

KOMMISJONSDIREKTIV 98/53/EF**av 16. juli 1998****om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder til offentlig kontroll av innholdet av visse forurensende stoffer i næringsmidler(*)**

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE
FELLESSKAP HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fellesskap,

under henvisning til rådsdirektiv 85/591 av 20. desember 1985 om innføring på fellesskapsplan av metoder for prøvetaking og analyse med hensyn til kontroll av næringsmidler beregnet på konsum⁽¹⁾, særlig artikkel 1, og

ut fra følgende betraktninger:

Ved kommisjonsforordning (EF) nr. 1525/98 av 16. juli om endring av kommisjonsforordning (EF) nr. 194/97 av 31. januar 1997 om fastsettelse av høgsteholdet av visse ureinende stoff i næringsmiddel⁽²⁾ ble det fastsatt en øvre grense for innholdet av aflatoksiner i visse næringsmidler.

Ved rådsdirektiv 93/99/EØF av 29. oktober 1993 om tilleggstiltak i forbindelse med offentlig kontroll av næringsmidler⁽³⁾ ble det innført en ordning for kvalitetsstandarder for de laboratorier som på medlemsstatenes oppdrag foretar den offentlige kontroll av næringsmidler.

Prøvetaking spiller en svært viktig rolle når det gjelder å bestemme det nøyaktige innholdet av aflatoksiner, som vanligvis er svært heterogent fordelt i et parti.

Det må fastsettes generelle kriterier som analysemetodene må oppfylle for å sikre at laboratoriene som foretar kontrollen, benytter analysemetoder som gir den samme grad av pålitelighet.

Bestemmelsene om prøvetakings- og analysemetodene er fastsatt på grunnlag av de nåværende kunnskaper, og vil kunne tilpasses i tråd med den vitenskapelige og tekniske utvikling.

Prøvetakingsmetodene som nå benyttes av vedkommende myndigheter, varierer sterkt fra medlemsstat til medlemsstat. Vedkommende myndigheter i visse medlemsstater

kan ikke gjennomføre alle bestemmelser i dette direktiv med kort frist. Det er derfor nødvendig å fastsette en egnet overgangsperiode for anvendelsen av disse bestemmelser.

Medlemsstatene må gradvis endre sine prøvetakingsmetoder for å oppfylle bestemmelsene i vedleggene til dette direktiv på det tidspunktet da direktivet kommer til anvendelse. Det er derfor hensiktsmessig å gjennomgå anvendelsen av bestemmelsene med jevne mellomrom sammen med medlemsstatene.

Tiltakene i dette direktiv er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmidler —

VEDTATT DETTE DIREKTIV:

Artikkel 1

Medlemsstatene skal treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at prøvetaking for offentlig kontroll av innholdet av aflatoksiner i næringsmidler utføres etter de metoder som er beskrevet i vedlegg I til dette direktiv.

Artikkel 2

Medlemsstatene skal treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at preparering av prøver og analysemetoder brukt til offentlig kontroll av innholdet av aflatoksiner i næringsmidler oppfyller kriteriene i vedlegg II til dette direktiv.

Artikkel 3

Medlemsstatene skal innen 31. desember 2000 sette i kraft de lover og forskrifter som er nødvendige for å etterkomme dette direktiv. De skal umiddelbart underrette Kommisjonen om dette.

Disse bestemmelsene skal, når de vedtas av medlemsstatene, inneholde en henvisning til dette direktiv, eller det skal vises til direktivet når de kunngjøres. Nærmere regler for henvisningen fastsettes av medlemsstatene.

(*) Denne fellesskapsrettsakten, kunngjort i EFT L 201 av 17.7.1998, s. 93, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 93/1999 av 16. juli 1999 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se denne utgaven av EØS-tillegget til De Europeiske Fellesskaps Tidende.

(1) EFT L 372 av 31.12.1985, s. 50.

(2) EFT L 201 av 17.7.1998, s. 43.

(3) EFT L 290 av 24.11.1993, s. 14.

