

Statens livsmedelsverks föreskrifter om provtagnings- och analysmetoder vid offentlig kontroll av vissa främmande ämnen;

SLVFS 2000:43

(H 342)

Utkom från trycket
2000-12-21

beslutade den 8 december 2000.

Med stöd av 48 och 55 §§ livsmedelsförordningen (1971:807)¹ beslutar Statens livsmedelsverk följande föreskrifter.

1 § Vid offentlig kontroll av halten av aflatoxiner i de livsmedel som anges i kommissionens förordning (EG) nr 1525/98 av den 16 juli 1998 om ändring av förordning (EG) nr 194/97 av den 31 januari 1997 om fastställande av högsta tillåtna halt för vissa främmande ämnen i livsmedel² skall

- provtagning utföras enligt de metoder som anges i *bilaga 1, avsnitt 1* och
- provberedning och analysmetoder uppfylla kriterierna i *bilaga 1, avsnitt 2*.

¹ Omtryck 1990:310, senaste lydelse av 48 § 1998:133. Jfr även kommissionens direktiv 98/53/EG (EGT nr L 201, 17.7.1998, s 93; Celex 398L0053).

² EGT nr L 201, 17.7.1998, s. 43 (Celex 398R1525).

Dessa föreskrifter träder i kraft den 1 januari 2001. Då upphör Statens livsmedelsverks föreskrifter (SLVFS 1989:23) om stickprovskontroll av torkade fikön att gälla.

BERTIL NORBELIE

Susanne Carlsson
(Regelavdelningen)

Avsnitt 1.

Provtagningsmetoder vid offentlig kontroll av aflatoxinhalten i vissa livsmedel

1. Syfte och räckvidd

Prover avsedda för offentlig kontroll av aflatoxinhalten i livsmedel skall tas enligt de metoder som anges nedan. Det eller de samlingsprov som då erhålls skall betraktas som representativt för partiet. Tjänlighetsbedömning med avseende på aflatoxinhalten skall göras genom att de halter som konstaterats i laboratorieproverna jämförs med de halter som framgår av kommissionens förordning (EG) 1525/98.

2. Definitioner

Parti: en identifierbar kvantitet livsmedel levererad i en omgång för vilken den ansvarige tjänstemannen fastställt att den uppvisar gemensamma karaktäristiska drag vad gäller ursprung, sort, förpackningstyp, förpackare, avsändare eller märkning.

Delparti: en del av ett stort parti som valts ut för provtagning. Varje delparti skall hållas fysiskt åtskilt och vara identifierbart.

Enskilt prov: en mängd provmaterial som väljs ut från en visst ställe i partiet eller delpartiet.

Samlingsprov: en samling av alla de enskilda prover som tagits ur partiet eller delpartiet.

Laboratorieprov: prover avsedda för laboratorium (delprover).

3. Allmänna bestämmelser

3.1 Personal

Provtagningen skall utföras av en person som tillsynsmyndigheten utsett för detta ändamål.

3.2 Provtagningsmaterial

Provtagningen för alla partier som skall analyseras sker separat. I enlighet med de särskilda bestämmelserna i punkt 5 i detta avsnitt skall de stora partierna delas upp i delpartier, för vilka urvalet för provtagning sker separat.

3.3 Säkerhetsåtgärder

Under provtagning och beredningen av laboratorieproverna skall undersökningsmaterialet hanteras med sådan försiktighet att sådana förändringar undviks som kan påverka aflatoxinhalten, analyserna eller samlingsprovets representativitet.

3.4 Enskilda prover

Så långt det är möjligt skall de enskilda proverna tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Alla avvikelser från denna regel skall anges i det protokoll som avses i punkt 3.8.

3.5 Beredning av samlingsprov och laboratorieprover (delprover)

Samlingsprovet erhålls genom att de enskilda proverna blandas tillfredställande. Efter denna blandning skall samlingsprovet delas upp i lika stora delprover enligt de särskilda bestämmelserna i punkt 5. Blandningen är nödvändig för att garantera att varje delprov är representativt för hela partiet eller delpartiet.

3.6 Flera identiska prover

För åtgärder inom den offentliga kontrollen, inom handeln och som referensmaterial skall flera identiska prover tas från det homogeniserade laboratorieprovet.

