

**▼ M5**

„usporediva veličina ili masa“: razlika u veličini ili masi ne premašuje 50 %.

**▼ B**

## DIO B

**METODE UZORKOVANJA****B.1. OPĆE ODREDBE****B.1.1. Osoblje**

Uzorkovanje obavlja ovlaštena osoba koju je odredila država članica.

**B.1.2. Materijal za uzorkovanje**

Svaka serija ili podserija koja se ispituje uzorkuje se zasebno.

**B.1.3. Mjere opreza**

Za vrijeme uzorkovanja poduzimaju se mjere opreza kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi mogle utjecati na razine kontaminata, štetno utjecale na postupak analitičkog utvrđivanja ili bi zbog njih skupni uzorci postali nereprezentativni.

**B.1.4. Pojedinačni uzorci**

Koliko je to moguće, pojedinačni se uzorci uzimaju na različitim mjestima u čitavoj seriji ili podseriji.

Odstupanje od tog postupka unosi se u zapisnik iz točke B.1.8. ovog Priloga.

**B.1.5. Priprema skupnog uzorka**

Skupni uzorak izrađuje se objedinjavanjem pojedinačnih uzoraka.

**▼ B****B.1.6. Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže**

Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže uzimaju se iz homogeniziranog skupnog uzorka, osim ako je to suprotno pravilima država članica u vezi s pravima subjekt u poslovanju s hranom.

**B.1.7. Pakiranje i prijenos uzoraka**

Svaki uzorak stavlja se u čist, inertan spremnik koji pruža odgovarajuću zaštitu od onečišćenja, gubitka analita adsorpcijom s unutrašnjih stijenki spremnika te od oštećenja tijekom prijenosa. Poduzimaju se sve potrebne mjere opreza kako bi se izbjegla promjena sastava uzorka koja bi mogla nastati za vrijeme prijevoza ili skladištenja.

**▼ M1**

U slučaju uzorkovanja za analizu PAH-a potrebno je izbjegavati plastične spremnike, ako je moguće, jer mogu izmijeniti sadržaj PAH-a u uzorku. Potrebno je koristiti, ako je moguće, inertne posude od stakla bez PAH, koje odgovarajuće štite uzorak od svjetla. Kad je to praktički nemoguće, potrebno je izbjegavati barem direktan kontakt uzorka s plastikom, npr. u slučaju tvrdih uzoraka zamatanjem uzorka u aluminijsku foliju prije stavljanja u spremnik za uzorke.

**▼ B****B.1.8. Pečaćenje i označivanje uzoraka**

Svaki uzorak koji se uzima za službene potrebe pečati se i identificira na mjestu uzorkovanja u skladu s propisima država članica.

O svakom uzorkovanju vodi se evidencija koja omogućava nedvojbeno prepoznavanje svake serije i podserije (navodi se uputa na broj serije) i u kojemu se navode datum i mjesto uzorkovanja zajedno sa svim dodatnim podacima koji bi analitičaru mogli biti od pomoći.

**▼ M1****B.2. PLANOVI UZORKOVANJA****B.2.1. Podjela serije u podserije**

Velike se serije dijele na podserije pod uvjetom da se podserije mogu fizički odvojiti. Za proizvode koji se u prometu nalaze u velikim rasutim pošiljkama (npr. žitarice) primjenjuje se tablica 1. Za ostale proizvode primjenjuje se tablica 2. Uzimajući u obzir da masa serije nije uvijek točan umnožak mase podserija, masa podserije može prelaziti navedenu masu za najviše 20 %.

**▼ M4****B.2.2. Broj pojedinačnih uzoraka**

Za hranu, osim dodataka prehrani, sušenih začina ili začinskog bilja, sušenih gljiva, algi ili lišajeva, skupni uzorak mora težiti najmanje 1 kilogram ili 1 litru, osim ako to nije moguće, npr. ako se uzorak sastoji od jednog pakiranja ili jedinice.

Za dodatke prehrani, sušene začine ili začinsko bilje, sušene gljive, alge ili lišajeve skupni uzorak mora težiti najmanje 100 grama ili 100 mililitara.