Artikkel 4

Dette direktiv trer i kraft den 20. dag etter at det er kunngjort i *De Europeiske Fellesskaps Tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstatene.

Utferdiget i Brussel, 16. juli 1998.

For Kommisjonen

Franz FISCHLER

Medlem av Kommisjonen

VEDLEGG I

Prøvetakingsmetoder til offentlig kontroll av innholdet av aflatoksiner i visse næringsmidler**1. Formål og anvendelsesområde**

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av aflatoksiner i næringsmidler skal tas etter de metodene som er angitt nedenfor. Samleprøvene som dermed oppnås, skal anses som representative for partiene. På grunnlag av det innholdet som blir funnet ved analyse av laboratorieprøvene, skal det fastslås om de øvre grensene fastsatt i kommisjonsforordning (EF) nr. 1525/98 er overholdt.

2. Definisjoner

Parti: En identifiserbar mengde av et næringsmiddel, levert under ett, der det ved offentlig kontroll er fastslått felles kjennetegn som f.eks. opprinnelse, art, emballasjetype, emballeringsbedrift, avsender eller merking.

Delparti: Del av et stort parti som er valgt ut med sikte på bruk av prøvetakingemetoden. Hvert delparti skal være fysisk atskilt og identifiserbart.

Enkeltprøve: En materialmengde som er tatt ut på ett enkelt sted i partiet eller delpartiet.

Samleprøve: Summen av enkeltprøvene fra et parti eller delparti.

Laboratorieprøve: Prøve bestemt for laboratoriet (delprøve).

3. Generelle bestemmelser**3.1. Personale**

Prøvetakingen skal utføres av en person som er utpekt i samsvar med gjeldende bestemmelser i medlemsstaten.

3.2. Materiale til prøvetaking

Prøvetakingen skal foretas separat for hvert parti som skal undersøkes. I samsvar med de særlige bestemmelsene i nr. 5 i dette vedlegg skal store partier deles opp i delpartier, som det skal tas separate prøver fra.

3.3. Forholdsregler

Under prøvetakingen og prepareringen av laboratorieprøvene skal det tas forholdsregler for å unngå forandringer som kan ha innvirkning på innholdet av aflatoksiner, ha skadelig innvirkning på den analytiske bestemmelse, eller forårsake at samleprøvene ikke er representative.

3.4. Enkeltprøver

Enkeltprøver bør så vidt mulig tas fra forskjellige steder i hele partiet eller delpartiet. Avvik fra denne prosedyren skal registreres på rapporten omhandlet i nr. 3.8.

3.5. Preparering av samleprøven og av laboratorieprøver (delprøver)

Samleprøven oppnås ved samling og tilstrekkelig blanding av enkeltprøvene. Etter blandingen må samleprøven deles i like store delprøver i samsvar med de særlige bestemmelsene i nr. 5 i dette vedlegg.

Blanding er nødvendig for å sikre at hver delprøve inneholder deler av hele partiet eller delpartiet.

3.6. Parallellprøver

Av den homogeniserte laboratorieprøven skal det tas parallellprøver for håndhevings-, handels- (klageadgangs-), eller referanseformål, med mindre dette er i strid med medlemsstatens bestemmelser om prøvetaking.

3.7. *Emballering og transport av laboratorieprøver*

Hver laboratorieprøve skal plasseres i en ren beholder av inert materiale som gir tilstrekkelig beskyttelse mot forurensning og skade som kan oppstå under transport. Alle nødvendige forholdsregler skal også tas for å unngå endringer av laboratorieprøvenes sammensetning som kan oppstå under transport eller lagring.

3.8. *Forsegling og merking av prøvene*

Hver prøve som er tatt til offentlig bruk, skal forsegles på prøvetakingsstedet og identifiseres i samsvar med gjeldende regler i medlemsstaten. For hver prøvetaking skal det utarbeides en rapport, slik at hvert parti entydig kan identifiseres, med angivelse av dato og sted for prøvetakingen og ytterligere opplysninger som kan være til hjelp for den som foretar analysen.

