

Livsmedelsverkets författningssamling

ISSN 0346-119X

Föreskrifter om ändring i Livsmedelsverkets föreskrifter (SLVFS 2000:43) om provtagnings- och analysmetoder vid offentlig kontroll av vissa främmande ämnen;

LIVSFS 2002:14

(H 342)

Utkom från trycket
2002-04-05

beslutade den 21 mars 2002.

Med stöd av 48 och 55 §§ livsmedelsförordningen (1971:807)¹ beslutar Livsmedelsverket i fråga om verkets föreskrifter (SLVFS 2000:43) om provtagnings- och analysmetoder vid offentlig kontroll av vissa främmande ämnen

dels att 1 § och *bilaga 1* skall ha följande lydelse, och

dels att en ny paragraf, 2 §, och en ny bilaga, *bilaga 2*, med följande lydelse skall införas.

Författningen kommer därför att ha följande lydelse från och med den dag denna författning träder i kraft.

1 §² Vid offentlig kontroll av halten av aflatoxiner i de livsmedel som anges i kommissionens förordning (EG) nr 466/2001 av den 8 mars 2001 om fastställande av högsta tillåtna halt för vissa främmande ämnen i livsmedel³ skall

- provtagningen utförs enligt de metoder som anges i *bilaga 1, avsnitt 1*, och
- provberedningen och analysmetoderna uppfylla kriterierna i *bilaga 1, avsnitt 2*.

¹ Förordningen omtryckt 1990:310; senaste lydelse av 55 § 1998:133.

² Ändringen innebär att hänvisningen till kommissionsförordningen ändrats.

³ EGT L 77, 16.3.2001, s. 1, Celex 301R0466.

2 § Vid offentlig kontroll av halten av bly, kadmium, kvicksilver och 3-monoklorpropan-1,2-diol (3-MCPD) i de livsmedel som anges i kommissionens förordning (EG) nr 466/2001 av den 8 mars 2001 om fastställande av högsta tillåtna halt för vissa främmande ämnen i livsmedel⁴ skall

- provtagningen utförs enligt de metoder som anges i *bilaga 2, avsnitt 1*, och
- provberedningen och analysmetoderna uppfylla kriterierna i *bilaga 2, avsnitt 2*.

Denna författning träder i kraft den dag den utkommer från trycket.

BERTIL NORBELIE

Susanne Carlsson
(Regelavdelningen)

⁴ EGT L 77, 16.3.2001, s. 1, Celex 301R0466.

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. En 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) nr 466/2001.

2. Definitioner

I denna bilaga gäller följande definitioner.

- Parti: en identifierbar mängd livsmedel levererad i en omgång för vilken den ansvarige tjänstemannen fastställt att den uppvisar samma egenskaper, exempelvis i fråga om 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.
- Delprov: en mängd material som tagits från ett och samma ställe i partiet eller delpartiet.
- Samlingsprov: en sammanslagning av alla delprover från ett parti eller delparti.
- Laboratorieprov: prov avsett för laboratorium.

3. Allmänna bestämmelser

3.1 Personal

Provtagningen skall utföras av en person som är kompetent för uppgiften och som tillsynsmyndigheten utsett för detta ändamål.

3.2 Material som skall provtas

Varje parti som skall analyseras skall provtas 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

Vid provtagningen och beredningen av prover skall undersökningsmaterialet hanteras med sådan försiktighet att förändringar undviks som kan påverka aflatoxinhalten, analyserna eller provernas representativitet.

3.4 Delprover

Delproverna skall så långt det är möjligt tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Alla avvikelser från detta förfarande skall anges i det protokoll som avses i punkt 3.8.

3.5 Beredning av samlingsprov och laboratorieprover

Samlingsprovet erhålls genom att delproverna blandas tillfredsställande. Efter denna blandning skall samlingsprovet delas upp i lika stora laboratorieprover enligt de särskilda bestämmelserna i punkt 5. Blandningen är nödvändig för att garantera att varje laboratorieprov är representativt för hela partiet eller delpartiet.