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

▼ **M4**

Kada je riječ o tekućim proizvodima u rasutoj pošiljci, serija ili podserija moraju se neposredno prije uzorkovanja dobro promiješati ručno ili mehaničkim sredstvima u mjeri u kojoj je to moguće i ako to ne utječe na kvalitetu proizvoda. U tom se slučaju pretpostavlja da će se kontaminanti ravnomjerno rasporediti kroz cijelu seriju ili podseriju. Stoga se iz serije ili podserije koje čine skupni uzorak uzimaju tri pojedinačna uzorka.

Ako se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica, za hranu, osim dodataka prehrani, broj pakiranja ili jedinica (pojedinačni uzorci) koje treba uzeti za skupni uzorak mora biti u skladu s tablicom 4.a.

Pojedinačni uzorci moraju biti podjednake mase/volumena. Za hranu, osim dodataka prehrani, sušenih začina ili začinskog bilja, sušenih gljiva, algi ili lišajeva, masa/obujam pojedinačnog uzorka iznosi najmanje 100 grama ili 100 mililitara, tako da skupni uzorak teži najmanje oko 1 kilograma ili 1 litre.

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

Najveće dopuštene količine za anorganski kositar primjenjuju se na sadržaj svake limenke, ali zbog praktičnih razloga može se koristiti pristup skupnog uzimanja uzoraka. Ako je rezultat testa za skupni uzorak limenki manji od najveće dopuštene količine za anorganski kositar, ali joj je blizu, te ako se sumnja da pojedine limenke mogu prelaziti najveću dopuštenu količinu, provode se daljnja ispitivanja.

Za dodatke prehrani najmanji broj i veličina pojedinačnih uzoraka moraju biti u skladu s tablicom 4.b.

Ako zbog neprihvatljivih komercijalnih posljedica (npr. zbog oblika pakiranja, oštećenja serije itd.) nije moguće provesti metodu uzorkovanja iz točke B.2. ili ako je u praksi nemoguće primijeniti metodu uzorkovanja iz točke B.2., može se primijeniti alternativna metoda uzorkovanja pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cijelosti dokumentirana. To se unosi u zapisnik iz točke B.1.8.

Tablica 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
$< 100$	—

▼ **M4**

Tablica 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
$< 15$	—

Tablica 3.

**Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije ili podserije hrane, osim dodataka prehrani**

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

Tablica 4.a

**Broj pakiranja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzorkuju za skupni uzorak kad se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica hrane, osim dodataka prehrani**

Broj pakiranja ili jedinica u seriji/podseriji	Broj pakiranja ili jedinica koje treba uzeti
$\leq 25$	najmanje 1 pakiranje ili jedinica
26–100	oko 5 %, a najmanje 2 pakiranja ili jedinice
$> 100$	oko 5 %, a najviše 10 pakiranja ili jedinica

Tablica 4.b

**Najmanji broj i veličina pojedinačnih uzoraka za dodatke prehrani**

Veličina serije (broj pakiranja)	Broj pakiranja (pojedinačni uzorci) koja treba uzeti za uzorak	Veličina pojedinačnog uzorka
1–50	1	Cjelokupan sadržaj pakiranja
51–250	2	Cjelokupan sadržaj pakiranja
251–1 000	4	Iz svakog maloprodajnog pakiranja uzetog za uzorak polovica sadržaja pakiranja

▼ **M4**

Veličina serije (broj pakiranja)	Broj pakiranja (pojedinačni uzorci) koja treba uzeti za uzorak	Veličina pojedinačnog uzorka
> 1 000	4 + 1 pakiranje na 1 000 maloprodajnih pakiranja s najviše 25 maloprodajnih pakiranja	≤ 10 pakiranja: iz svakog maloprodajnog pakiranja, polovica sadržaja pakiranja > 10 pakiranja: iz svakog pakiranja uzima se jednaka količina kako bi se dobio uzorak koji odgovara sadržaju 5 pakiranja
Nepoznato (primjenjuje se samo za e-trgovinu)	1	Cjelokupan sadržaj pakiranja

▼ **M5**B.2.3. **Posebne odredbe za uzorkovanje serija koje sadržavaju cijele ribe usporedive veličine ili mase**

Broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije utvrđen je u tablici 3. Skupni uzorak koji objedinjuje sve pojedinačne uzorke ne smije biti lakši od 1 kilograma (vidjeti točku B.2.2.).