3.7 Emballering och transport av laboratorieprover

Varje laboratorieprov skall placeras i en ren behållare av inaktivt material som ger tillräckligt skydd mot föroreningar och skador under transporten.

Alla nödvändiga åtgärder skall också vidtas för att undvika att laboratorieprovets sammansättning förändras under transport eller lagring.

3.8 Försegling och märkning av laboratorieprover

Varje prov som tas i den offentliga kontrollen skall förseglas på provtagningsstället samt identifieras enligt Livsmedelsverkets föreskrifter.

För varje provtagning skall ett protokoll upprättas, som gör det möjligt att entydigt identifiera partiet. Dessutom skall datum och plats för provtagningen anges tillsammans med all ytterligare information som kan vara till hjälp för den som utför analysen.

4. Förklarande bestämmelser

4.1 Olika typer av partier

Produkter kan förekomma i bulk, i behållare eller i enskilda förpackningar (säckar eller påsar, förpackningar för detaljhandeln m.m.). Provtagningsmetoden kan tillämpas på alla de olika former i vilka varorna saluhålls.

Utän att det påverkar de särskilda föreskrifter som avses i punkt 5 kan följande formel användas som vägledning för provtagning på partier som saluhålls i säckar eller påsar eller i enskilda förpackningar etc.

$$\text{Provtagningsfrekvens (n): } \frac{\text{Partiets vikt (kg)} \times \text{det enskilda provets vikt (kg)}}{\text{Samlingsprovets vikt (kg)} \times \text{den enskilda förpackningens vikt (kg)}}$$

Provtagningsfrekvens: Var n -te säck eller påse från vilken ett prov måste tas. Decimaltal avrundas till närmaste heltal.

4.2 Det enskilda provets vikt

Det enskilda provets vikt skall vara omkring 300 g, om inte annat framgår av punkt 5. Om det rör sig om partier förpackade för detaljhandeln är det enskilda provets vikt avhängigt av detaljhandelsförpackningens vikt.

4.3 Antalet enskilda prover för partier under 15 ton

Om inget annat anges i punkt 5 är det antal enskilda prover som skall tas avhängigt av partiets vikt, med ett minsta antal på 10 och ett högsta på 100.

Siffrorna i tabellen nedan kan användas för att fastställa det antal enskilda prover som skall tas.

Tabell 1: Antal enskilda prover som skall tas beroende på partiets vikt

Partiets vikt (ton)	Antal enskilda prover
$\leq 0,1$	10
$> 0,1 - \leq 0,2$	15
$> 0,2 - \leq 0,5$	20
$> 0,5 - \leq 1,0$	30
$> 1,0 - \leq 2,0$	40
$> 2,0 - \leq 5,0$	60
$> 5,0 - \leq 10,0$	80
$> 10,0 - < 15,0$	100

5. Särskilda bestämmelser

5.1 Allmän översikt över provtagningsmetoden för jordnötter, nötter, torkad frukt och spannmål

Tabell 2: Uppdelning av partier i delpartier beroende på vara och partiets vikt

Vara	Partiets vikt (ton)	Delpartier- nas vikt eller antal	Antal enskilda prover	Samlings- provets vikt (kg)
Torkade fikon och annan torkad frukt	≥ 15	15-30 ton	100	30
	<15	--	10-100*	≤ 30
Jordnötter, pistaschmandel, paranötter och andra nötter	≥ 500	100 ton	100	30
	> 125 och < 500	5 delpartier	100	30
	≥ 15 och ≤ 125	25 ton	100	30
	< 15	--	10-100*	≤ 30
Spannmål	≥ 1500	500 ton	100	30
	>300 och <1500	3 delpartier	100	30
	≥50 och ≤ 300	100 ton	100	30
	< 50	--	10-100*	1-10

