

„Anhang XIII**PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DER BENZO(A)PYREN-GEHALTE IN BESTIMMTEN LEBENSMITTELN****1. Zweck und Anwendungsbereich**

Proben für die amtliche Bestimmung der Benzo(a)pyren-Gehalte in Lebensmitteln sind nach dem unten beschriebenen Verfahren zu entnehmen. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Partien anzusehen. Die bei der Analyse der Laborproben festgestellten Befunde geben Aufschluss darüber, ob die in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

2. Definitionen

- Partie: eine unterscheidbare Menge eines in einer Sendung angelieferten Lebensmittels, das gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender oder Kennzeichnung aufweist;
- Teilpartie: bestimmter Teil einer Partie, der dem Probenahmeverfahren zu unterziehen ist; jede Teilpartie muss physisch getrennt und identifizierbar sein;
- Einzelprobe: an einer einzigen Stelle der Partie oder der Teilpartie entnommene Menge;
- Sammelprobe: die ungeteilte Gesamtheit der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Einzelproben;
- Laborprobe: für die Laboruntersuchung bestimmte Probe.

3. Allgemeine Bestimmungen**3.1 Personal**

Die Probenahme wird von einer befugten Person vorgenommen.

3.2 Material, dem Proben zu entnehmen sind

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben.

3.3 Vorsichtsmaßnahmen

Bei der Probenahme und der Vorbereitung der Proben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Veränderungen zu verhindern, die sich auf den Benzo(a)pyren-Gehalt auswirken, die analytische Bestimmung stören oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigen könnten.

3.4 Einzelproben

Sie sind möglichst an verschiedenen, über die ganze Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von dieser Regel sind im Protokoll zu vermerken.

3.5 Vorbereitung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigung der Einzelproben hergestellt. Diese Sammelprobe wird im Labor homogenisiert.

3.6 Unterteilung der Probe in amtliche Probe und Gegenproben

Die amtliche Probe und die Gegenproben sind gemäß § 36 Abs. 5 LMSVG der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen. Bei verpackten Waren sind die Laborproben durch zufällige Auswahl aus der Sammelprobe zu bilden.

3.7 Verpackung und Versand der Proben

Jede Sammel- bzw. Laborprobe ist in ein sauberes, inertes Behältnis zu verbringen, das angemessenen Schutz gegen Kontamination und Beschädigung beim Transport bietet. Alle notwendigen Vorkehrungen sind zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Probe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8 Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede amtliche Probe ist am Ort der Entnahme gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats zu versiegeln und kennzeichnen.

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität der beprobten Partie eindeutig hervorgeht, wobei Datum und Ort der Probenahme sowie sämtliche zusätzlichen Informationen, die bei der Analyse von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

4. Probenahmepläne

Mit dem verwendeten Probenahmeverfahren ist sicherzustellen, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

4.1 Anzahl der Einzelproben

Bei Ölen, bei denen eine homogene Verteilung des Benzo(a)pyren in der jeweiligen Partie angenommen werden kann, reichen drei Einzelproben aus der Partie für eine Sammelprobe aus. Die Partienummer ist dabei anzugeben. Weitere Informationen über die Probenahme bei Olivenöl und Oliventresteröl sind in der Verordnung (EG) Nr. 1989/2003 der Kommission ⁽¹⁾ enthalten.

Für andere Erzeugnisse ist die der Partie zu entnehmende Mindestanzahl an Einzelproben in Tabelle 1 aufgeführt. Die Einzelproben müssen gleich viel und jeweils mindestens 100 g wiegen, so dass eine Sammelprobe von mindestens 300 g entsteht (siehe Nummer 3.5).

TABELLE 1

Mindestanzahl der einer Partie zu entnehmenden Einzelproben

Gewicht der Partie (in kg)	Mindestanzahl der zu entnehmenden Einzelproben
< 50	3
50-500	5
> 500	10

Besteht die Partie aus einzelnen Packungen, ist die Anzahl der aus der Sammelprobe zu entnehmenden Packungen gemäß Tabelle 2 zu wählen.