3.6 Uppdelning av prover

För åtgärder inom den offentliga kontrollen, för handelns behov och såsom referensprov skall flera identiska prover tas från det homogeniserade laboratorieprovet eller samlingsprovet.

3.7 Emballering och transport av laboratorieprover

Varje prov skall placeras i en ren behållare som inte påverkar provets sammansättning och som ger tillräckligt skydd mot föroreningar och skador under transporten.

Nödvändiga åtgärder skall också vidtas för att undvika att provets sammansättning förändras under transport eller lagring.

3.8 Försegling och märkning av prover

Varje prov skall förseglas på provtagningsstället och 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.

Utan 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.

$$\text{Provtagningsfrekvens (n): } \frac{\text{Partiets vikt (kg) x delprovets vikt (kg)}}{\text{Samlingsprovets vikt (kg) x den enskilda förpackningens vikt (kg)}}$$

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

4.2 Delprovets vikt

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

4.3 Antal delprover för partier under 15 ton

Om inget annat anges i punkt 5 är det antal delprover 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 delprover som skall tas.

Tabell 1: Antal delprover som skall tas beroende på partiets vikt

Partiets vikt (ton)	Antal delprover
≤ 0,1	10
> 0,1 - ≤ 0,2	15
> 0,2 - ≤ 0,5	20
> 0,5 - ≤ 1,0	30
> 1,0 - ≤ 2,0	40
> 2,0 - ≤ 5,0	60
> 5,0 - ≤ 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 del- prover	Samlings- provets vikt (kg)
Torkade fikon och annan torkad frukt	≥ 15	15-30 ton	100	30
	< 15	--	10-100*	≤ 30
Jordnötter, pistasch- mandel, 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 delprover: 100. Om det rör sig om partier under 15 ton är antalet delprover 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 tre lika stora laboratorieprover på 10 kg före malning. Uppdelning av samlingsprovet 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 laboratorieprover.
- Laboratorieprov: ett laboratorieprov på 10 kg. Varje laboratorieprov bör finmalas 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 aflatoxinhalten i laboratorieproven inte överskrider gränsvärdet är delpartiet tjänligt.
 - Om aflatoxinhalten i samlingsprovet eller medelvärdet av aflatoxinhalten i laboratorieproven överskrider gränsvärdet är delpartiet otjänligt.

- För jordnötter, nötter och torkad frukt som är avsedda för direkt konsumtion som livsmedel:
 - Om inget av laboratorieproverna har en aflatoxinhalt som överskrider gränsvärdet är delpartiet tjänligt.
 - Om ett eller flera laboratorieprov(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 delprover om 100 g sammanförda i ett samlingsprov på 1 till 10 kg.

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

Tabell 3: Antal delprover som skall tas beroende på spannmålspartiets vikt

Partiets vikt (ton)	Antal delprover
≤ 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 Mjök

5.4.1 Provtagningsmetod

Provtagningsmetod enligt kommissionens beslut 91/180/EEG av den 14 februari 1991 om fastställande av vissa metoder för analys och provning av obehandlad och värmebehandlad mjök⁵.

Antal delprover: minst 5.

Samplingsprovets vikt: minst 0,5 kg eller 0,5 liter.

5.4.2 Bedömning av om ett parti eller 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 Bearbetade produkter och sammansatta livsmedel

5.5.1 Mjökprodukter

5.5.1.1 Provtagningsmetod

Provtagningsmetod enligt kommissionens direktiv 87/524 av den 6 oktober 1987 om gemenskapens stickprovsmetoder för kemisk analys för kontrollen av konserverade mjökprodukter⁶.

Antal delprover: minst 5.

För övriga mjökprodukter 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 EGT L 93, 13.4.1991, s. 1, Celex 391L0180.

