

UREDBA KOMISIJE (EU) 2015/705**od 30. travnja 2015.****o utvrđivanju metoda uzorkovanja i kriterija učinkovitosti za metode analize za službenu kontrolu razina eruka kiseline u hrani te o stavljanju izvan snage Direktive Komisije 80/891/EEZ****(Tekst značajan za EGP)**

EUROPSKA KOMISIJA,

uzimajući u obzir Ugovor o funkcioniranju Europske unije,

uzimajući u obzir Uredbu (EZ) br. 882/2004 Europskog parlamenta i Vijeća od 29. travnja 2004. o službenim kontrolama koje se provode radi provjeravanja poštivanja propisa o hrani i hrani za životinje te propisa o zdravlju i dobrobiti životinja ⁽¹⁾, a posebno njezin članak 11. stavak 4.,

budući da:

- (1) Uredbom Komisije (EZ) br. 1881/2006 ⁽²⁾ utvrđuju se najveće dopuštene količine eruka kiseline u biljnim uljima i mastima koji su kao takvi namijenjeni za prehranu ljudi, hrani koja sadržava dodana biljna ulja i masti te početnoj i prijelaznoj hrani za dojenčad.
- (2) Direktivom Komisije 80/891/EEZ ⁽³⁾ utvrđena je metoda analize za određivanje udjela eruka kiseline u uljima i mastima namijenjenima kao takvima za prehranu ljudi te u hrani koja sadržava dodana ulja ili masti. Ta je metoda analize zastarjela i potrebno ju je zamijeniti.
- (3) Primjereno je da se ne utvrdi određena metoda analize već da se uspostave kriteriji učinkovitosti s kojima metoda analize koja se upotrebljava za službenu kontrolu mora biti u skladu. Nadalje, trebalo bi utvrditi pravila u pogledu metode uzorkovanja.
- (4) Mjere predviđene ovom Uredbom u skladu su s mišljenjem Stalnog odbora za bilje, životinje, hranu i hranu za životinje,

DONIJELA JE OVU UREDBU:

Članak 1.

1. Uzorkovanje i analiza za službenu kontrolu razina eruka kiseline navedenih u odjeljku 8. Priloga Uredbi (EZ) br. 1881/2006 provode se skladu s Prilogom ovoj Uredbi.
2. Primjenom stavka 1. ne dovode se u pitanje odredbe Uredbe (EZ) br. 882/2004.

Članak 2.

Direktiva 80/891/EEZ stavlja se izvan snage.

Upućivanja na Direktivu stavljenju izvan snage smatraju se upućivanjima na ovu Uredbu.

⁽¹⁾ SL L 165, 30.4.2004., str. 1.⁽²⁾ Uredba Komisije (EZ) br. 1881/2006 od 19. prosinca 2006. o utvrđivanju najvećih dopuštenih količina određenih kontaminanata u hrani (SL L 364, 20.12.2006., str. 5.).⁽³⁾ Direktiva Komisije 80/891/EEZ od 25. srpnja 1980. o metodi analize Zajednice za određivanje udjela eruka kiseline u uljima i mastima namijenjenim kao takvima za prehranu ljudi te u hrani koja sadrži dodana ulja ili masti (SL L 254, 27.9.1980., str. 35.).

Članak 3.

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

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

Sastavljeno u Bruxellesu 30. travnja 2015.

Za Komisiju
Predsjednik
Jean-Claude JUNCKER

PRILOG

DIO A: DEFINICIJE

Za potrebe ovog Priloga primjenjuju se sljedeće definicije:

- „serija“: točno određena količina hrane isporučena jednokratno za koju nadležni inspektor može odrediti da posjeduje zajedničke karakteristike [kao što su podrijetlo, vrsta, vrsta pakiranja, osoba koja je pakirala, pošiljatelj ili oznake].
- „podserija“: određeni dio velike serije na kojoj se provodi uzorkovanje. Svaku se podseriju treba fizički odvojiti od ostalih i mora biti točno određena;
- „pojedinačni uzorak“: količina materijala uzetog s jednog mjesta u seriji ili podseriji;
- „skupni uzorak“: zbroj svih pojedinačnih uzoraka uzetih iz serije, odnosno podserije; skupni uzorci smatraju se reprezentativnim uzorcima serije ili podserije iz kojih su uzeti;
- „laboratorijski uzorak“: uzorak namijenjen laboratorijskoj analizi.