TABELLE 2

Anzahl der Packungen (Einzelproben), aus denen eine Sammelprobe zusammengestellt wird, wenn die Partie aus Einzelpackungen besteht

Anzahl der Packungen oder Einheiten in der Partie oder Teilpartie	Anzahl der zu entnehmenden Packungen oder Einheiten
1-25	1 Packung oder Einheit
26-100	Etwa 5 %, mindestens 2 Packungen oder Einheiten
> 100	Etwa 5 %, höchstens 10 Packungen oder Einheiten

4.2 Probenahme im Einzelhandel

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Einzelhandelsstufe sollte, wenn möglich, gemäß den oben genannten Probenahmebestimmungen erfolgen. Ist dies nicht möglich, können auf der Ebene des Einzelhandels andere wirksame Probenahmeverfahren angewandt werden, sofern sie für die beprobte Partie eine ausreichende Repräsentativität gewährleisten.

5. Übereinstimmung der Partie bzw. Teilpartie mit den Höchstgehalten

Sofern das Ergebnis der ersten Analyse weniger als 20 % unter- oder oberhalb des Höchstgehalts liegt, analysiert das Kontrolllabor die Laborprobe für Bestätigungszwecke in zwei getrennten Analysen, und berechnet in diesem Fall den Mittelwert der Ergebnisse.

Die Partie wird akzeptiert, wenn das Ergebnis der ersten Analyse oder — sofern zwei Analysen erforderlich sind — der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den entsprechenden Höchstgehalt (gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001) nicht überschreitet.

Die Partie entspricht nicht dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt, wenn das Ergebnis der ersten Analyse oder — sofern zwei Analysen erforderlich sind — der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet.

⁽¹⁾ ABl. L 295 vom 13.11.2003, S. 57.

Anhang XIV

PROBENVORBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEVERFAHREN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DER BENZO(A)PYREN-GEHALTE IN LEBENSMITTELN

1. Vorsichtsmaßnahmen und allgemeine Überlegungen in Bezug auf Benzo(a)pyren in Lebensmittelproben

Hauptaufgabe der Probenahme ist es, eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination zu erhalten.

Die die Analyse durchführende Person sollte sicherstellen, dass die Proben nicht während der Probenvorbereitung kontaminiert werden. Vor Gebrauch sollten Behälter mit hochreinem Aceton oder Hexan (p.A., HPLC-Qualität oder gleichwertig) ausgespült werden, damit die Gefahr einer Kontamination auf ein Minimum beschränkt wird. Sofern möglich, sollten mit der Probe in Berührung kommende Geräte aus reaktionslosen Materialien bestehen, z. B. aus Aluminium, Glas oder poliertem nichtrostendem Stahl. Die Verwendung von Kunststoffen wie Polypropylen, PTFE usw. ist zu vermeiden, da der Analyt sich adsorptiv an diese Materialien anlagern kann.

Das gesamte dem Labor zugesandte Probenmaterial ist für die Vorbereitung des Untersuchungsmaterials zu verwenden. Nur sehr sorgfältig homogenisierte Proben ermöglichen reproduzierbare Ergebnisse.

Es gibt viele zufrieden stellende spezifische Probenvorbereitungsverfahren, die eingesetzt werden können.

2. Behandlung der im Laboratorium erhaltenen Probe

Die gesamte Sammelprobe ist nach einem Verfahren, das nachweislich eine vollständige Homogenisierung gewährleistet, (gegebenenfalls) fein zu zermahlen und sorgfältig zu vermischen.

3. Unterteilung der Probe in amtliche Probe und Gegenproben

Die amtliche Probe und die Gegenproben sind gemäß § 36 Abs. 5 LMSVG der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen.

4. Vom Laboratorium anzuwendendes Analyseverfahren und Kontrollanforderungen

4.1. Definitionen

Nachstehend eine Reihe der gebräuchlichsten Definitionen, die das Labor verwenden sollte:

r = Wiederholbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbarkeitsbedingungen (d. h. dieselbe Probe, derselbe Prüfer, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (im Regelfall 95 %) erwarten darf, so dass $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_r = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

R = Reproduzierbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen einzelnen Prüfergebnissen, die unter Reproduzierbarkeitsbedingungen (d. h. an identischem Material von Prüfern in verschiedenen Labors nach dem standardisierten Testverfahren) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (in der Regel 95 %) erwarten darf; so dass $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_R = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, wobei \bar{x} den Durchschnitt der Ergebnisse aller Labors und Proben darstellt.