*beroende på partiets vikt - se punkt 4.3 eller punkt 5.3

5.2 Jordnötter, pistaschmandlar, paranötter och torkade fikon, samt spannmålspartier på minst 50 ton

5.2.1 Provtagningsmetod

- Under förutsättning att delpartierna fysiskt kan åtskiljas skall varje parti delas upp i delpartier enligt tabell 2 i punkt 5.1. Eftersom partiets vikt inte alltid är en exakt multipel av delpartiernas vikt får delpartiernas vikt överskrida den angivna vikten med högst 20 %.
- Provtagningen skall ske separat för varje delparti.
- Antal enskilda prover: 100. Om det rör sig om partier under 15 ton är antalet enskilda prover avhängigt av partiets vikt, med ett minsta antal på 10 och ett högsta på 100 prover (se punkt 4.3).
- Samlingsprovets vikt: 30 kg, som blandas och delas upp i 3 lika stora delprover på 10 kg före malning. Uppdelning i tre delprover är inte nödvändig när det gäller jordnötter, nötter och torkad frukt som skall genomgå ytterligare sortering eller annan fysisk behandling och det finns tillgång till utrustning med kapacitet att homogenisera ett prov på 30 kg. Samlingsprover under 10 kg bör inte delas upp i delprover.

- Laboratorieprov: ett delprov på 10 kg. Varje delprov bör finnas separat och blandas noggrant för att garantera en fullständig homogenisering i enlighet med bestämmelserna i avsnitt 2.
- Om det inte är möjligt att tillämpa ovan angivna provtagningsmetod utan att det förorsakar betydande ekonomiska förluster, till exempel på grund av förpackningstyper eller transportmedel, får en alternativ provtagningsmetod användas på villkor att den ger så representativa resultat som möjligt och att den beskrivs och dokumenteras fullständigt.

5.2.2 Bedömning av om ett parti eller delparti är tjänligt

- För jordnötter, nötter och torkad frukt som skall genomgå sortering eller annan fysisk behandling:
 - Om aflatoxinhalten i samlingsprovet eller medelvärdet av aflatoxinhalterna i delproven inte överskrider gränsvärdet är delpartiet tjänligt.
 - Om aflatoxinhalten i samlingsprovet eller medelvärdet av aflatoxinhalterna i delproven överskrider gränsvärdet är delpartiet otjänligt.
- För jordnötter, nötter och torkad frukt som är avsedda för direkt konsumtion som livsmedel:
 - Om inget av delproverna har en aflatoxinhalt som överskrider gränsvärdet är delpartiet tjänligt.
 - Om ett eller flera delprov(er) har en aflatoxinhalt som överskrider gränsvärdet är delpartiet otjänligt.
 - Om det rör sig om ett samlingsprov under 10 kg:
 - Om aflatoxinhalten i provet inte överskrider gränsvärdet är partiet tjänligt.
 - Om aflatoxinhalten i provet överskrider gränsvärdet är partiet otjänligt.

5.3 Andra nötter än jordnötter, pistaschmandlar, paranötter och annan torkad frukt än torkade fikon, samt spannmålspartier under 50 ton

5.3.1 Provtagningsmetod

För dessa varor får provtagningsmetoden i punkt 5.2.1 användas. Med hänsyn till den ringa mängd föroreningar som förekommer i dessa produkter och de nya typer av förpackningar som dessa produkter saluförs i, får en alternativ provtagningsmetod användas på villkor att den ger så representativa resultat som möjligt.

För spannmålspartier under 50 ton kan en provtagningsmetod användas som utgår ifrån partiets vikt och som omfattar mellan 10 och 100 enskilda prover om 100 g sammanförda i ett samlingsprov på 1 till 10 kg.

Siffrorna i tabellen nedan kan användas för att bestämma det antal enskilda prover som skall tas.

Tabell 3: Antal enskilda prover som skall tas beroende på spannmålspartiets vikt

Partiets vikt (ton)	Antal enskilda prover
≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - < 50	100

5.3.2 Bedömning av om ett parti eller ett delparti är tjänligt

Se punkt 5.2.2.

5.4 Mjölk

5.4.1 Provtagningsmetod

Provtagningsmetod i enlighet med kommissionens beslut 91/180/EEG av den 14 februari 1991 om fastställande av vissa metoder för analys och provning av obehandlad och värmebehandlad mjölk³.

- Antal enskilda prover: minst 5
- Samlingsprovets vikt: minst 0,5 kg eller 0,5 liter.

5.4.2 Bedömning av om ett parti eller delparti är tjänligt

- Om aflatoxinhalten i provet inte överskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet tjänligt.
- Om aflatoxinhalten i provet överskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet otjänligt.

³ EGT nr L 93, 13.4.1991, s.1 (Celex 391L0180).