⁶ EGT L 306, 28.10.1987, s. 24, Celex 387L0524.

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

5.5.2.1 Provtagningsmetod

- Antal delprover: 100. Om det rör sig om partier under 50 ton skall antalet delprover ligga mellan 10 och 100. Antalet är avhängigt av partiets vikt (se tabell 3, punkt 5.3.1 i detta avsnitt).
- Delprovets vikt skall vara omkring 100 g. Om det rör sig om partier förpackade för detaljhandeln är delprovets 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.

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 punkterna 5.2 och 5.3 för icke beredda jordbruksprodukter.

Avsnitt 2.

Beredningen av prover och kriterierna för analysmetoder för den offentliga kontrollen 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 466/2001 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 skall 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 proverna

För åtgärder inom den offentliga kontrollen, för handelns behov och som referensmaterial skall flera identiska prover tas från det homogeniserade materialet.

4. Krav på analysmetoder och laboratorier

4.1 Definitioner

I denna bilaga gäller följande definitioner.

- r : Repeterbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två enskilda analysresultat, som erhållits under repeterbara förhållanden (dvs. samma prov, samma analytiker, samma apparatur, samma laboratorium och ett kort tidsintervall), kan förväntas ligga inom en viss sannolikhetsgräns, vanligen 95 %, varav följer att $r = 2,8 \times s_r$.
- 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 $[(s_r/\bar{x})100]$, där \bar{x} är medelvärdet av resultaten från alla laboratorier och prover.
- R : Reproducerbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella analysresultat som erhållits under reproducerbara förhållanden (det vill säga resultat som erhållits av analytiker i olika laboratorier med identiskt provmaterial enligt den standardiserade analysmetoden), kan förväntas ligga inom en viss sannolikhet (vanligen 95 %), varav följer att $R = 2,8 \times s_R$.
- 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 $[(s_R/\bar{x})100]$.

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 gemenskapen⁷.

4.3 Särskilda krav

Om ingen specifik metod föreskrivs för fastställande av aflatoxinhalten i livsmedel 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

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

- Värdena skall tillämpas både på B₁ och på summan av B₁ + B₂ + G₁ + G₂.
- Om summan av de enskilda aflatoxinerna B₁ + B₂ + G₁ + G₂ 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 $[(s_R/x)100]$ och
 - C motsvarar koncentrationsgraden (dvs. 1 = 100g/100g, 0,001 = 1000 mg/kg).

⁷ EGT L 372, 31.12.1985, s 50, Celex 385L0591.

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 det 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 livsmedel⁸.

⁸ EGT L 290, 24.11.1993, s. 14, Celex 393L0099.

Avsnitt 1.

Provtagningsmetoder för offentlig kontroll av halterna av bly, kadmium, kvicksilver och 3-MCPD i vissa livsmedel

1. Syfte och omfattning

Prover avsedda för offentlig kontroll av halten bly, kadmium, kvicksilver och 3-MCPD i livsmedel skall tas enligt de metoder som anges nedan. De samlingsprover som man då får skall betraktas som representativa för de partier eller delpartier från vilka de togs. En tjänlighetsbedömning med avseende på de högsta tillåtna halterna enligt förordning (EG) nr 466/2001 skall göras på grundval av de halter som detekteras i laboratorieproverna.

2. Definitioner

I denna bilaga gäller följande definitioner.

- Parti: en identifierbar mängd livsmedel levererad i en omgång för vilken den ansvarige tjänstemannen fastställt att den uppvisar samma egenskaper, exempelvis i fråga om ursprung, sort, förpackningstyp, förpackare, avsändare eller märkning. När det gäller fisk skall också fiskarnas storlek vara jämförbar.
- Delparti: en del av ett stort parti som valts ut för provtagning. Varje delparti skall hållas fysiskt åtskilt och vara identifierbart.
- Delprov: en viss mängd material som tagits från ett och samma ställe i partiet eller delpartiet.
- Samlingsprov: en sammanslagning av alla delprover från ett parti eller delparti.
- Laboratorieprov: prov avsett för laboratorium.