$HORRAT_r$ = die ermittelte RSD_r geteilt durch den RSD_r -Wert, geschätzt nach der Horwitz-Gleichung (Quelle 1) unter Verwendung der Annahme $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = der ermittelte RSD_R -Wert, berechnet nach der Horwitz-Gleichung.

U = die erweiterte Messunsicherheit bei einem Erweiterungsfaktor von 2, der zu einem Grad des Vertrauens von ca. 95 % führt.

4.2. Allgemeine Anforderungen

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analyseverfahren müssen Anhang III der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie die Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz entsprechen.

4.3. Spezifische Anforderungen

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Benzo(a)pyren-Gehalten in Lebensmitteln vorgeschrieben sind, können Laboratorien ein beliebiges validiertes Verfahren auswählen, sofern es die Kriterien der nachfolgenden Tabelle erfüllt. Die Validierung sollte idealerweise zertifiziertes Referenzmaterial einschließen.

TABELLE
Leistungskriterien für Methoden zur Analyse auf Benzo(a)pyren

Parameter	Wert/Kommentar
Anwendungsbereich	Lebensmittel gemäß der Verordnung (EG) Nr. 208/2005
Nachweisgrenze	Höchstens 0,3 µg/kg
Bestimmungsgrenze	Höchstens 0,9 µg/kg
Präzision	HORRAT _r - oder HORRAT _R -Werte von weniger als 1,5 gemäß Ringversuch
Wiederfindungsrate	50—120 %
Spezifität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen, Überprüfung des positiven Nachweises

4.3.1. Leistungskriterien — das Konzept der Ungenauigkeitsfunktion

Die Eignung der vom Labor zu verwendenden Analyseverfahren kann jedoch auch mittels eines Ungenauigkeitsansatzes bewertet werden. Das Labor kann eine Methode einsetzen, die Ergebnisse mit einer maximalen Standardungenauigkeit liefert. Die maximale Standardungenauigkeit ergibt sich aus der nachstehenden Formel:

$$U_f = \sqrt{[(LOD / 2)^2 + (0,2C)^2]}$$

dabei ist:

- U_f die maximale Standardungenauigkeit,
- LOD die Nachweisgrenze der Methode,
- C die jeweilige Konzentration

Liefert eine Analyseverfahren Ergebnisse mit Messungenauigkeiten, die unter der maximalen Standardungenauigkeit liegen, gilt die Methode als gleichermaßen geeignet wie eine Methode, die die Leistungskriterien in der Tabelle erfüllt.

4.4. Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtigt oder unberichtigt angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das berichtigte Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang XIII Nummer 5).

Die die Analyse durchführende Person sollte den „European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation“ berücksichtigen (Quelle 2).

Das Analyseergebnis ist als $x \pm U$ anzugeben, wobei x das Analyseergebnis und U die Messungenauigkeit darstellen.

4.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen Art. 12 Abs. 2 der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie die Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz entsprechen. Die Laboratorien müssen gemäß Akkreditierungsgesetz – AkkG akkreditiert sein.

4.6. Sonstige Überlegungen hinsichtlich der Analyse

Eignungsprüfung

Teilnahme an Eignungsprüfungsprogrammen gemäß dem „Internationalen harmonisierten Protokoll für fachkundiges Testen von (chemischen) Analyselaboratorien“ (Quelle 3), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden.

Interne Qualitätskontrolle

Die Kontrolllaboratorien sollten in der Lage sein, den Nachweis zu erbringen, dass sie über interne Qualitätskontrollverfahren verfügen. Beispiele hierfür sind die international harmonisierten Richtlinien für interne Qualitätskontrolle in Laboratorien für analytische Chemie der ISO/AOAC/IUPAC (Quelle 4).

