

„Anhang IX**PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DES PATULINGEHALTS BESTIMMTER WAREN****1. Zweck und Anwendungsbereich**

Im Folgenden wird das Verfahren für die Entnahme von Proben für die amtliche Bestimmung des Patulingehalts von Lebensmitteln beschrieben. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Parteien 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. Begriffsbestimmungen

- 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: Summe der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Proben.
- Laborprobe: Für das Labor bestimmte(r) repräsentative(r) Teil/Menge der Sammelprobe.

3. Allgemeine Vorschriften**3.1. Personal**

Die Probenahme wird von einer durch den betreffenden Mitgliedstaat bevollmächtigten 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 Patulingehalt auswirken, die analytische Bestimmung stören oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigen könnten.

3.4. Einzelproben

Einzelproben 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. Herstellung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigen der Einzelproben hergestellt. Sie soll mindestens 2 kg wiegen, es sei denn, dass diese Bedingung nicht erfüllt werden kann, weil beispielsweise eine Einzelpackung entnommen wurde.

3.6. Unterteilung der Sammelprobe in Laborproben für die amtliche Untersuchung und Gegenuntersuchung

Die Laborproben für die amtliche Untersuchung und Gegenuntersuchung werden der gut gemischten Sammelprobe entnommen. 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 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 Sammel- bzw. Laborprobe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme versiegelt und gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats gekennzeichnet.

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. Verlauf der Probenahme

Durch das Probenahmeverfahren ist zu gewährleisten, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

Zahl der Einzelproben

Die Sammelprobe umfasst mindestens 2 kg (siehe Nummer 3.5) außer in Fällen, in denen dies nicht möglich ist, z. B. bei der Probenahme einer Einzelpackung.

Die Mindestanzahl der einer Partie zu entnehmenden Einzelproben muss den Angaben in Tabelle 1 entsprechen. Bei flüssigen Erzeugnissen ist die Partie vor der Probenahme entweder manuell oder mechanisch möglichst gründlich zu vermischen. In diesem Fall kann eine homogene Verteilung des Patulins in der jeweiligen Partie angenommen werden.

Daher reichen drei Einzelproben aus der Partie für eine Sammelprobe aus.

Die Einzelproben sollten ein etwa gleiches Gewicht aufweisen. Eine Einzelprobe sollte mindestens 100 g wiegen, so dass eine Sammelprobe von mindestens 2 kg erreicht wird. Abweichungen von diesem Verfahren sind in dem Protokoll gemäß Nummer 3.8 zu vermerken.

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 Einzelpackungen, so entspricht die Anzahl der Packungen, aus denen eine Sammelprobe zusammengestellt wird, den Angaben in Tabelle 2.

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	Zahl der zu entnehmenden Packungen oder Einheiten
1-25	1 Packung oder Einheit
26-100	Etwa 5 %, wenigstens 2 Packungen oder Einheiten
> 100	Etwa 5 %, höchstens 10 Packungen oder Einheiten

5. Übereinstimmung der Partie bzw. Teilpartie mit den Höchstgehalten

Das Kontrolllabor unterzieht die für die amtliche Untersuchung entnommene Laborprobe einer Zweituntersuchung, falls das Ergebnis der ersten Untersuchung weniger als 20 % unter oder über dem Höchstgehalt liegt, und es errechnet den Mittelwert der Ergebnisse.

Die Partie wird akzeptiert, wenn das Ergebnis der ersten Analyse mehr als 20 % unter dem Höchstgehalt liegt oder, falls eine Zweituntersuchung nötig ist, wenn der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und korrigiert um die Wiederfindungsrate dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 der Kommission festgelegten Höchstgehalt entspricht.

Die Partie entspricht nicht dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt, wenn der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und korrigiert um die Wiederfindungsrate den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet.

Anhang X

PROBENVORBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEVERFAHREN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DES PATULINGEHALTS BESTIMMTER WAREN

1. Vorsichtsmaßnahmen

Da die Verteilung von Patulin in bestimmten Lebensmitteln möglicherweise nicht homogen ist, sollten die Proben besonders sorgfältig vorbereitet und vor allem homogenisiert werden.

Alle dem Labor zugesandten Materialien sind für die Vorbereitung des Untersuchungsmaterials zu verwenden.

2. Behandlung der im Labor eingegangenen Probe

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

3.

4. Vom Labor anzuwendendes Analyseverfahren und Kontrollanforderungen

4.1. Begriffsbestimmungen

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 ermittelten Ergebnissen $[(s_r/x) \times 100]$, wobei x den Durchschnitt der Ergebnisse aller Labors und Proben darstellt.

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 Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R/x) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

4.2. Allgemeine Vorschriften

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analyseverfahren müssen soweit wie möglich mit den Bestimmungen der Nummern 1 und 2 des Anhangs der Richtlinie 85/591/EWG des Rates vom 20. Dezember 1985 zur Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle von Lebensmitteln⁽¹⁾ übereinstimmen.