4. **Forklarende bestemmelser**4.1. *Forskjellige typer partier*

Næringsmidlene kan markedsføres i bulk, i containere, i enkeltemballasje (sekker, poser, forbrukerforpakning) osv. Prøvetakingsmetoden kan brukes uansett hvilken form næringsmidlene markedsføres i.

Med forbehold for de særlige bestemmelsene fastsatt i nr. 5 i dette vedlegg skal følgende formel brukes som rettesnor når det tas prøver av partier markedsført i sekker, poser eller forbrukerforpakning:

$$\text{Prøvetakingshyppighet} = \frac{\text{Partiets vekt} \times \text{enkeltprøvens vekt}}{\text{Samleprøvens vekt} \times \text{enkeltemballasjens vekt}}$$

— Vekt uttrykt i kg

Prøvetakingshyppighet: hver ...sekk eller pose som en enkeltp prøve skal hentes fra (desimaler avrundes til nærmeste hele tall).

4.2. *Enkeltp prøvens vekt*

Enkeltp prøven skal veie ca. 300 gram, med mindre annet er oppgitt i nr. 5 i dette vedlegg. For partier i forbrukerforpakning avhenger enkeltp prøvens vekt av forpakningens vekt.

4.3. *Antall enkeltp prøver for partier på under 15 tonn*

Antall enkeltp prøver som skal tas, avhenger av partiets vekt, og det skal tas minst 10 og høyst 100 prøver, med mindre annet er angitt i nr. 5 i dette vedlegg. Tallene i nedenstående tabell kan brukes for å bestemme hvor mange enkeltp prøver som skal tas.

Tabell 1: Antall enkeltp prøver som skal tas, avhengig av partiets vekt

Partiets vekt (i tonn)	Antall enkeltp prøver
≤ 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. Særlige bestemmelser

5.1. Generell oversikt over prøvetakingsmetoden for jordnøtter, nøtter, tørket frukt og korn

Tabell 2: Oppdeling av partiene i delpartier etter produkt og etter partiets vekt

Produkt	Partiets vekt (i tonn)	Vekt eller antall delpartier	Antall enkeltprøver	Samleprøve Vekt (kg)
Tørkede fikener og annen tørket frukt	≥ 15	15-30 tonn	100	30
	< 15	—	10-100(*)	≤ 30
Jordnøtter, pistasienøtter, paranøtter og andre nøtter	≥ 500	100 tonn	100	30
	> 125 og < 500	5 delpartier	100	30
	≥ 15 og ≤ 125	25 tonn	100	30
	< 15	—	10-100(*)	≤ 30
Korn	≥ 1 500	500 tonn	100	30
	> 300 og < 1 500	3 delpartier	100	30
	≥ 50 og ≤ 300	100 tonn	100	30
	< 50	—	10-100(*)	1-10

(*) Avhengig av partiets vekt — jf. nr. 4.3 eller 5.3 i dette vedlegg.

5.2. Jordnøtter, pistasienøtter og paranøtter

Tørkede fikener

Korn (partier ≥ 50 tonn)

5.2.1. Prøvetakingsmetode

- Forutsatt at delpartiene fysisk kan utskilles, skal hvert parti deles opp i delpartier i henhold til tabell 2 i nr. 5.1. Ettersom vekten på et parti ikke alltid vil være et eksakt multiplum av vekten av delpartiene, kan vekten av delpartiene overskride den angitte vekten med opptil 20 %.
- Prøvetakingen skal foretas separat for hvert delparti.
- Antall enkeltprøver: 100. For partier på under 15 tonn er antall enkeltprøver som skal tas, avhengig av partiets vekt, og det skal tas minst 10 og høyst 100 prøver.
- Vekten på samleprøven = 30 kg, som skal blandes og deles opp i tre like store delprøver à 10 kg og deretter males opp (oppdelingen i tre delprøver er ikke nødvendig for jordnøtter, nøtter og tørket frukt som skal sorteres eller gjennomgå andre former for fysisk behandling, dersom det tilgjengelige laboratorieutstyr har kapasitet til å homogenisere en prøve på 30 kg. Dersom samleprøven veier mindre enn 10 kg, må den ikke deles opp i tre laboratorieprøver.
- Laboratorieprøve: en delprøve på 10 kg (hver delprøve skal finmales separat og blandes grundig for å sikre en fullstendig homogenisering i samsvar med bestemmelsene i vedlegg II).
- Dersom prøvetakingen ikke kan foretas etter metoden beskrevet ovenfor uten at det får økonomiske konsekvenser som følge av skade på partiet (f.eks. pga. emballasjeformen eller transportmiddelet), kan det benyttes en annen prøvetakingsmetode, forutsatt at den er så representativ som mulig og at den beskrives og dokumenteres fullt ut.