QUELLEN

1. W. Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
2. European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation, 2004.
(http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm).
3. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (auch veröffentlicht in J. AOAC International, 1993, 76, 926).
4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

Anhang XV**PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DES GEHALTS AN FUSARIENTOXINEN IN BESTIMMTEN LEBENSMITTELN****1. Zweck und Anwendungsbereich**

Im Folgenden wird das Verfahren für die Entnahme von Proben für die amtliche Kontrolle des Gehalts an Fusarientoxinen in Lebensmitteln beschrieben. Die nach diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Partien anzusehen. Anhand der in den Laborproben bestimmten Gehalte wird beurteilt, ob die in Anhang I der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

2. Definitionen

Für die Zwecke dieses Anhangs gelten die folgenden Definitionen:

Partie: eine unterscheidbare Menge eines in einer Sendung angelieferten Lebensmittels, das gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender oder Kennzeichnung aufweist;

Teilpartie: bestimmter Teil einer großen Partie, der dem Probenahmeverfahren zu unterziehen ist; jede Teilpartie muss physisch getrennt und identifizierbar sein;

Einzelprobe: an einer einzigen Stelle der Partie oder Teilpartie entnommene Menge;

Sammelprobe: Menge, die durch Vereinigen aller einer Partie oder Teilpartie entnommenen Einzelproben erhalten wird.

3. Allgemeine Vorschriften**3.1. Personal**

Die Probenahme wird von einer befugten Person vorgenommen.

3.2. Material, dem Proben zu entnehmen sind

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben. Große Partien werden nach den unter Nummer 4.3 genannten Vorschriften in Teilpartien aufgeteilt, die einzeln zu beproben sind.

3.3. Vorsichtsmaßnahmen

Bei der Probenahme und der Aufbereitung der Proben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um zu verhindern, dass Veränderungen eintreten, die sich auf den Gehalt an Fusarientoxin auswirken, die analytische Bestimmung stören oder dazu führen, dass die Sammelproben nicht mehr repräsentativ sind.

3.4. Einzelproben

Einzelproben sind möglichst an verschiedenen, über die ganze Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von dieser Vorgehensweise sind im Protokoll zu vermerken.

3.5. Herstellung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigen der Einzelproben hergestellt.

3.6. Unterteilung der Probe in amtliche Probe und Gegenproben

Die amtliche Probe und die Gegenproben sind gemäß § 36 Abs. 5 LMSVG der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen. Die Laborproben für die amtliche Untersuchung und Gegenuntersuchung werden durch zufällige Auswahl von einzelnen Einheiten aus der Sammelprobe gebildet.

3.7. Verpackung und Versand der Proben

Jede Probe wird in ein sauberes, inertes Behältnis verbracht, das angemessenen Schutz vor Kontamination und Beschädigung beim Transport bietet. Alle notwendigen Vorkehrungen sind zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Probe während des Transports oder der Lagerung verändert.

3.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede Probe wird am Ort der Entnahme vorschriftsmäßig versiegelt und gekennzeichnet.

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität der Partie eindeutig hervorgeht, wobei Datum und Ort der Probenahme sowie alle zusätzlichen Informationen, die für den Analytiker von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

4. Besondere Vorschriften

4.1. Verschiedene Arten von Partien

Die Lebensmittel können als Schüttgut, in Behältern oder in Einzelverpackungen (Säcken, Beuteln, Einzelhandelspackungen usw.) gehandelt werden. Das Probenahmeverfahren ist auf jede Art der Aufmachung der Erzeugnisse anwendbar.

Unbeschadet der besonderen Vorschriften gemäß den Nummern 4.3, 4.4 und 4.5 kann sich die Beprobung von Partien in Einzelverpackungen (Säcken, Beuteln, Einzelhandelspackungen usw.) an folgender Formel orientieren:

$$\text{Häufigkeit der Probenahme } n = \frac{\text{Gewicht der Partie} \times \text{Gewicht der Einzelprobe}}{\text{Gewicht der Sammelprobe} \times \text{Gewicht der Einzelverpackung}}$$

— Gewicht: in kg auszudrücken.

— Häufigkeit der Probenahme: aus jedem n-ten Sack oder Beutel muss eine Einzelprobe gezogen werden (Dezimalzahlen sind auf die nächste ganze Zahl zu runden).