- Ako serija koja se uzorkuje sadržava sitnu ribu (riba čija je pojedinačna masa < 1 kilograma), kao pojedinačni uzorak za tvorbu skupnog uzorka uzima se cijela riba. Kada tako dobiveni skupni uzorak teži više od 3 kilograma, pojedinačni uzorci mogu se uzeti od središnjih dijelova ribe, ako svaki takav uzorak koji je dio skupnog uzorka teži najmanje 100 grama. Cijeli dio na koji se primjenjuju najveće dopuštene količine koristi se za homogenizaciju uzorka.

Sredina ribe je i njezino 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 sadržava veće ribe (masa svake ribe od ≥ 1 kilograma), pojedinačni se uzorak sastoji od središnjeg dijela ribe. Svaki pojedinačni uzorak teži najmanje 100 g.

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

Kod vrlo velikih riba (≥ 6 kilograma), pojedinačni uzorak uzima se s desne strane (gledano sprijeda) dorsolateralnog mišića iz središnjeg dijela ribe. Ako bi tako uzeti uzorak iz središnjeg dijela ribe prouzročio veliki trošak, dovoljna mogu biti tri pojedinačna uzorka, od kojih svaki ima najmanje 350 grama bez obzira na veličinu serije, ili se, alternativno, dovoljnima mogu smatrati tri pojedinačna uzorka od kojih svaki ima najmanje 350 grama iz jednagog dijela (175 grama) mišićnog mesa u blizini repnog dijela ribe i mišićnog mesa u blizini glave iste ribe, bez obzira na veličinu serije.

**▼ M5****B.2.4. Posebne odredbe za uzorkovanje serija riba koje se sastoje od cijelih riba različite veličine i/ili mase**

Za sastav uzorka primjenjuju se odredbe iz točke B.2.3.

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

Ako ne prevladava ni jedan određeni razred ili kategorija veličine ili mase, mora se osigurati 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”<sup>(1)</sup>.

**B.2.5. Posebne odredbe 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 peradi uzorkuju se jednake količine od najmanje tri životinje kako bi se dobio skupni uzorak od 1 kilograma. Za nusproizvode klanja peradi uzorkuju se jednake količine od najmanje tri životinje kako bi se dobio skupni 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.

**▼ M1****B.3. UZORKOVANJE U MALOPRODAJI**

Uzorkovanje prehrambenih proizvoda u maloprodaji provodi se kad je to moguće u skladu s odredbama o uzorkovanju iz točke B.2.2. ovog Priloga.

Kad nije moguće provesti metode uzorkovanja određene u točki B.2.2. zbog neprihvatljivih komercijalnih posljedica (npr. zbog oblika pakiranja, oštećenja u seriji itd.) ili kad je praktički nemoguće primijeniti gore navedenu metodu uzorkovanja, može se primijeniti alternativna metoda uzorkovanja pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u cijelosti dokumentirana.

**▼ B****DIO C****PRIPREMA UZORKA I ANALIZA****C.1. LABORATORIJSKI STANDARDI KVALITETE**

Laboratoriji moraju udovoljiti odredbama članka 12. Uredbe (EZ) br. 882/2004 ► **M1** ◀.

<sup>(1)</sup> <https://ec.europa.eu/food/safety/chemical-safety/contaminants/sampling-and-analysis>



**▼ B**

Laboratoriji moraju sudjelovati u odgovarajućim međulaboratorijskim programima za provjeru kvalitete rada koji udovoljavaju „Međunarodnom usklađenom protokolu za provjeru kvalitete rada (kemijskih) analitičkih laboratorija”<sup>(1)</sup>, koji je razvijen pod pokroviteljstvom IUPAC/ISO/AOAC-a.

Laboratoriji moraju dokazati kako raspolažu internim postupkom za kontrolu kakvoće. Za to kao primjeri služe „Smjernice ISO/AOAC/IUPAC-a o internoj kontroli kvalitete u analitičkim kemijskim laboratorijima”<sup>(2)</sup>.

Uvijek kad je moguće, točnost analize ocjenjuje se tako da se u analizu uključuje certificirani referentni materijali.

**C.2. PRIPREMA UZORKA****▼ M5****C.2.1. Mjere opreza i opća načela**

Temeljni zahtjev je pripremiti reprezentativni i homogen laboratorijski uzorak i izbjeći sekundarno onečišćenje.