3. Allmänna bestämmelser

3.1 Personal

Provtagningen skall utföras av en person som är kompetent för uppgiften och som tillsynsmyndigheten utsett för detta ändamål.

3.2 Material som skall provtas

Varje parti som skall analyseras skall provtas separat.

3.3 Säkerhetsåtgärder

Vid provtagningen och beredningen av prover skall undersökningsmaterialiet hanteras med sådan försiktighet att förändringar undviks som kan påverka bly-, kadmium-, kvicksilver- och 3-MCPD-halterna, eller som kan påverka analyserna eller samlingsprovernas representativitet.

3.4 Delprov

Delprov skall så långt det är möjligt tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Alla avvikelser från detta förfarande skall anges i det protokoll som avses i punkt 3.8.

3.5 Beredning av samlingsprov

Samlingsprovet erhålls genom sammanslagning av alla delproverna. Det skall väga minst 1 kg, utom när detta är praktiskt omöjligt, t.ex. när endast en förpackning har provtagits.

3.6 Uppdelning av samlingsprov

För åtgärder inom den offentliga kontrollen, för handelns behov och såsom referensprov skall laboratorieprover tas från det homogeniserade samlingsprovet. Laboratorieprover för åtgärder inom den offentliga kontrollen skall vara så stora att de räcker till åtminstone dubbelbestämningar.

3.7 Emballering och transport av samlings- och laboratorieprover

Varje samlings- och laboratorieprov skall placeras i en ren behållare som inte påverkar provets sammansättning och som ger tillräckligt skydd mot förlust av analyter genom adsorption till behållarens innervägg och skador under transporten.

Nödvändiga åtgärder skall också vidtas för att undvika att samlings- och laboratorieprovets sammansättning förändras under transport eller lagring.

3.8 Försegling och märkning av samlings- och laboratorieprover

Varje prov skall förseglas på provtagningsstället och 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 provtag-

ningen anges tillsammans med all ytterligare information som kan vara till hjälp för den som utför analysen.

4. Provtagningsmetod

Provtagningen skall helst ske vid den punkt där varan kommer in i livsmedelskedjan och ett särskilt parti kan identifieras. Man skall genom provtagningsmetoden se till att samlingsprovet är representativt för det parti som skall kontrolleras.

4.1 Antal delprover

När det gäller flytande produkter för vilka man kan anta att det främmande ämnet i fråga är jämnt fördelat i ett visst parti räcker det att ta ett delprov per parti, vilket sedan utgör samlingsprovet. Partiets nummer skall anges. Flytande produkter som innehåller hydrolyserat vegetabiliskt protein (HVP) eller flytande sojasås skall skakas väl eller homogeniseras på annat lämpligt sätt innan delprovet tas.

För andra produkter anges det minsta antal delprover som skall tas från partiet i tabell 1. Delproverna skall ha i stort sett samma vikt. Alla avvikelser från detta förfarande skall anges i det protokoll som avses i punkt 3.8.

Tabell 1: Minsta antal delprov som skall tas från ett parti

Partiets vikt (kg)	Minsta antal delprov
< 50	3
50-500	5
> 500	10

I tabell 2 anges hur många förpackningar som skall tas ut för att slås samman till ett samlingsprov i de fall då partiet består av enskilda förpackningar.

Tabell 2: Antal förpackningar (delprov) som skall tas ut till ett samlingsprov från partier bestående av enskilda förpackningar

Antal förpackningar eller enheter i partiet	Antal förpackningar eller enheter som skall ingå i ett samlingsprov
1-25	1
26-100	Cirka 5 %, dock minst 2
> 100	Cirka 5 %, dock högst 10

5 Partiets eller delpartiets överensstämmelse med gällande krav

Laboratoriet skall utföra minst två av varandra oberoende analyser av sådana laborieprover som är avsedda för tillsynsåtgärder. Därefter skall resultatens medelvärde beräknas.