4.2. Gewicht der Einzelprobe

Das Gewicht der Einzelprobe beträgt etwa 100 g, soweit im Anhang nicht anders definiert. Bei Partien in Einzelhandelspackungen hängt das Gewicht der Einzelprobe vom Gewicht der Einzelhandelspackung ab.

4.3. Allgemeine Übersicht über das Probenahmeverfahren für Getreide und Getreideerzeugnisse

TABELLE 1

Unterteilung der Partien in Teilpartien in Abhängigkeit vom Erzeugnis und vom Gewicht der Partie

Erzeugnis	Gewicht der Partie (Tonnen)	Gewicht oder Anzahl der Teilpartien	Anzahl der Einzelproben je Teilpartie	Gewicht der Sammelprobe (kg)
Getreide und Getreideerzeugnisse	$\geq 1\ 500$	500 Tonnen	100	10
	> 300 und $< 1\ 500$	3 Teilpartien	100	10
	≥ 50 und ≤ 300	100 Tonnen	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) Abhängig vom Gewicht der Partie — vgl. Tabelle 2.

4.4. Probenahmeverfahren für Getreide und Getreideerzeugnisse bei Partien ≥ 50 Tonnen

— Unter der Bedingung, dass die Teilpartien physisch getrennt werden können, muss jede Partie gemäß Tabelle 1 in Teilpartien unterteilt werden. Da das Gewicht der Partie nicht immer ein exaktes Vielfaches des Gewichts der Teilpartien ist, darf das Gewicht der Teilpartien das genannte Gewicht um höchstens 20 % überschreiten.

— Jede Teilpartie ist getrennt zu beproben.

— Anzahl der Einzelproben: 100; Gewicht der Sammelprobe = 10 kg.

— Ist es nicht möglich, das vorstehend beschriebene Probenahmeverfahren anzuwenden, da sich aus einer Beschädigung der Partie unverhältnismäßig große wirtschaftliche Nachteile ergeben würden (wegen der Verpackungsart, der Transportweise usw.), so kann ein alternatives Probenahmeverfahren angewendet werden, vorausgesetzt dieses ist so repräsentativ wie möglich und wird umfassend beschrieben und dokumentiert.

4.5. Probenahmeverfahren für Getreide und Getreideerzeugnisse bei Partien < 50 Tonnen

Für Partien von Getreide und Getreideerzeugnissen unter 50 Tonnen muss ein Probenahmeverfahren angewendet werden, das — je nach Gewicht der Partie — aus 10 bis 100 Einzelproben

besteht, die eine Sammelprobe mit einem Gewicht zwischen 1 und 10 kg ergeben. Bei sehr kleinen Partien ($\leq 0,5$ Tonnen) können weniger Einzelproben entnommen werden. Die Sammelprobe, in der alle Einzelproben vereinigt sind, muss jedoch auch in diesem Fall mindestens 1 kg wiegen.

Anhand Tabelle 2 kann die Anzahl der zu entnehmenden Einzelproben ermittelt werden:

TABELLE 2

Anzahl der Einzelproben in Abhängigkeit vom Gewicht der Partie Getreide oder Getreideerzeugnisse

Gewicht der Partie (Tonnen)	Anzahl der Einzelproben
$\leq 0,05$	3
$> 0,05 - \leq 0,5$	5
$> 0,5 - \leq 1$	10
$> 1 - \leq 3$	20
$> 3 - \leq 10$	40
$> 10 - \leq 20$	60
$> 20 - \leq 50$	100

4.6. Probenahmeverfahren für Lebensmittel, die für Säuglinge und Kleinkinder bestimmt sind

— Das Probenahmeverfahren für Getreide und Getreideerzeugnisse gemäß Nummer 4.5 ist auf Lebensmittel, die für Säuglinge und Kleinkinder bestimmt sind, anwendbar. Dies bedeutet, dass die Anzahl der zu entnehmenden Einzelproben vom Gewicht der Partie abhängt, wobei gemäß Tabelle 2 unter Nummer 4.5 mindestens 10 und höchstens 100 Proben zu entnehmen sind. Bei sehr kleinen Partien ($\leq 0,5$ Tonnen) können weniger Einzelproben entnommen werden; die Sammelprobe, in der alle Einzelproben vereinigt sind, muss jedoch auch in diesem Fall mindestens 1 kg wiegen.