4.3. Spezifische Anforderungen

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung des Patulingehalts von Lebensmitteln vorgeschrieben sind, können Laboratorien ein beliebiges Verfahren auswählen, wenn es die folgenden Kriterien erfüllt:

⁽¹⁾ ABl. L 372 vom 31.12.1985, S. 50.

Leistungsmerkmale für Patulin

Konzentration µg/kg	Patulin		
	RSD_r (%)	RSD_R 1481/2004, ABl. Nr. L 272 vom 20.8.2004 S. 11 (%)	Wiederfindungsrate (%)
< 20	≤ 30	≤ 40	50-120
20-50	≤ 20	≤ 30	70-105
> 50	≤ 15	≤ 25	75-105

Die Nachweisgrenzen der verwendeten Verfahren 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 Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R/x) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen,

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 von der Konzentration abhängig erwiesen hat.

4.4. Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtet oder unberichtet angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das berichtete Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang IX Nummer 5).

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

4.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG des Rates vom 29. Oktober 1993 über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung entsprechen.

Anhang XI

PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DER ZINNGEHALTE IN LEBENSMITTELKONSERVEN

1. Zweck und Anwendungsbereich

Im Folgenden wird das Verfahren für die Entnahme von Proben für die amtliche Bestimmung der Zinngehalte von Lebensmitteln beschrieben. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Parteien 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. Begriffsbestimmungen

- 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: Summe der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Proben.
- Laborprobe: für das Labor bestimmte Probe.

3. Allgemeine Vorschriften

3.1. Personal

Die Probenahme wird von einer durch den betreffenden Mitgliedstaat bevollmächtigten 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 Zinngehalt auswirken, die analytische Bestimmung stören oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigen könnten.

3.4. Einzelproben

Einzelproben 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. Herstellung der Sammelprobe

Die Sammelprobe entspricht der Gesamtheit aller Einzelproben.

3.6. Unterteilung der Sammelprobe in Laborproben für die amtliche Untersuchung und Gegenuntersuchung

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 Sammel- bzw. Laborprobe 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 Sammel- bzw. Laborprobe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme versiegelt und gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats gekennzeichnet.

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

Durch das Probenahmeverfahren ist zu gewährleisten, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

4.1. Zahl der Einzelproben

Die Mindestanzahl der den Konservendosen einer Partie zu entnehmenden Einzelproben muss dem Doppelten der Angaben in Tabelle 1 entsprechen. Die Einzelproben aus jeder Dose sollten ein ähnliches Gewicht aufweisen und zusammen eine Sammelprobe ergeben (siehe Nummer 3.5).

Tabelle 1: Zahl der Dosen (Einzelproben), die für eine Sammelprobe zu beproben sind

Zahl der Dosen in einer Partie	Zahl der zu beprobenden Dosen
1-25	Mindestens 1 Dose
26-100	Mindestens 2 Dosen
> 100	5 Dosen

Zu beachten ist, dass die Höchstgehalte sich auf den Inhalt jeder einzelnen Dose beziehen, dass jedoch aus praktischen Gründen für die Untersuchung mit einer Sammelprobe gearbeitet werden muss. Ergibt sich aus der Analyse, dass die Sammelprobe knapp unterhalb des Höchstgehalts liegt, und besteht der Verdacht, dass einzelne Dosen diesen Höchstgehalt überschreiten, so können weitere Untersuchungen erforderlich sein.

4.2. Probenahme im Einzelhandel

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Ebene des Einzelhandels sollte, soweit dies möglich ist, nach den vorstehenden Probenahmeverfahren durchgeführt werden. Ist dies nicht möglich, können auf der Ebene des Einzelhandels andere wirksame Probenahmeverfahren angewandt werden, sofern sie eine ausreichende Repräsentativität für die beprobte Partie gewährleisten.

5. Übereinstimmung der Partie bzw. Teilpartie mit den Höchstgehalten

Das Kontrolllabor analysiert die Laborprobe für Bestätigungszwecke auf die Einhaltung der Höchstgehalte in mindestens zwei getrennten Analysen und berechnet den Mittelwert der Ergebnisse

Die Partie wird akzeptiert, wenn der Durchschnitt unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den entsprechenden Höchstgehalt (gemäß Verordnung (EG) Nr. 466/2001) nicht überschreitet.

Die Partie entspricht nicht dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt, wenn der Durchschnitt unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet.

Anhang XII

PROBENVORBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEVERFAHREN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DER ZINNGEHALTE IN LEBENSMITTELN IN DOSEN

1. Vorsichtsmaßnahmen und allgemeine Überlegungen in Bezug auf Zinn

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. So weit wie möglich sollten Apparaturen, die mit der

Probe in Berührung kommen, aus inerten Materialien bestehen, also etwa aus Kunststoffen wie Polypropylen, PTFE usw., und diese sollten mit einer Säure gereinigt werden, um das Risiko einer Kontamination auf ein Mindestmaß zu begrenzen. Für Schneidwerkzeuge kann hochwertiger Edelstahl verwendet werden.