5.5 Bearbetade produkter och sammansatta livsmedel

5.5.1 Mjölksprodukter

5.5.1.1 Provtagningsmetod

Provtagningsmetod i enlighet med kommissionens direktiv 87/524 av den 6 oktober 1987 om gemenskapens stickprovsmetoder för kemisk analys för kontrollen av konserverade mjölkprodukter⁴.

Antal enskilda prover: minst 5.

För övriga mjölkprodukter skall en likvärdig provtagningsmetod användas.

5.5.1.2 Bedömning av om ett parti eller ett delparti är tjänligt

- Om aflatoxinhalten i samlingsprovet inte överskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet tjänligt.
- Om aflatoxinhalten i samlingsprovet överskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet otjänligt.

5.5.2 Andra bearbetade produkter med mycket liten partikelstorlek såsom mjöl, fikompasta, jordnötssmör (homogen fördelning av aflatoxinföroreningar)

5.5.2.1 Provtagningsmetod

- Antal enskilda prover: 100. Om det rör sig om partier under 50 ton skall antalet enskilda prover ligga mellan 10 och 100. Antalet är avhängigt av partiets vikt (se tabell 3, punkt 5.3.1 i detta avsnitt).
- Det enskilda provets vikt skall vara omkring 100 g. Om det rör sig om partier förpackade för detaljhandeln är det enskilda provets vikt avhängigt av detaljhandelsförpackningens vikt.
- Samlingsprovets vikt: 1 till 10 kg, tillräckligt blandat.

5.5.2.2 Antal prover som skall tas

- Det antal samlingsprover som skall tas är avhängigt av partiets vikt. De stora partierna skall delas upp i delpartier såsom anges i punkt 5.2 för spannmål.
- Provtagningen skall ske separat för varje delparti.

⁴ EGT nr L 306, 28.10.1987, s. 24 (Celex 387L0524).

5.5.2.3 Bedömning av om ett parti eller delparti är tjänligt

- Om aflatoxinhalten i samlingsprovet underskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet tjänligt.
- Om aflatoxinhalten i samlingsprovet överskrider gränsvärdet är partiet eller delpartiet otjänligt.

5.6 Andra beredda produkter med relativt stor partikelstorlek (ojämn fördelning av aflatoxinföreningar)

Provtagningsmetod samt bedömning av tjänlighet i enlighet med bestämmelserna i punkt 5.2 och 5.3 för icke beredda jordbruksprodukter.

Avsnitt 2.

Preparering av prover och allmänna kriterier för analysmetoder för offentlig kontroll av aflatoxinhalten i vissa livsmedel

1. Inledning

1.1 Försiktighetsåtgärder

Dagsljus bör så långt som det är möjligt undvikas under analysen, eftersom aflatoxinet bryts ned successivt om det utsätts för ultraviolett strålning. Eftersom aflatoxinets fördelning är extremt heterogen bör proverna beredas och homogeniseras med största noggrannhet.

Allt material som ställs till laboratoriets förfogande skall användas vid beredningen av analysprov. Nedanstående metod har visat sig vara tillfredsställande.

1.2 Beräkning av proportionen skal/kärna i hela nötter

De gränsvärden som fastställs för aflatoxiner i kommissionens förordning (EG) nr 1525/98 avser den ätliga delen.

Aflatoxinhalten i den ätliga delen kan bestämmas på följande sätt:

- Hela nötter tagna ur varuproverna skalas och analysen av aflatoxinhalten sker direkt i den ätliga delen.
- Nötter med skal homogeniseras i provberedningsproceduren. Provtagningsmetoden och analysen skall beräkna kärnans vikt i samlingsprovet. Nötkärnans vikt i samlingsprovet beräknas, genom att en lämplig faktor fastställs för proportionen skal i förhållande till kärna i hela nötter. Denna proportion används för att bestämma mängden kärna i hela

det samlingsprov som tagits för beredning och analys av provet. Ungefär hundra hela nötter skall för detta ändamål slumpmässigt tas ut från partiet eller samlingsprovet. Proportionen får för varje laboratorieprov beräknas genom att först väga de hela nöterna och sedan skala dem och väga skal- och kärndelen var för sig. När laboratoriet beräknat proportionen skal i förhållande till kärna i ett antal prover kan denna beräkning användas i kommande analysarbete. Dock skall, om ett särskilt laboratorieprov konstateras överskrida ett gränsvärde, proportionen för detta prov bestämmas genom att använda de ungefär 100 nötter som alltid ska ha plockats undan.