— Eine Einzelprobe sollte etwa 100 g wiegen. Sind Partien in Einzelhandelspackungen abgepackt, hängt das Gewicht der Einzelprobe vom Gewicht der Einzelhandelspackung ab und bei sehr kleinen Partien ($\leq 0,5$ Tonnen) müssen die Einzelproben so viel wiegen, dass die Sammelprobe, in der sie vereinigt sind, mindestens 1 kg wiegt.

— Gewicht der Sammelprobe = 1-10 kg, ausreichend gemischt.

4.7. Probenahme im Einzelhandel

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Ebene des Einzelhandels sollte, soweit dies möglich ist, nach den unter den Nummern 4.4 und 4.5 beschriebenen Probenahmeverfahren durchgeführt werden. In Fällen, in denen dies nicht möglich ist, können andere geeignete Probenahmeverfahren angewandt werden, vorausgesetzt, dass die nach diesen Verfahren genommenen Sammelproben ausreichend repräsentativ für die beprobten Partien sind.

5. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie

— Akzeptanz, wenn die Sammelprobe den Höchstgehalt nicht überschreitet, wobei die Messunsicherheit und die Berichtigung um die Wiederfindungsrate berücksichtigt werden;

— Zurückweisung, wenn die Sammelprobe den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet, wobei die Messunsicherheit und die Berichtigung um die Wiederfindungsrate berücksichtigt werden.

Anhang XVI

PROBENAUFBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEMETHODEN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DES GEHALTS AN FUSARIENTOXINEN IN BESTIMMTEN LEBENSMITTELN

1. Vorsichtsmaßnahmen

Da die Verteilung von Fusariientoxinen nicht homogen ist, müssen die Proben besonders sorgfältig aufbereitet und homogenisiert werden.

Das gesamte, dem Labor zugesandte Probenmaterial ist für die Probenaufbereitung zu verwenden.

2. Behandlung der im Labor eingegangenen Probe

Jede Laborprobe ist nach einem Verfahren, das nachweislich eine vollständige Homogenisierung gewährleistet, fein zu zermahlen und sorgfältig zu vermischen.

Sofern der Höchstgehalt für die Trockenmasse gilt, ist bei einem Teil der homogenisierten Probe mithilfe eines Verfahrens, mit dem die Trockenmasse nachweislich genau bestimmt werden kann, die Trockenmasse zu bestimmen.

3. Unterteilung der Probe in amtliche Probe und Gegenproben

Die amtliche Probe und die Gegenproben sind gemäß § 36 Abs. 5 LMSVG der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen.

4. Vom Labor anzuwendende Analysemethoden und Kontrollanforderungen an das Labor

4.1 Definitionen

Nachstehend eine Reihe der gebräuchlichsten Definitionen, die das Labor verwenden sollte:

Die gebräuchlichsten Präzisionsparameter sind die Wiederholbarkeit und die Reproduzierbarkeit.

r = Wiederholbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbarkeitsbedingungen (d. h. dieselbe Probe, derselbe Prüfer, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (im Regelfall 95 %) erwarten darf, so dass $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_r = Relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

R = Reproduzierbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen einzelnen Prüfergebnissen, die unter Reproduzierbarkeitsbedingungen (d. h. an identischem Material von Prüfern in verschiedenen Labors nach dem standardisierten Testverfahren) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (in der Regel 95 %) erwarten darf; $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_R = Relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

4.2 Allgemeine Anforderungen

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analyseverfahren müssen Anhang III der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie die Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz entsprechen.