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 predostrožnosti koje treba poduzeti

Tijekom uzorkovanja poduzimaju se mjere predostrožnosti kako bi se izbjegle bilo kakve promjene koje bi mogle utjecati na razine eruka kiseline, štetno djelovati na analitičko određivanje ili skupni uzorak učiniti nereprezentativnim.

B.1.4. Pojedinačni uzorci

Pojedinačni se uzorci uzimaju, koliko je to moguće, na različitim mjestima razdijeljenim unutar serije ili podserije. Odstupanje od tog postupka unosi se u zapisnik iz točke B.1.8. ovog Priloga.

B.1.5. Priprema skupnog uzorka

Skupni uzorak sastavljen je objedinjavanjem pojedinačnih uzoraka.

B.1.6. Uzorci za provjeru ispunjivanja normi te za potrebe obrane i arbitraže

Uzorci za provjeru ispunjivanja normi te za potrebe obrane i arbitraže uzimaju se iz homogeniziranog skupnog uzorka, osim ako je to suprotno pravilima država članica u pogledu prava subjekta u poslovanju s hranom.

B.1.7. Pakiranje i dostava uzoraka

Svaki uzorak stavlja se u čist, inertan spremnik koji pruža odgovarajuću zaštitu od zagađenja, gubitka analita adsorpcijom na stijenke spremnika te od oštećenja tijekom dostave. Poduzimaju se sve potrebne mjere predostrožnosti kako bi se izbjegla promjena sastava uzorka koja bi mogla nastati tijekom prijevoza ili skladištenja.

B.1.8. Pečaćenje i označivanje uzoraka

Svaki uzorak uzet za službene potrebe službeno se zapečaćuje na mjestu uzorkovanja i obilježava u skladu s pravilima država članica.

O svakom se uzorkovanju vodi zapisnik kojim se omogućava nedvojbeno prepoznavanje svake serije i podserije iz koje je uzet uzorak. Zapisnik sadržava sljedeće:

- i. upućivanje na broj serije iz kojeg je uzet uzorak;
- ii. datum i mjesto uzorkovanja;
- iii. sve dodatne podatke koji mogu poslužiti analitičaru.

B.2. PLANOVI UZORKOVANJA

B.2.1. Podjela serija u podserije

Velike serije dijele se u podserije pod uvjetom da se podserije mogu i fizički odvojiti. Masa ili broj podserije za proizvode koji se prodaju u rasutim pošiljkama naveden je u tablici 1. Masa ili broj podserije za ostale proizvode naveden je u tablici 2. Uzimajući u obzir da masa serije nije uvijek točan umnožak mase podserija, masa podserije navedene u tablici 1. i 2. može odstupati za najviše 20 %.

B.2.2. Broj, masa i volumen pojedinačnih uzoraka

Skupni uzorak iznosi najmanje 1 kg ili 1 litru, osim ako to nije moguće, primjerice kad se uzorak sastoji od jednog paketa ili jedinice.

Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju iz serije ili podserije navodi se u tablici 3.

Kada je riječ o tekućim proizvodima u rasutoj pošiljci serija ili podserija moraju se dobro promiješati ručno ili mehaničkim sredstvima do mjere do koje to neće utjecati na kvalitetu proizvoda neposredno prije uzorkovanja. U tom slučaju pretpostavlja se da će se kontaminanti ravnomjerno rasporediti kroz cijelu seriju ili podseriju. Stoga je za skupni uzorak dovoljno uzeti tri pojedinačna uzorka iz serije odnosno podserije.

Pojedinačni uzorci podjednake su mase ili volumena. Masa ili volumen pojedinačnog uzorka jest najmanje 100 grama ili 100 mililitara, a dobiveni skupni uzorak jest barem 1 kg ili 1 litru. Odstupanje od ove metode unosi se u zapisnik iz točke B.1.8. ovog Priloga.

Tablica 1.

Podjela serija na podserije za proizvode koji se prodaju u rasutim pošiljkama

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

Tablica 2.

Podjela serija na podserije za ostale proizvode

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

Tablica 3.

Najmanji broj pojedinačnih uzoraka koje treba uzeti iz serije ili podserije

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

Ako se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica, tada je broj pakiranja ili jedinica koji će se uzeti za skupni uzorak naveden u tablici 4.

Tablica 4.