Alle dem Labor zugesandten Probenmaterialien sind für die Vorbereitung des Untersuchungsmaterials zu

verwenden. Nur sehr sorgfältig homogenisierte Proben ermöglichen reproduzierbare Ergebnisse.

Es gibt viele zufriedenstellende Probenvorbereitungsverfahren, die eingesetzt werden können. In der CEN-Norm „Lebensmittel — Bestimmung von Spurenelementen — Leistungskriterien und allgemeine Überlegungen“ sind Verfahren aufgeführt, die sich als zufrieden stellend erwiesen haben (Quelle 1); andere Verfahren können jedoch ebenfalls gültig sein.

2. Behandlung der im Labor eingegangenen Probe

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

3.

4. Vom Labor 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 ermittelten Ergebnissen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, wobei den Durchschnitt der Ergebnisse aller Labors und Proben darstellt.

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 Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

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

$HORRAT_R$ = der ermittelte RSD_R -Wert geteilt durch den RSD_r -Wert, berechnet nach der Horwitz-Gleichung (Quelle 2).

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

4.2. Allgemeine Vorschriften

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analysemethoden müssen mit den Bestimmungen der Nummern 1 und 2 des Anhangs der Richtlinie 85/591/EWG des Rates vom 20. Dezember 1985 zur Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle von Lebensmitteln übereinstimmen.

4.3. Spezifische Vorschriften

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Zinngehalten in Lebensmittelkonserven vorgeschrieben sind, können Labors ein beliebiges validiertes Verfahren auswählen, wenn es die Kriterien in Tabelle 2 erfüllt. Die Validierung sollte idealerweise zertifiziertes Referenzmaterial einschließen.

Tabelle 2: Leistungskriterien für Analysemethoden für Zinn

Parameter	Wert/Kommentar
Anwendungsbereich	Lebensmittel gemäß der Verordnung (EG) Nr. 242/2004
Nachweisgrenze	Nicht mehr als 5 mg/kg
Quantifizierungsgrenze	Nicht mehr als 10 mg/kg
Präzision	HORRAT _r - oder HORRAT _R -Werte von weniger als 1,5 gemäß Ringversuch
Wiederfindungsrate	80 %-105 % (gemäß Ringversuch)
Spezifizität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen

4.3.1. Leistungskriterien – das Konzept der Ungenauigkeitsfunktion

Die Eignung der vom Labor zu verwendenden Analysemethode 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:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0.1C)^2}$$

wobei:

U_f die maximale Standardungenauigkeit,

LOD die Nachweisgrenze der Methode,

C die jeweilige Konzentration

ist.

Liefert eine Analysemethode Ergebnisse mit Messungenauigkeiten, die unter der maximalen Standardungenauigkeit liegen, gilt die Methode als gleichermaßen geeignet wie eine Methode, die die Leistungskriterien in Tabelle 2 erfüllt.

4.4. Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtet oder unberichtet angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das berichtete Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang XI Nummer 5).

Die die Analyse durchführende Person sollte die „Harmonisierten Richtlinien für die Anwendung der Wiederfindungsraten zur Berichtigung analytischer Messungen“ (Quelle 3), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden, berücksichtigen. Diese Richtlinien stellen eine Hilfe hinsichtlich der Bestimmung der Wiederfindungsrate dar.

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

4.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG des Rates vom 29. Oktober 1993 über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung entsprechen.

4.6. Sonstige Überlegungen hinsichtlich der Analyse

Eignungsprüfung

Teilnahme an Eignungsprüfungsprogrammen gemäß dem „Internationalen harmonisierten Protokoll für fachkundiges Testen von (chemischen) Analyselaboratorien“ (Quelle 4), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden.

Einige dieser Programme enthalten insbesondere die Bestimmung von Zinn in Lebensmitteln, so dass die Teilnahme an einem solchen Programm eher empfohlen wird als an einem allgemeinen Programm zur Bestimmung von Metallen in Lebensmitteln.

Interne Qualitätskontrolle

Die Laboratorien 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 5).

Probenvorbereitung

Es ist darauf zu achten, dass der gesamte Zinn in der Probe zwecks Analyse in die Lösung eingeht. Insbesondere wird darauf hingewiesen, dass das Verfahren zur Lösung der Probe so ablaufen muss, dass keine hydrolysierten SnIV-Verbindungen (also etwa Zinnoxid SnO₂, Sn(OH)₄, SnO₂.H₂O) ausgefällt werden.

Die vorbereiteten Proben sind in 5 mol/l HCl aufzubewahren. SnCl₄ ist jedoch leicht flüchtig, daher sollten die Lösungen nicht gekocht werden.

QUELLEN:

1. BS EN 13804:2002, Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel.
2. W. Horwitz, Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
3. ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Herausgeber Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts und Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337-348.
4. 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).
5. 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.”