5.2.2. Godkjenning av et parti eller et delparti

- For jordnøtter, nøtter og tørket frukt som skal gjennomgå sortering eller annen form for fysisk behandling:

- godkjenning dersom samleprøven eller gjennomsnittet av delprøvene ikke overskrider den øvre grensen,
- avslag dersom samleprøven eller gjennomsnittet av laboratorieprøvene overskrider den øvre grensen.
- For jordnøtter, nøtter og tørket frukt beregnet på direkte konsum:
 - godkjenning dersom ingen av delprøvene overskrider den øvre grensen,
 - avslag dersom en eller flere delprøver overskrider den øvre grensen.
 - Dersom samleprøven < 10 kg:
 - godkjenning dersom prøven ikke overskrider den øvre grensen,
 - avslag dersom prøven overskrider den øvre grensen.

5.3. Andre nøtter enn jordnøtter, pistasienøtter og paranøtter

Andre typer tørket frukt enn tørkede fikener

Korn (partier på under 50 tonn)

5.3.1. Prøvetakingsmetode

For disse produktene kan prøvetakingsmetoden i nr. 5.2.1 brukes. Tatt i betraktning den lave forekomsten av forurensning i disse produktene og/eller de nyere former for emballasje som de markedsføres i, kan imidlertid enklere metoder brukes.

For kornpartier under 50 tonn kan det brukes en prøvetakingsplan som, avhengig av partiets vekt, omfatter fra 10 til 100 enkeltprøver à 100 gram, noe som gir en samleprøve på mellom 1 og 10 kg. Tallene i nedenstående tabell kan brukes til å bestemme hvor mange enkeltprøver det skal tas.

Tabell 3: Antall enkeltprøver som skal tas av korn, etter vekten på partiet

Partiets vekt (i tonn)	Antall enkeltprøver
≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

5.3.2. Godkjenning av et parti eller et delparti

Se nr. 5.2.2.

5.4. Melk

5.4.1. Prøvetakingsmetode

Prøvetaking i samsvar med kommisjonsvedtak 91/180/EØF av 14. februar 1991 om fastsettelse av visse analyse- og prøvetakingsmetoder for rå melk og varmebehandlet melk⁽¹⁾:

⁽¹⁾ EFT L 93 av 13.4.1991, s. 1.

- antall enkeltprøver: minst 5,
- samleprøvens vekt: minst 0,5 kg eller 0,5 liter.

5.4.2. Godkjenning av et parti eller et delparti

- godkjenning dersom prøven ikke overskrider den øvre grensen,
- avslag dersom prøven overskrider den øvre grensen.

5.5. *Bearbeidede produkter og sammensatte næringsmidler*

5.5.1. Melkeprodukter

5.5.1.1. Prøvetakingsmetode

Prøvetaking i samsvar med kommisjonsdirektiv 87/524/EØF av 6. oktober 1987 om fastsettelse av prøvetakingsmetoder i Fellesskapet for kjemisk analyse ved kontroll av konserverte melkeprodukter⁽¹⁾.

Antall enkeltprøver: minst 5.

For andre melkeprodukter benyttes en tilsvarende prøvetakingsmetode.

5.5.1.2. Godkjenning av et parti eller et delparti

- godkjenning dersom prøven ikke overskrider den øvre grensen,
- avslag dersom prøven overskrider den øvre grensen.