Cijeli dio na koji se primjenjuju najveće dopuštene količine koristi se za homogenizaciju uzorka.

Za proizvode koji nisu riba, sav uzorkovani materijal koji je primio laboratorij upotrebljava se za pripremu laboratorijskog uzorka.

Za ribe se sav uzorkovani materijal koji je primio laboratorij homogenizira. Reprezentativni dio/količina homogeniziranog skupnog uzorka upotrebljava se za pripremu laboratorijskog uzorka.

Sukladnost s najvišim dopuštenim količinama propisanim Uredbom (EZ) br. 1881/2006 utvrđuje se na temelju razina utvrđenih u laboratorijskim uzorcima.

**▼ B****C.2.2. Posebni postupci za pripremu uzorka****▼ M2****C.2.2.1. Poseban postupak za olovo, kadmij, živu, anorganski kositar i anorganski arsen**

Analitičar mora osigurati zaštitu uzorka od onečišćenja za vrijeme pripreme uzorka. Kad je god moguće, uređaji i oprema koji dolaze u doticaj s uzorkom ne smiju sadržavati metale čija se prisutnost utvrđuje te moraju biti načinjeni od inertnih materijala, npr. plastike, poput polipropilena, politetrafluoretilena (PTFE) itd. Njih je potrebno očistiti kiselinom kako bi se umanjila opasnost od onečišćenja. Za rezanje rubova može se uporabiti visokokvalitetni nehrđajući čelik.

<sup>(1)</sup> „Međunarodni usuglašeni protokol za provjera kvalitete rada (kemijskih) analitičkih laboratorija”, autori M. Thompson, S.L.R. Ellison i R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006., 78, 145-96.

<sup>(2)</sup> Uredili M. Thompson i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995., 67, 649-666.

**▼ M2**

Postoji veći broj valjanih posebnih postupaka za pripremu uzorka koji se mogu koristiti za proizvode koji se razmatraju. Za aspekte koji nisu posebno obuhvaćeni ovom Uredbom, utvrđeno je da je norma CEN „Hrana. Određivanje elemenata i njihove kemijske vrste. Opća načela i posebni zahtjevi”<sup>(1)</sup> zadovoljavajuća, ali i druge metode pripreme uzorka jednako su valjane.

U slučaju anorganskog kositra, treba obratiti pozornost na to da se sav materijal unese u otopinu jer je poznato da često dolazi do gubitaka, posebno zbog hidrolize netopivog oblika Sn(IV) kositrova oksida.

**▼ M1****C.2.2.2. Posebni postupci za policikličke aromatske ugljikovodike**

Analitičar mora osigurati da ne dođe do kontaminacije uzoraka tijekom pripreme. Spremnici se moraju isprati acetonom ili heksanom visoke čistoće prije korištenja kako bi se rizik kontaminacije sveo na minimum. Kad god je moguće, aparatura i oprema koji dolaze u kontakt s uzorkom trebaju biti izrađeni od inertnih materijala, kao što je aluminij, staklo ili polirani nehrđajući čelik. Plastik kao što je polipropilen ili politetrafluoroetilen (PTFE) treba izbjegavati budući da analit može adsorbirati na te materijale.

**▼ M2**

Za analizu policikličkih aromatskih ugljikovodika u kakau i od njega dobivenim proizvodima, utvrđivanje udjela masti provodi se u skladu sa službenom metodom AOAC 963.15 za utvrđivanje udjela masti u kakau u zrnu i od njega dobivenim proizvodima. Moguće je primijeniti jednakovrijedan postupak utvrđivanja udjela masti za koji se može dokazati da se upotrijebljenim postupkom za utvrđivanje udjela masti dobiva jednaka (jednakovrijedna) vrijednost udjela masti.

**▼ B****C.2.3. Obrada uzorka po prispjeću u laboratorij**

Čitav skupni uzorak melje se na sitno (kad je to primjenljivo) i temeljito se izmiješa postupkom kojim se dokazano postiže potpuna homogenizacija.

**C.2.4. Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže**

Uzorci za provjeru ispunjavanja normi te za potrebe obrane i arbitraže uzimaju se iz homogeniziranog materijala, osim ako je to suprotno propisima država članica o uzorkovanju u vezi s pravima gospodarskog subjekta u poslovanju s hranom.