Partiet eller delpartiet bedöms vara tjänligt, om medelvärdet inte överstiger de högsta tillåtna halterna enligt förordning (EG) nr 466/2001.

Partiet eller delpartiet bedöms vara otjänligt, om medelvärdet överstiger de högsta tillåtna halterna.

Avsnitt 2.

Beredningen av prov och kriterierna för analysmetoder för offentlig kontroll av halterna av bly, kadmium, kvicksilver och 3-MCPD i vissa livsmedel

1. Inledning

Det grundläggande kravet är att ett representativt och homogent laboratorieprov utan tillförande av sekundära föroreningar skall erhållas.

2. Särskilda provberedningsförfaranden för bly, kadmium och kvicksilver

Det finns många provberedningsförfaranden som ger tillfredställande resultat och som kan användas för produkterna i fråga. De förfaranden som beskrivs i utkastet till CEN-standarden *Foodstuffs - Determination of trace elements - Performance criteria and general consideration*⁹ (Bestämning av spårelement - kvalitetskrav och allmänna överväganden) har bedömts som tillräckliga, men även andra kan vara lika lämpliga.

Oberoende av förfarande skall följande iakttas:

- Tvåskaliga blötdjur, kräftdjur och småfisk: Om dessa normalt äts hela, skall inälvorna ingå i det material som analyseras.
- Grönsaker: Endast den ätliga delen skall undersökas, med beaktande av kraven i förordning (EG) nr 466/2001.

⁹ Utkast till standard prEN 13804, *Foodstuffs - Determination of Trace Elements - Performance Criteria and General Considerations*, CEN, Rue de Stassart 36, BE-1050 Bryssel.

3. Krav på analysmetoder och laboratorier

3.1 Definitioner

I denna bilaga gäller följande definitioner.

- r : Repeterbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella analysresultat, som erhållits under repeterbara förhållanden (dvs. samma prov, samma analytiker, samma apparatur, samma laboratorium och ett kort tidsintervall), kan förväntas ligga med en viss sannolikhet, vanligen 95 %, varav följer att $r = 2,8 \times s_r$.
- 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 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, där \bar{x} är medelvärdet av resultat från alla laboratorier och prov.
- R : Reproducerbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella analysresultat, som erhållits under reproducerbara förhållanden (dvs. resultat som erhållits av analytiker i olika laboratorier med identiskt provmaterial enligt den standardiserade analysmetoden), kan förväntas ligga med en viss sannolikhet (vanligen 95 %), varav följer att $R = 2,8 \times s_R$.
- 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 $[(s_R/\bar{x})100]$.
- $HORRAT_r$: Uppmätt RSD_r -värde delat med det RSD_r -värde som beräknats med hjälp av Horwitzekvationen utifrån antagandet $r = 0,66 \times R$.
- $HORRAT_R$: Uppmätt RSD_R -värde delat med det RSD_R -värde som beräknats med hjälp av Horwitzekvationen¹⁰.

3.2. Allmänna krav

De analysmetoder som används för kontroll av livsmedel skall så långt som möjligt 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 gemenskapen¹¹.

¹⁰ W Horwitz, Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs, Anal. Chem., 1982, nr 54, 67A-76A.

¹¹ EGT L 372, 31.12.1985, s. 50, Celex 385L0591.

För bestämning av halten av bly i vin fastställs analysmetod i kapitel 35 i bilagan till kommissionens förordning (EEG) nr 2676/90 om fastställande av gemensamma analysmetoder för vin¹².

3.3. Särskilda krav

3.3.1 Bly-, kadmium- och kvicksilveranalyser

Det föreskrivs inga särskilda metoder för bestämningen av bly-, kadmium- och kvicksilverhalterna. Laboratorierna skall använda en validerad metod som uppfyller kvalitetskraven i tabell 3. Om möjligt skall man vid valideringen inkludera ett certifierat referensmaterial bland provmaterialen.