5.5.2. Andre bearbeidede produkter med svært lav partikkelvekt, f. eks mel, fikenpasta, peanøttsmør (homogen fordeling av aflatoksinforurensningen)

5.5.2.1. Prøvetakingsmetode

- Antall enkeltprøver: 100. For partier på under 50 tonn bør antall prøver være mellom 10 og 100, avhengig av partiets vekt (se tabell 3 i nr. 5.3.1).
- Enkeltprøvens vekt skal være ca. 100 gram. For partier i forbrukerforpakning er enkeltprøvens vekt avhengig av vekten på emballasjen.
- Samleprøvens vekt = 1-10 kg, tilstrekkelig blandet.

5.5.2.2. Antall prøver som skal tas

- Antall samleprøver som skal tas, er avhengig av partiets vekt. Oppdelingen av partiet i delpartier skal foretas som angitt for korn i nr. 5.2.
- Prøvetakingen skal foretas separat for hvert delparti.

5.5.2.3. Godkjenning av et parti eller et delparti

- godkjenning dersom prøven ikke overskrider den øvre grensen,
- avslag dersom prøven overskrider den øvre grensen.

5.6. *Andre bearbeidede produkter med relativt stor partikkelstørrelse (heterogen fordeling av aflatoksinforurensningen)*

Prøvetakingsmetode og godkjenning i samsvar med bestemmelsene i nr. 5.2 og 5.3 for ubearbeidede landbruksvarer.

(¹) EFT L 306 av 28.10.1987, s. 24.

VEDLEGG II

Preparering av prøver og kriterier for analysemetoder brukt til offentlig kontroll av innholdet av aflatoksiner i visse næringsmidler**1. Innledning****1.1. Forholdsregler**

Dagslys bør i størst mulig grad unngås under analysen, da det skjer en gradvis nedbryting av aflatoksin når det utsettes for ultrafiolett lys. Siden fordelingen av aflatoksin er ekstremt heterogen, bør prøvene prepareres (og særlig homogeniseres) med den største omhu.

Alt materiale som laboratoriet mottar, skal brukes til preparering av prøvemateriale.

1.2. Beregning av forholdet skall/kjerner i hele nøtter

De øvre grensene fastsatt for aflatoksiner i kommisjonsforordning (EF) nr. 1525/98 får anvendelse på den spiselige delen.

Innholdet av aflatoksiner i den spiselige delen kan bestemmes på følgende måter:

- De hele nøttene i prøvene avskalles, og innholdet av aflatoksiner bestemmes direkte i den spiselige delen.
- Prøven prepareres med uavskallede nøtter. Prøvetakings- og analysemetoden må i så fall gjøre det mulig å beregne kjernenes vekt i samleprøven. Kjernenes vekt skal beregnes etter at det er fastlagt en egnet faktor for forholdet mellom skall og kjerne i hele nøtter. Ved hjelp av dette forholdet beregnes andelen av kjerner i samleprøven som brukes til preparering og analyse av prøven. Ca. 100 hele nøtter skal for dette formål utskilles vilkårlig fra partiet eller samleprøven. Faktoren kan fastlegges ved at et hundretalls nøtter veies og avskalles, hvoretter skall og kjerner veies separat. Denne faktoren for forholdet mellom skall og kjerne kan også benyttes ved senere analyser. Dersom det fastslås at en laboratorieprøve overskrider den øvre grensen, skal imidlertid forholdet mellom skall og kjerne for denne prøven bestemmes ved hjelp av ovennevnte metode.

2. Behandling av prøven i laboratoriet

Hver laboratorieprøve som tas, skal finmales og blandes omhyggelig etter en metode som sikrer fullstendig homogenisering.

3. Underoppdeling av prøver som tas for håndhevings- og klageadgangsmål

Parallellprøvene som tas for håndhevings-, handels- (klageadgangs-) eller referanseformål, skal tas av det homogeniserte materialet, med mindre dette er i strid med medlemsstatens bestemmelser om prøvetaking.