**C.3. ANALITIČKE METODE****C.3.1. Definicije**

Primjenjuju se sljedeće definicije:

„r” = ponovljivost, vrijednost ispod koje se može s određenom vjerojatnošću (obično 95 %) očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova provedenih u uvjetima ponovljivosti (npr. isti uzorak, isti izvođač, ista naprava, isti laboratorij i kratak vremenski razmak provedbe) te je otud  $r = 2,8 \times s_p$ .

<sup>(1)</sup> Norma EN 13804:2013, „Hrana. Određivanje elemenata i njihove kemijske vrste. Opća načela i posebni zahtjevi”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.

**▼ B**

- „ $s_r$ ” = standardna devijacija izračunata iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti.
- „ $RSD_r$ ” = relativno standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti  $[(s_r/\overline{x}) \times 100]$ .
- „ $R$ ” = obnovljivost, vrijednost ispod koje se može, s određenom vjerojatnošću (obično 95 %), očekivati da će iznositi apsolutna razlika između vrijednosti rezultata pojedinačnih testova provedenih u uvjetima obnovljivosti (npr. na identičnom materijalu koji su izvođači dobili koristeći standardiziranu metodu za testiranje u različitim laboratorijima.);  $R = 2,8 \times s_R$ .
- „ $s_R$ ” = standardna devijacija, izračunava se iz rezultata dobivenih pod uvjetima obnovljivosti.
- „ $RSD_R$ ” = relativna standardna devijacija koje se izračunava iz rezultata dobivenih pod uvjetima obnovljivosti  $[(s_R/\overline{x}) \times 100]$ .

**▼ M3**

- „LOD” = granica dokazivanja, najmanji izmjereni sadržaj iz kojeg se s opravdanom statističkom sigurnošću može dokazati prisutnost analita.
- „LOQ” = granica određivanja, najmanji sadržaj analita koji se može izmjeriti s opravdanom statističkom sigurnošću.

**▼ M1**

- „HORRAT <sup>(1)</sup>” = Primijećena vrijednost  $RSD_r$  podijeljena s vrijednošću  $RSD_r$  koja je dobivena na temelju Horwitzove jednadžbe <sup>(2)</sup> (izmijenjene) (vidjeti točku C.3.3.1. („Napomene uz izvedbene kriterije”)) koristeći pretpostavku  $r = 0,66 R$ .
- „HORRAT <sup>(3)</sup>” = Primijećena vrijednost  $RSD_R$  podijeljena s vrijednošću  $RSD_R$  koja je dobivena na temelju Horwitzove jednadžbe <sup>(4)</sup> (izmijenjene) (vidjeti točku C.3.3.1. („Napomene uz izvedbene kriterije”)).
- „ $u$ ” = Kombinirana standardna mjerna nesigurnost dobivena korištenjem pojedinačnih standardnih mjernih nesigurnosti povezanih s ulaznim količinama u modelu za mjerenje <sup>(5)</sup>.

<sup>(1)</sup> Horwitz W. e Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(2)</sup> Thompson, Analyst, 2000, str. 125. i 385.-386.

<sup>(3)</sup> Horwitz W. e Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(4)</sup> Thompson, Analyst, 2000, str. 125. i 385.-386.

<sup>(5)</sup> International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

**▼ B**

„U” = proširena mjerna nesigurnost, uz uporabu čimbenika pokrivanja 2, što daje razinu pouzdanosti od približno 95 % ( $U = 2u$ ).

„Uf” = najviša standardna mjerna nesigurnost.

**▼ M2****C.3.2. Opći zahtjevi**

Analiitičke metode koje se upotrebljavaju za potrebe kontrole hrane u skladu su s odredbama Priloga III. Uredbi (EZ) br. 882/2004.

Analiitičke metode za ukupni kositar primjerene su za kontrolu razina anorganskog kositra.

Za analizu olova u vinu primjenjuju se metode i pravila koje je utvrdio OIV<sup>(1)</sup>, u skladu s člankom 80. stavkom 5. Uredbe (EU) br. 1308/2013<sup>(2)</sup>.