Tabell 3: Kvalitetskrav på metoder för analys av bly, kadmium och kvicksilver.

Parameter	Värde/anmärkning
Tillämplighet	Livsmedel enligt förordning (EG) nr 466/2001
Detektionsgräns	Högst en tiondel av det gränsvärde som anges i förordning (EG) nr 466/2001. När det gränsvärde som anges för bly är lägre än 0,1 mg/kg gäller dock högst en femtedel av det angivna gränsvärdet.
Kvantifieringsgräns	Högst en femtedel av det gränsvärde som anges i förordning (EG) nr 466/2001. När det gränsvärde som anges för bly är lägre än 0,1 mg/kg gäller dock högst två femtedelar av det specificerade gränsvärdet.
Precision	HORRAT _r - eller HORRAT _R -värden under 1,5 i valideringens provningsjämförelse.
Utbyte	80-120 % (enligt vad som anges i provningsjämförelsen).
Selektivitet	Fri från matrisinterferenser eller spektrala interferenser.

¹² EGT L 272, 3.10.1990, s. 1, Celex 390R2676.

3.3.2 3-MCPD-analys

Inga särskilda metoder föreskrivs för bestämningen av 3-MCPD-halterna. Laboratorierna skall använda en validerad metod som uppfyller kraven i tabell 4. Om möjligt skall man vid valideringen inkludera ett certifierat referensmaterial bland avprovningssmaterialen. En särskild metod har validerats i en kollaborativ avprovning och har visat sig uppfylla kraven i tabell 4¹³.

Tabell 4: Kvalitetskrav på metoder för 3-MCPD-analys

Kriterium	Rekommenderat värde	Koncentration
Blankprov	Under detektionsgränsen	-
Utbyte	75-110 %	Alla
Kvantifieringsgräns	Högst 10 µg/kg i torrsubstans	-
Blankprovets standardavvikelse	Under 4 µg/kg	-
Intern uppskattning av precisionen - standardavvikelse av upprepade mätningar med olika koncentrationer	< 4 µg/kg	20 µg/kg
	< 6 µg/kg	30 µg/kg
	< 7 µg/kg	40 µg/kg
	< 8 µg/kg	50 µg/kg
	< 15 µg/kg	100 µg/kg

3.4 Uppskattningen av analysens tillförlitlighet och beräkningen av utbyte

Analysernas riktighet skall där det är möjligt uppskattas genom att man inkluderar lämpliga certifierade referensmaterial i analysserien.

Vederbörlig hänsyn skall också tas till Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement¹⁴ (Harmoniserade

¹³ Analysmetod för bestämning av halten av 3-monoklorpropan-1,2-diol i livsmedel och livsmedelsingredienser med hjälp av masspektroskopi, framlagd inför CEN TC 275 och AOAC International, finns även som Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods).

¹⁴ ISO/AOAC/IUPAC:s Harmonised Guidelines for the use of Recovery Information in Analytical Measurement. Redaktion: Michael Thompson, Steven I. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts och Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nr 71, 337-348.

riktlinjer för användningen av uppgifter om utbyte i analytiska mätningar), som utarbetas under IUPAC/ISO/AOAC:s överinseende.

3.5 Kvalitetskrav på laboratorierna

Laboratorierna skall vara ackrediterade och iaktta kraven i direktiv 93/99/EEG av den 29 oktober 1993 om ytterligare åtgärder för offentlig kontroll av livsmedel¹⁵.

3.6 Angivandet av resultaten

Resultaten skall uttryckas i samma enheter som anges för de högsta tillåtna halterna som fastställs i förordning (EG) nr 466/2001.

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

¹⁵ EGT L 290, 24.11.1993, s. 14, Celex 393L0099.