4.3 Spezifische Anforderungen

4.3.1 Leistungskriterien

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Fusarien-toxinen in Lebensmitteln vorgeschrieben sind, können Labore ein beliebiges Verfahren auswählen, wenn es die folgenden Kriterien erfüllt:

a) Leistungsmerkmale für die Bestimmung von Deoxynivalenol

Konzentration µg/kg	Deoxynivalenol		
	RSD_r (%)	RSD_R (%)	Wiederfindungsrate (%)
> 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	60-100
> 500	≤ 20	≤ 40	70-120

b) Leistungsmerkmale für die Bestimmung von Zearalenon

Konzentration µg/kg	Zearalenon		
	RSD_r (%)	RSD_R (%)	Wiederfindungsrate (%)
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60-120
> 50	≤ 25	≤ 40	70-120

c) Leistungsmerkmale für die Bestimmung von Fumonisin B₁ und B₂

Konzentration µg/kg	Fumonisin B ₁ oder B ₂		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Wiederfindungsrate (%)
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60-120
> 500	≤ 20	≤ 30	70-110

d) Leistungsmerkmale für die Bestimmung von T-2- und HT-2-Toxin

Konzentration µg/kg	T-2-Toxin		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Wiederfindungsrate (%)
50-250	≤ 40	≤ 60	60-130
> 250	≤ 30	≤ 50	60-130

Konzentration µg/kg	HT-2-Toxin		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Wiederfindungsrate (%)
100-200	≤ 40	≤ 60	60-130
> 200	≤ 30	≤ 50	60-130

Die Nachweisgrenzen der verwendeten Analyseverfahren werden nicht angegeben, da die Präzisionswerte bei den betreffenden Konzentrationen angegeben sind.

Die Präzisionswerte werden gemäß der Horwitz-Gleichung berechnet:

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

wobei:

RSD_R die relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$,

C das Konzentrationsverhältnis (d. h. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg) ist.

Dies ist eine verallgemeinerte Präzisionsgleichung, die sich für die meisten Routineanalysemethoden als unabhängig von Analyt und Matrix und lediglich als von der Konzentration abhängig erwiesen hat.

4.3.2 Der „Tauglichkeits“-Ansatz

Sofern nur eine beschränkte Anzahl vollständig validierter Analysemethoden vorliegt, kann alternativ nach dem „Tauglichkeits“-Ansatz ein einziger Parameter, eine Tauglichkeitsfunktion, zur Beurteilung der Eignung von Analysemethoden herangezogen werden. Mit Tauglichkeitsfunktion ist eine Unsicherheitsfunktion gemeint, die Maximalwerte für die Unsicherheit festlegt, die als annehmbar gelten.

Aufgrund der beschränkten Anzahl durch einen Ringversuch vollständig validierter Analysemethoden, insbesondere zur Bestimmung von T-2- und HT-2-Toxin, kann die Unsicherheitsfunktion, mit der die größte annehmbare Unsicherheit festgelegt wird, auch zur Beurteilung der Eignung (der „Tauglichkeit“) der vom Labor zu verwendenden Analysemethode herangezogen werden. Das Labor kann eine Methode einsetzen, die Ergebnisse mit einer maximalen Standardunsicherheit liefert. Die maximale Standardunsicherheit kann mit Hilfe der nachstehenden Formel berechnet werden:

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

wobei:

- Uf die maximale Standardunsicherheit (µg/kg),
- LOD die Nachweisgrenze der Methode (µg/kg),
- α ein konstanter numerischer Faktor, der abhängig von der Konzentration C zu verwenden ist; die zu verwendenden Werte sind in Tabelle 3 aufgeführt,
- C die betreffende Konzentration (µg/kg) ist.

Liefert eine Analysemethode Ergebnisse mit einer Messunsicherheit, die unter der maximalen Standardunsicherheit liegt, gilt die Methode als gleichermaßen geeignet wie eine Methode, die die Leistungskriterien unter Nummer 4.3.1 erfüllt.

TABELLE 3

Numerische Werte, die für α abhängig von der jeweiligen Konzentration als Konstante in der unter dieser Nummer aufgeführten Formel einzusetzen sind.

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

4.4 Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtigt oder unberichtigt angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das um die Wiederfindungsrate korrigierte Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang I Nummer 5).

Das Analyseergebnis ist als $x \pm U$ anzugeben, wobei x das Analyseergebnis und U die Messunsicherheit darstellen.

U stellt die erweiterte Messunsicherheit bei einem Erweiterungsfaktor von 2 dar, der zu einem Grad des Vertrauens von ca. 95 % führt.

4.5 Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen Art. 12 Abs. 2 der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie die Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz entsprechen. Die Laboratorien müssen gemäß Akkreditierungsgesetz – AkkG akkreditiert sein.“