Analiitičke metode za ukupni arsen primjerene su za potrebe testiranja za kontrolu razina anorganskog arsena. Ako je ukupna koncentracija arsena ispod najviše dopuštene razine za anorganski arsen, nije potrebno dodatno testiranje te se smatra da je uzorak u skladu s najvišom dopuštenom razinom za anorganski arsen. Ako je ukupna koncentracija arsena na najvišoj dopuštenoj razini za anorganski arsen ili iznad nje, provodi se dodatno testiranje kako bi se utvrdilo je li koncentracija anorganskog arsena iznad najviše dopuštene razine za anorganski arsen.

**▼ B****C.3.3. Posebni zahtjevi****▼ M1****C.3.3.1. Kriteriji izvedivosti**

Kada nije propisana specifična metoda za određivanje kontaminanata u hrani na razini Europske unije, laboratoriji mogu odabrati bilo koju validiranu metodu analize za određenu matricu pod uvjetom da odabrana metoda ispunjava specifične izvedbene kriterije iz tablica 5., 6. i 7.

Preporučljivo je da se potpuno validirane metode (tj. metode validirane međulaboratorijskim pokusima za odgovarajuću matricu) koriste kad je to primjereno i moguće. Druge odgovarajuće validirane metode (npr. unutarnje validirane metode za odgovarajuću matricu) se također mogu koristiti pod uvjetom da ispunjavaju izvedbene kriterije iz tablica 5., 6. i 7.

Kad je to moguće, validacija unutarnje validiranih metoda uključuje certificirani referentni materijal.

<sup>(1)</sup> Organisation internationale de la vigne et du vin.

<sup>(2)</sup> Uredba (EU) br. 1308/2013 Europskog parlamenta i Vijeća od 17. prosinca 2013. o uspostavljanju zajedničke organizacije tržišta poljoprivrednih proizvoda i stavljanju izvan snage uredbi Vijeća (EEZ) br. 922/72, (EEZ) br. 234/79, (EZ) br. 1037/2001 i (EZ) br. 1234/2007 (SL L 347, 20.12.2013., str. 671.).

▼ **M6**

- (a) Izvedbeni kriteriji za analitičke metode za olovo, kadmij, živu, anorganski kositar i anorganski arsen

Tablica 5.

Parametar	Kriterij			
Primjenjivost	Hrana navedena u Uredbi (EZ) br. 1881/2006			
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice			
Ponovljivost (RSD <sub>r</sub> )	HORRAT <sub>r</sub> manje od 2			
Obnovljivost (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> manje od 2			
Iskorištenje	Primjenjuju se odredbe točke D.1.2.			
LOD	= tri desetine LOQ-a			
LOQ	Anorganski kositar	≤ 10 mg/kg		
	Olovo	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dvije trećine ML-a	≤ jedna petina ML-a
	Kadmij, živa	ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML je ≥ 0,1 mg/kg
		≤ dvije petine ML-a	≤ dvije petine ML-a	≤ jedna petina ML-a
	Anorganski arsen i ukupni arsen	ML ≤ 0,03 mg/kg	0,03 < ML < 0,1 mg/kg	ML je ≥ 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ dvije trećine ML-a	≤ dvije trećine ML-a

▼ **M3**

- (b) Izvedbeni kriteriji za metode analize za 3-monoklorpropan-1,2-diol (3-MCPD), estere masnih kiselina 3-MCPD-a i glicidil estere masnih kiselina:

— izvedbeni kriteriji za metode analize za 3-MCPD u hrani navedenoj u točki 4.1. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006

Tablica 6.a

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u točki 4.1. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Terenske slijepe probe	Manje od LOD-a
Ponovljivost (RSD <sub>r</sub> )	0,66 × RSD <sub>R</sub> dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost (RSD <sub>R</sub> )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskorištenje	75 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	≤ 5 µg/kg (na osnovi suhe tvari)
Granica određivanja (LOQ)	≤ 10 µg/kg (na osnovi suhe tvari)

▼ M3

- izvedbeni kriteriji za metode analize za 3-MCPD u hrani navedenoj u točki 4.3. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006

Tablica 6.b

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u točki 4.3. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Terenske slijepo probe	Manje od LOD-a
Ponovljivost ( $RSD_t$ )	$0,66 \times RSD_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskorištenje	75 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	$\leq 7 \mu\text{g/kg}$
Granica određivanja (LOQ)	$\leq 14 \mu\text{g/kg}$