Broj pakiranja ili jedinica (pojedinačnih uzoraka) koji se uzorkuju za skupni uzorak kad se serija ili podserija sastoji od pojedinačnih pakiranja ili jedinica

Broj pakiranja ili jedinica u seriji/podseriji	Broj pakiranja ili jedinica koje treba uzeti
≤ 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

Ako bi uzorkovanje primjenom metode iz ovog Poglavlja B.2. uzrokovalo neprihvatljive komercijalne posljedice (primjerice zbog oblika pakiranja, oštećenja serije itd.) ili ako bi bilo gotovo nemoguće, tada se može primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u potpunosti dokumentirana u izvješću predviđenom u točki B.1.8.

B.3. UZORKOVANJE U MALOPRODAJI

Uzorkovanje hrane u maloprodaji provodi se, ako je moguće, u skladu s odredbama o uzorkovanju iz točke B.2.2.

Ako bi uzorkovanje primjenom metode iz točke B.2.2. uzrokovalo neprihvatljive komercijalne posljedice (primjerice zbog oblika pakiranja, oštećenja serije itd.) ili ako bi bilo gotovo nemoguće, tada se može primijeniti alternativna metoda uzorkovanja, pod uvjetom da je dovoljno reprezentativna za uzorkovanu seriju ili podseriju i da je u potpunosti dokumentirana u izvješću predviđenom u točki B.1.8.

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

Laboratoriji udovoljavaju odredbama članka 12. Uredbe (EZ) br. 882/2004.

Laboratoriji sudjeluju u odgovarajućim programima za provjeru kvalitete rada koji udovoljavaju „Međunarodnom usuglašenom protokolu za provjeru kvalitete rada (kemijskih) analitičkih laboratorija” ⁽¹⁾ koji je razvijen pod pokroviteljstvom IUPAC/ISO/AOAC-a.

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

⁽¹⁾ „Međunarodni usuglašeni protokol za provjeru kvalitete rada (kemijskih) analitičkih laboratorija”, autori M. Thompson, S.L.R. Ellison i R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006., 78., 145.-196.

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

Kad god je to moguće, točnost analize ocjenjuje se tako da se u analizu uključe certificirani referentni materijali.

C.2. PRIPREMA UZORKA

C.2.1. Mjere predostrožnosti i opća pitanja

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

Sav uzorkovani materijal koji laboratorij primi 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.

C.2.2. Obrada uzorka po prispjeću u laboratorij

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

C.3. KRITERIJI UČINKOVITOSTI ZA METODE ANALIZE

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 stoga $r = 2,8 \times s_r$.

„s_r” = standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti.

„RSD_r” = relativna standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih pod uvjetima ponovljivosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

„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 se standardiziranom metodom za testiranje u različitim laboratorijima,); $R = 2,8 \times s_R$.

„s_R” = standardna devijacija, izračunana iz rezultata dobivenih u uvjetima obnovljivosti.

„RSD_R” = relativna standardna devijacija izračunana iz rezultata dobivenih pod uvjetima obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

„LOD” = granica detekcije, najmanji izmjereni sadržaj iz kojeg se s opravdanom statističkom sigurnošću može utvrditi prisutnost analita. Brojčano je granica detekcije jednakovrijedna trostrukoj standardnoj devijaciji srednje vrijednosti dobivene slijepim probama ($n > 20$).

„LOQ” = granica kvantifikacije, najmanji sadržaj analita koji se može izmjeriti s opravdanom statističkom sigurnošću. Ako su točnost i preciznost stalno u području raspona oko granice detekcije, tada je granica kvantifikacije brojčano jednakovrijedna šesterostrukoj ili deseterostruko standardnoj devijaciji od srednje vrijednosti dobivene slijepim probama ($n > 20$).

„u” = Kombinirana standardna mjerna nesigurnost dobivena uporabom pojedinačnih standardnih mjernih nesigurnosti povezanih s ulaznim količinama u modelu za mjerenje ⁽¹⁾.

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

„U_F” = najviša standardna mjerna nesigurnost.

⁽¹⁾ Međunarodni mjeriteljski rječnik – Osnovni i opći pojmovi i pridruženi nazivi (VIM), JCGM 200:2008.

C.3.2. Opći zahtjevi

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

C.3.3. Posebni zahtjevi**C.3.3.1. Kriteriji učinkovitosti**

Kad na razini Europske unije nisu propisane posebne metode za utvrđivanje prisutnosti kontaminanata u hrani, laboratoriji mogu odabrati bilo koju validiranu metodu analize za dotičnu matricu pod uvjetom da odabrana metoda zadovoljava posebne kriterije učinkovitosti utvrđene u tablici 5.