2. Behandling av laboratorieprovet

Alla laboratorieprover som tas skall finmalas och blandas noggrant med en metod som garanterar fullständig homogenisering.

3. Uppdelning av prover för åtgärder inom den offentliga kontrollen m.m.

För åtgärder inom den offentliga kontrollen, inom handeln eller såsom referensmaterial skall flera identiska prover tas från det homogeniserade materialet.

4. Analysmetod som skall användas av laboratoriet samt krav på laboratorier

4.1 Definitioner

Vissa av de mest använda definitionerna som laboratoriet uppmanas att använda anges nedan.

De parametrar för precision som vanligen anges är repeterbarhet och reproducerbarhet.

$r =$ Repeterbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två enskilda testresultat som erhållits under repeterbara omständigheter, det vill säga samma prov, samma operatör, samma apparatur, samma laboratorium och tidsintervall, kan förväntas ligga inom en viss sannolikhetsgräns, i regel 95 % där $r = 2,8 \times s_r$.

$s_r =$ Standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbara förhållanden.

RSD_r = Relativ standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbara förhållanden $[(s_r/x)100]$, där x representerar det genomsnittliga resultatet för alla laboratorier och prover.

R = Reproducerbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två enskilda testresultat som erhållits under reproducerbara förhållanden, det vill säga för en identisk produkt som erhållits av operatörer i olika laboratorier, vilka använder den standardiserade testmetoden, kan förväntas ligga inom en viss sannolikhetsgräns, i regel 95 % där $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden.

RSD_R = Relativ standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden $[(s_R/x)100]$.

4.2 Allmänna krav

De analysmetoder som används för kontroll av livsmedel skall i möjligaste mån uppfylla kraven i punkterna 1 och 2 i bilagan till rådets direktiv 85/591/EEG av den 20 december 1985 om införande av provtagnings- och analysmetoder vid kontroll av livsmedel inom gemenskapen⁵.

4.3 Särskilda krav

Om ingen specifik metod för fastställande av aflatoxinhalten i livsmedel föreskrivs får laboratorierna använda valfri metod på villkor att den uppfyller följande kriterier:

Kriterium	Koncentrations- område	Rekommenderat värde	Högsta tillåtna värde
Blankprov	Alla	Försumbart	
Återvinning av aflatoxin M1	0,01-0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 till 120 % 70 till 110 %	
Återvinning av aflatoxin B ₁ , B ₂ , G ₁ och G ₂	< 1,0 µg/kg 1 - 10 µg/kg > 10 µg/kg	50 till 120 % 70 till 110 % 80 till 110 %	
RSD_R -precision	Alla	Härlett ur Horwitz' ekvation	2 ggr det värde som härletts ur Horwitz' ekvation

⁵ EGT nr L 372,31.12.1985, s 50 (Celex 385L0591).

RSD_r -precisionen kan beräknas som 0,66 gånger RSD_R -precisionen vid en relevant koncentration.

- Värdena skall tillämpas både på B_1 och på summan av $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$.
- Om summan av de enskilda aflatoxinerna $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$ skall registreras skall varje enskild aflatoxins återvinningsgrad på analysmetoden vara antingen känd eller likvärdig.
- De använda metodernas detektionsgränser behöver inte anges om precisionsvärdena för relevanta koncentrationer anges.
- Precisionsvärdena skall beräknas genom Horwitz' ekvation, $RSD_R = 2^{(1-0,5\log C)}$, där
 - RSD_R motsvarar standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden $[(s_R/\bar{x})100]$ och
 - C motsvarar koncentrationsgraden (dvs. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1000 mg/kg).

Detta är en generell precisionsekvation som bedöms vara oberoende av analys och matris och utslutande är avhängig av koncentrationen för de flesta rutinanalysmetoder.

4.4 Rapportering av analysresultat

Av analysrapporten skall framgå om analysresultatet är korrigerat för återvinningsgraden eller inte. Även återvinningsgraden skall rapporteras.

4.5 Kvalitetsnormer för laboratorierna

Laboratorierna skall vara ackrediterade och iaktta bestämmelserna i rådets direktiv 93/99/EEG av den 29 oktober 1993 om ytterligare åtgärder för offentlig kontroll av livsmedel.