4. Analysemetode som laboratoriet skal bruke og krav til laboratoriekontroll**4.1. Definisjoner**

Nedenfor følger noen av de vanligst brukte definisjonene som laboratoriene skal bruke.

De mest benyttede presisjonsparametrene er repeterbarhet og reproduserbarhet.

$r =$ Repeterbarhet: den verdi som innenfor en bestemt sannsynlighet (normalt 95 %) kan forventes å ligge under den absolutte differanse mellom to prøvingsresultater oppnådd under repeterbarhetsforhold (dvs. samme prøve, samme person, samme apparatur, samme laboratorium og kort tidsintervall), hvorav følger at $r = 2,8 \times s_p$.

- s_r = Standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under repeterbarhetsforhold.
- RSD_r = Relativt standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under repeterbarhetsforhold $[(S_r/x) \times 100]$, der x er gjennomsnittet av resultatene for samtlige laboratorier og prøver.
- R = Reproduserbarhet: den verdi som innenfor en bestemt sannsynlighet (normalt 95 %) kan forventes å ligge under den absolutte differanse mellom prøvingsresultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold (dvs. av personer ved ulike laboratorier ved bruk av den standardiserte prøvingsmetoden med identisk materiale), hvorav følger at $R = 2,8 \times s_R$.
- s_R = Standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold.
- RSD_R = Relativt standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold $[(S_R/x) \times 100]$.

4.2. Generelle krav

Analysemetodene som benyttes ved kontroll av næringsmidler, skal så langt det er mulig være i samsvar med bestemmelsene i nr. 1 og 2 i vedlegget til rådsdirektiv 85/591/EØF.

4.3 Særskilte krav

Dersom det ikke er foreskrevet noen spesiell metode for bestemmelse av innholdet av aflatoksiner i næringsmidler på fællesskapsplan, kan laboratoriene selv velge hvilken metode de vil benytte, forutsatt at den oppfyller følgende kriterier:

Kriterium	Konsentrasjonsområde	Anbefalt verdi	Høyeste tillatte verdi
Blindprøve	Alle	Ubetydelig	
Gjenfinning — aflatoksin M1	0,01-0,5 µg/L >0,05 µg/L	60 til 120 % 70 til 110 %	
Gjenfinning — aflatoksin B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	<1,0 µg/L 1-10 µg/L >10 µg/L	50 til 120 % 70 til 110 % 80 til 110 %	
Presisjon RSDR	Alle	Som avledet av Horwitz' ligning	2 x verdien som er avledet av Horwitz' ligning

Presisjon RSDr kan beregnes som 0,66 ganger presisjon RSD_R ved den relevante konsentrasjon.

Merknader:

- Verdiene gjelder både for B₁ og for summen av B₁+B₂+G₁+G₂.
- Dersom summene for de enkelte aflatoksinene B₁+B₂+G₁+G₂ skal oppgis, må hvert aflatoksins reaksjon på analysemetoden enten være kjent eller ekvivalent.
- Påvisningsgrensene til de metodene som brukes, er ikke angitt, da presisjonsverdiene er oppgitt ved de relevante konsentrasjoner.
- Presisjonsverdiene beregnes ut fra Horwitz' ligning, dvs.:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

der:

- RSD_R står for det relative standardavviket beregnet ut fra resultater som er oppnådd under reproduserbarhetsforhold $[(S_R/x) \times 100]$.
- C er konsentrasjonsforholdet (dvs. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

Dette er en generell presisjonsligning som er funnet å være uavhengig av analytt og matrise og som bare er avhengig av konsentrasjonen for de fleste rutineanalysemetoders vedkommende.

4.4. *Gjenfinningsberegning*

Analyseresultatet skal oppgis korrigert eller ukorrigert for gjenfinning. Registreringsmåte og gjenfinningsprosent må oppgis.

4.5. *Kvalitetssikring av laboratoriene*

Laboratoriene skal oppfylle bestemmelsene i rådsdirektiv 93/99/EF.