- izvedbeni kriteriji za metode analize za estere masnih kiselina 3-MCPD-a, izražene kao 3-MCPD, u hrani navedenoj u točki 4.3. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006

Tablica 6.c

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u točki 4.3. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Ponovljivost ( $RSD_t$ )	$0,66 \times RSD_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskorištenje	70 – 125 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točkama 4.3.1. i 4.3.2.	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ u uljima i mastima
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točkama 4.3.3. i 4.3.4. sa sadržajem masti < 40 %	$\leq$ dvije petine najveće dopuštene količine
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točki 4.3.4. sa sadržajem masti $\geq 40$ %	$\leq 15 \mu\text{g/kg}$ masti

- Izvedbeni kriteriji za metode analize glicidil estera masnih kiselina, izražene kao glicidol, u hrani iz točke 4.2. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006

▼ M3

Tablica 6.d

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u točki 4.2. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Ponovljivost ( $RSD_t$ )	$0,66 \times RSD_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskorištenje	70 – 125 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točkama 4.2.1. i 4.2.2.	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ u uljima i mastima
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točki 4.2.3. sa sadržajem masti < 65 % i u točki 4.2.4., sa sadržajem masti < 8 %	$\leq$ dvije petine najveće dopuštene količine
Granica određivanja (LOQ) za hranu navedenu u točki 4.2.3. sa sadržajem masti $\geq 65$ % i u točki 4.2.4. sa sadržajem masti $\geq 8$ %	$\leq 31 \mu\text{g/kg}$ masti

▼ M1

- (c) Izvedbeni kriteriji za metode analize za policikličke aromatske ugljikovodike:

Četiri policiklička aromatska ugljikovodika na koje se ovi kriteriji odnose su benzo(a)piren, benzo(a)antracen, benzo(b)fluoranten i krizen.

Tablica 7.

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Prehrambeni proizvodi navedeni u Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice, provjera pozitivne detekcije
Ponovljivost ( $RSD_t$ )	HORRAT <sub>t</sub> vrijednosti manje od 2
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	HORRAT <sub>R</sub> vrijednosti manje od 2
Iskorištenje	50-120 %
Granica detekcije	$\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$ za svaku od četiri tvari
granica kvantifikacije	$\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$ za svaku od četiri tvari

## ▼ M3

(d) Izvedbeni kriteriji za metode analize za akrilamid:

Tablica 8.

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Sve kategorije hrane
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Terenske slijepe probe	Manje od granice dokazivanja (LOD)
Ponovljivost ( $RSD_r$ )	$0,66 \times RSD_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
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 razine referentne vrijednosti, međutim, ne mora biti niža od $20 \mu\text{g/kg}$ Za hranu s razinom referentne vrijednosti $\geq 125 \mu\text{g/kg}$ : $\leq 50 \mu\text{g/kg}$

(e) Izvedbeni kriteriji za metode analize za perklorat:

Tablica 9.

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Sve kategorije hrane
Specifičnost	Bez spektralnih interferencija ili utjecaja matrice
Ponovljivost ( $RSD_r$ )	$0,66 \times RSD_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost ( $RSD_R$ )	dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskorištenje	70 – 110 %
Granica dokazivanja (LOD)	Tri desetine LOQ-a
Granica određivanja (LOQ)	$\leq$ dvije petine najveće dopuštene količine

(f) Napomene za izvedbene kriterije:

Horwitzova jednadžba <sup>(1)</sup> (za koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) i preinačena Horwitzova jednadžba <sup>(2)</sup> (za koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) generalizirane su jednadžbe preciznosti koje su neovisne o analitu i matrici te isključivo ovise o koncentraciji za većinu rutinskih metoda analize.

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

$$RSDR = 22 \%$$

<sup>(1)</sup> W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 63, 1980., 1344–1354.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, Analyst, 125, 2000., 385–386.



▼ **M3**

pri čemu je:

- $RSD_R$  relativna standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih uz uvjete obnovljivosti  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- C omjer koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Preinačena Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

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

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

pri čemu je:

- $RSD_R$  relativna standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih uz uvjete obnovljivosti  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- C omjer koncentracije (tj. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

▼ **M1**

## C.3.3.2. Pristup „prikladnosti za svrhu”

Za interno validirane metode, „pristup prikladnost za primjenu” <sup>(1)</sup> može se koristiti kao alternativa za procjenu njihove primjerenosti za službeni nadzor. Metode koje odgovaraju za službenu kontrolu moraju dati rezultate s kombiniranom standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od najveće standardne mjerne nesigurnosti izračunane pomoću sljedeće formule:

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

u kojoj je:

- $U_f$  najveća standardna mjerna nesigurnost ( $\mu\text{g/kg}$ ),
- granica detekcije znači granica detekcije metode ( $\mu\text{g/kg}$ ); mora ispunjavati izvedbene kriterije iz točke C.3.3.1 za relevantnu koncentraciju,
- C relevantna koncentracija ( $\mu\text{g/kg}$ ),
- $\alpha$  numerički faktor koji se koristi ovisno o vrijednosti C. Vrijednosti koje se koriste dane su u ► **M3** tablici 10 ◀.

▼ **M3**

Tablica 10.

▼ **M1**

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

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

<sup>(1)</sup> M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, str. 10. i 471.-478.

**▼ M1**

Analičar uzima u obzir „Izvešće o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, faktora iskorištenja i odredaba EU zakonodavstva o hrani i hrani za životinje”<sup>(1)</sup>.

**▼ B**

## DIO D

**IZVJEŠĆIVANJE I TUMAČENJE REZULTATA**

## D.1. IZVJEŠĆIVANJE

D.1.1. **Izražavanje rezultata**

Rezultati se izražavaju u istim jedinicama i zaokružuju se na isti broj decimala kakve su u propisanim najvišim dopuštenim količinama u Uredbi (EZ) br. 1881/2006.

D.1.2. **Izračuni iskorištenja**

Ako se u analitičkoj metodi primjenjuje postupak ekstrakcije, analitički se rezultat radi iskorištenja mora ispraviti. U tom slučaju izvješćuju se podaci o razini iskorištenja.

**▼ M1**

U slučaju da se u analitičkoj metodi ne primjenjuje ekstrakcija (npr. kod metala), rezultat se može izraziti bez korekcije za iskorištenje ako je s pravilnom uporabom odgovarajućeg certificiranog referentnog materijala dokazano da je dobivena certificirana koncentracija unutar granica mjerne nesigurnosti (tj. velika točnost mjerenja) i time da metoda ne pokazuje mjerno odstupanje. U slučaju da je rezultat izražen bez korekcije za iskorištenje, to treba biti navedeno.

**▼ B**D.1.3. **Mjerna nesigurnost**

Rezultat analize izražava se kao  $x \pm U$ , pri čemu  $x$  označava analitički rezultat, a  $U$  je proširena mjerna nesigurnost, ako se koristi čimbenik pokrivanja 2, što daje razinu pouzdanosti od približno 95 % ( $U = 2u$ ).

**▼ M1**

Analičar uzima u obzir „Izvešće o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, faktora iskorištenja i odredaba EU zakonodavstva o hrani i hrani za životinje”<sup>(2)</sup>.

**▼ B**

## D.2. TUMAČENJE REZULTATA

D.2.1. **Prihvatanje serije/podserije**

Serije ili podserije se prihvata ako rezultat laboratorijske analize uzorka ne prelazi odgovarajuću najvišu količinu utvrđenu Uredbom (EZ) br. 1881/2006, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i ispravak rezultata radi iskorištenja, ako je u korištenoj analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

D.2.2. **Odbijanje serije/podserije**

Serijska ili podserijska se odbija ako rezultat laboratorijske analize uzorka nesumnjivo premašuje odgovarajuće najviše dopuštene količine utvrđene Uredbom (EZ) br. 1881/2006, uzimajući u obzir proširenu mjernu nesigurnost i ispravak rezultata radi iskorištenja, ako je u korištenoj analitičkoj metodi primijenjen postupak ekstrakcije.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

**▼B**

**D.2.3. Primjenljivost**

Postojeća pravila za tumačenje primjenjuju se za analitičke rezultate dobivene na uzorku uzetom kako bi se dokazala sukladnost s normama. U slučaju analize koja se obavlja za obrambene ili referentne svrhe, primjenjuju se nacionalni propisi.