Preporučuje se primjena potpuno validiranih metoda (tj. metoda koje su validirane međulaboratorijskim ispitivanjem dotične matrice) prema potrebi i dostupnosti. Mogu se upotrebljavati i druge odgovarajuće validirane metode (primjerice metode validirane u laboratoriju za dotičnu matricu) pod uvjetom da ispunjuju kriterije učinkovitosti iz tablice 5.

Detaljni podaci navedeni su u Napomenama za kriterije učinkovitosti kako je navedeno u ovoj točki.

Ako je moguće, validacijom metoda koje su validirane u laboratoriju obuhvaća se certificirani referentni materijal.

Tablica 5.

Kriteriji učinkovitosti za metode analize za eruka kiselinu

Parametar	Kriterij
Primjenjivost	Hrana navedena u Uredbi (EZ) br. 1881/2006
Specifičnost	Bez utjecaja matrice i spektralnih interferencija
Ponovljivost (RSD _r)	$0,66 \times \text{RSD}_R$ dobiven s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Obnovljivost (RSD _R)	$2 \times$ vrijednost dobivena s pomoću (preinačene) Horwitzove jednadžbe
Iskoristivost	95 – 105 %
LOD	≤ 1 g/kg
LOQ	≤ 5 g/kg

Napomene za kriterije učinkovitosti

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

$$\text{RSD}_R = 22 \%$$

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, $0,001 = 1\ 000$ mg/kg). Preinačena Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 1980., 63., 1344.

⁽²⁾ M. Thompson, Analyst, 2000., 125., 385-386.

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 = 1 000 mg/kg). Horwitzova jednadžba primjenjuje se na koncentracije $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

C.3.3.2. Pristup „primjerenost svrsi”

Za metode koje su validirane u laboratoriju može se, kao alternativa, upotrebljavati pristup „primjerenost svrsi” ⁽¹⁾ kako bi se ocijenila njihova pogodnost za uporabu tijekom službene kontrole. Metode pogodne za uporabu tijekom službene kontrole daju rezultate s kombiniranom standardnom mjernom nesigurnošću (u) koja je manja od maksimalne standardne mjerne nesigurnosti izračunane primjenom formule u nastavku:

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

pri čemu je:

- U_f najviša dopuštena standardna mjerna nesigurnost ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- LOD granica detekcije metode ($\mu\text{g}/\text{kg}$); LOD mora zadovoljavati kriterije učinkovitosti navedene u točki C.3.3.1. za relevantnu koncentraciju;
- C relevantna koncentracija ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- α brojčani čimbenik koji se upotrebljava ovisno o vrijednosti C. Vrijednosti koje se upotrebljavaju navedene su u tablici 6.

Tablica 6.

Brojčane vrijednosti koje treba upotrebljavati za α kao konstantu u formuli utvrđenoj ovom točkom, ovisno o relevantnoj koncentraciji

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
$> 10 000$	0,1

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.

⁽¹⁾ M. Thompson i R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006., 10., 471.-478.

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.

U slučaju da se u analitičkoj metodi ne primjenjuje postupak ekstrakcije, rezultat se radi iskorištenja može objaviti bez ispravke ako se dokaže, najbolje uporabom odgovarajućeg certificiranog referentnog materijala, da je postignuta certificirana koncentracija, dopuštajući mogućnost mjerne nesigurnosti (primjerice visok stupanj točnosti mjerenja) te da metoda stoga nije pristrana. Potrebno je navesti ako se rezultat izvješćuje bez ispravke radi iskorištenja.

D.1.3. Mjerna nesigurnost

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

Analitičar uzima u obzir „Izvešće o odnosu između analitičkih rezultata, mjerne nesigurnosti, čimbenika iskorištenosti i o odredbama u zakonodavstvu EU-a u području hrane i krmiva ⁽¹⁾”.

D.2. TUMAČENJE REZULTATA**D.2.1. Prihvatanje serije ili podserije**

Serija ili podserija prihvaća se ako rezultat laboratorijske analize uzorka ne premašuje 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 ili podserije

Serija ili podserija odbija se ako rezultat laboratorijske analize uzorka bez sumnje premašuje odgovarajuću najvišu dopuštenu 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.2.3. Primjenjivost

Tumačenje pravila iz točaka D.2.1. i D.2.2. primjenjuju se na analitički rezultat dobiven na uzorku za provjeru ispunjivanja normi. U slučaju analize u svrhu obrane ili arbitraže, primjenjuju se nacionalna pravila.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf