

# BUNDESGESETZBLATT

## FÜR DIE REPUBLIK ÖSTERREICH

---

Jahrgang 2002

Ausgegeben am 7. Juni 2002

Teil II

---

### 216. Verordnung: Kontaminanten-Analysenverordnung

---

#### **216. Verordnung des Bundesministers für soziale Sicherheit und Generationen zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle bestimmter Waren auf Einhaltung der Höchstgehalte für Kontaminanten (Kontaminanten-Analysenverordnung)**

Auf Grund der §§ 10 Abs. 1 und 42 Abs. 4 des Lebensmittelgesetzes 1975, BGBl. Nr. 86, zuletzt geändert durch das Bundesgesetz BGBl. I Nr. 98/2001, wird verordnet:

**§ 1.** Für die amtliche Kontrolle auf Einhaltung der Aflatoxinhöchstgehalte von Waren gemäß §§ 2 und 3 LMG 1975 hat die Probenahme entsprechend **Anhang I**, die Analyse entsprechend **Anhang II** dieser Verordnung zu erfolgen.

**§ 2.** Für die amtliche Kontrolle auf Einhaltung der Höchstgehalte für Blei, Cadmium, Quecksilber und 3-Monochlorpropan-1,2-diol in Waren gemäß §§ 2 und 3 des LMG 1975 hat die Probenahme entsprechend **Anhang III**, die Analyse entsprechend **Anhang IV** dieser Verordnung zu erfolgen.

**§ 3.** Die in den Anhängen genannten Begriffsbestimmungen gelten nur im Rahmen dieser Verordnung.

**§ 4.** Die Verordnung zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle bestimmter Waren auf Einhaltung der Höchstgehalte für Kontaminanten, BGBl. II Nr. 86/2001, tritt außer Kraft.

**§ 5.** Durch diese Verordnung werden folgende Richtlinien der Europäischen Gemeinschaften in österreichisches Recht umgesetzt:

- Richtlinie 1998/53/EG der Kommission vom 16. Juli 1998 zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle bestimmter Lebensmittel auf Einhaltung der Höchstgehalte für Kontaminanten, ABl. Nr. L 201 vom 17. Juli 1998,
- Richtlinie 2001/22/EG der Kommission vom 8. März 2001 zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle auf Einhaltung der Höchstgehalte für Blei, Cadmium, Quecksilber und 3-MCPD in Lebensmitteln, ABl. Nr. L 77 vom 16. März 2001.

**Haupt**

## ANHANG I

## Probenahmeverfahren für die amtliche Kontrolle des Aflatoxingehalts bestimmter Waren

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Diese Arbeitsvorschrift beschreibt das Verfahren für die Entnahme von Proben für die amtliche Bestimmung des Aflatoxingehalts von Waren gemäß §§ 2 und 3 LMG 1975. 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. 1525/98 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

2. **Begriffsbestimmungen**

*Partie:* Eine unterscheidbare Menge einer in einer Sendung angelieferten Ware, die gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender und 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 Stelle der Partie entnommene Menge;

*Sammelprobe:* Summe der einer Partie entnommenen Einzelproben;

*Laborprobe:* eine für das Labor bestimmte Probe (= Teilprobe).

3. **Allgemeine Bestimmungen**3.1. *Personal*

Die Probenahme wird von einer nach innerstaatlichem Recht des Mitgliedstaats bevollmächtigten Person vorgenommen.

3.2. *Material, dem Proben zu entnehmen sind*

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben. Große Partien werden nach den in Nummer 5 dieses Anhangs genannten Vorschriften in Teilpartien aufgeteilt, die einzeln zu beproben sind.

3.3. *Vorsichtsmaßregeln*

Bei der Probenahme und der Zusammenstellung der Laborproben sind Vorsichtsmaßregeln zu treffen, um zu verhindern, daß sich der Aflatoxingehalt verändert, die Analysen verfälscht werden oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigt wird.

3.4. *Einzelproben*

Sie sind möglichst an verschiedenen, über die ganze Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von dieser Regel sind in dem Protokoll gemäß Nummer 3.8 zu vermerken.

3.5. *Herstellung der Sammelprobe und der Laborproben (Teilproben)*

Die Sammelprobe wird durch Vereinigen und Vermischen der Einzelproben hergestellt. Nach dem Vermischen wird die Sammelprobe nach den besonderen Bestimmungen der Nummer 5 des Anhangs in gleiche Teilproben aufgeteilt.

Das Vermischen ist notwendig, damit sichergestellt ist, daß jede Teilprobe Anteile der gesamten Partie oder Teilpartie enthält.

3.6. *Parallelproben*

Von der homogenisierten Laborprobe sind Parallelproben für Bestätigungs-, Handels- (Rechtfertigungs-) und Vergleichszwecke zu entnehmen, soweit dieses Verfahren den Rechtsvorschriften des Mitgliedstaats entspricht.

3.7. *Verpackung und Versand der Laborproben*

Jede Laborprobe wird in ein sauberes, inertes Behältnis verbracht, das angemessenen Schutz gegen Verschmutzung und Beschädigung beim Transport bietet. Alle notwendigen Vorkehrungen sind zu treffen, um zu verhindern, daß sich die Zusammensetzung der Laborprobe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8. *Verschließen und Kennzeichnen der Proben*

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats versiegelt und gekennzeichnet. Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität der bemusterten Partie eindeutig hervorgeht, wobei Datum und Ort der Probenahme sowie sämtliche zusätzlichen Informationen, die für den Analytiker von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

4. **Erläuternde Bestimmungen**4.1. *Verschiedene Arten von Partien*

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

Unbeschadet der besonderen Vorschriften gemäß Nummer 5 dieses Anhangs kann zur Beprobung von Partien in Einzelverpackungen (Säcken, Beuteln, Einzelhandelspackungen usw.) folgende Formel verwendet werden:

$$\text{Auswahlsatz: } \frac{\text{Gewicht der Partie} \times \text{Gewicht der Einzelprobe}}{\text{Gewicht der Sammelprobe} \times \text{Gewicht einer Einzelverpackung}}$$

— Gewicht: in kg auszudrücken.

Auswahlsatz: jeder ...-te Sack oder Beutel, aus dem eine Einzelprobe gezogen werden muß (Dezimalzahlen sind auf die nächste ganze Zahl zu runden).

4.2. *Größe der Einzelprobe*

Die Größe der Einzelprobe beträgt rund 300 g, soweit in Nummer 5 dieses Anhangs nicht anders definiert. Bei Partien in Einzelhandelspackungen hängt die Größe der Einzelprobe von der Größe der Einzelhandelspackung ab.

4.3. *Anzahl der Einzelproben für Partien < 15 Tonnen*

Die Anzahl der zu entnehmenden Einzelproben ist proportional zur Partiegröße und beträgt mindestens 10, höchstens aber 100, soweit in Nummer 5 dieses Anhangs nicht anders definiert. Die in folgender Tabelle angegebenen Zahlen können zur Bestimmung der Zahl der zu entnehmenden Einzelproben verwendet werden:

**Tabelle 1: Anzahl der Einzelproben in Abhängigkeit vom Partiegewicht**

Partiegewicht (Tonnen)	Anzahl Einzelproben
≤ 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. **Spezifische Bestimmungen**5.1. *Allgemeine Übersicht über das Probenahmeverfahren für Erdnüsse, Schalenfrüchte, Trockenfrüchte und Getreide*

**Tabelle 2: Einteilung der Partien in Teilpartien in Abhängigkeit vom Erzeugnis und von der Größe der Partie**

Erzeugnis	Partiegewicht (Tonnen)	Gewicht bzw. Anzahl Teilpartien	Zahl Einzelproben	Sammelprobe Gewicht/kg
Getrocknete Feigen und andere Trockenfrüchte	$\geq 15$	15 bis 30 Tonnen	100	30
	$< 15$	—	10-100 (*)	$\leq 30$
Erdnüsse, Pistazien und andere Schalenfrüchte	$\geq 500$	100 Tonnen	100	30
	$> 125$ und $< 500$	5 Teilpartien	100	30
	$\geq 15$ und $\leq 125$	25 Tonnen	100	30
	$< 15$	—	10-100 (*)	$\leq 30$
Getreide	$\geq 1\,500$	500 Tonnen	100	30
	$> 300$ und $< 1\,500$	3 Teilpartien	100	30
	$\geq 50$ und $\leq 300$	100 Tonnen	100	30
	$< 50$	—	10-100 (*)	1-10

(\*) Abhängig vom Partiegewicht — vgl. Nr. 4.3 oder 5.3 dieses Anhangs.

5.2. *Erdnüsse, Pistazien und Paranüsse**Getrocknete Feigen**Getreide (Partien  $\geq 50$  Tonnen)*

## 5.2.1. Probenahmeverfahren

- Unter der Bedingung, daß die Teilpartien physisch getrennt werden können, muß jede Partie gemäß der Tabelle 2 unter Nummer 5.1 in Teilpartien aufgeteilt werden. Da die Partiegröße nicht immer ein exaktes Vielfaches der Größe der Teilpartien ist, darf die Größe der Teilpartien die genannte Größe um höchstens 20 % überschreiten.
- Jede Teilpartie ist getrennt zu beproben.
- Zahl der Einzelproben: 100. Für Partien  $< 15$  Tonnen hängt die Anzahl der zu entnehmenden Einzelproben vom Partiegewicht ab und beträgt mindestens 10 und höchstens 100 (vgl. Nr. 4.3 dieses Anhangs).
- Sammelprobengewicht = 30 kg, ausreichend durchmischt, vor dem Mahlen in drei gleich große Teilproben von je 10 kg aufzuteilen. (Die Teilung in drei Teilproben ist nicht notwendig im Fall von Erdnüssen, Schalenfrüchten und getrockneten Früchten, die einer weiteren Sortierung oder anderen physikalischen Verfahren unterzogen werden, und bei einer vorhandenen Laborausstattung, mit der eine 30-kg-Probe homogenisierbar ist. Liegt das Sammelgewicht  $< 10$  kg, ist diese nicht in drei Teilproben zu unterteilen.
- Laborprobe: Teilprobe von 10 kg (zur gründlichen Homogenisierung ist jede Teilprobe gemäß den Bestimmungen des Anhangs II einzeln fein zu vermahlen und gründlich zu durchmischen).
- Ist es nicht möglich, das vorstehend beschriebene Probenahmeverfahren anzuwenden, da sich aus einer Beschädigung der Partie wirtschaftliche Folgen (in Zusammenhang mit der Art der Verpackung, der Transportweise usw.) ergeben würden, so kann ein alternatives Probenahmeverfahren angewendet werden, vorausgesetzt dieses ist so repräsentativ wie möglich und wird umfassend beschrieben und dokumentiert.

## 5.2.2. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie

- Für Erdnüsse, Schalenfrüchte und getrocknete Früchte, die einer Sortierung oder einem anderen physikalischen Verfahren unterzogen werden:
  - Akzeptanz, wenn die Sammelprobe oder der Durchschnitt der Teilproben den Höchstgehalt nicht überschreitet;
  - Zurückweisung, wenn die Sammelprobe oder der Durchschnitt der Teilproben den Höchstgehalt überschreitet.
- Für Erdnüsse, Schalenfrüchte, getrocknete Früchte und für Getreide, die für den direkten Verzehr oder zur Verwendung als Lebensmittelzutat bestimmt sind:
  - Akzeptanz, wenn keiner der Teilprobenbefunde den Höchstgehalt überschreitet;

- Zurückweisung, wenn der Höchstgehalt von einem oder mehreren Teilprobenbefunden überschritten wird.
- Im Fall einer Sammelprobe < 10 kg:
  - Akzeptanz, wenn die Probe den Höchstgehalt nicht überschreitet;
  - Zurückweisung, wenn die Probe den Höchstgehalt überschreitet.

### 5.3. *Schalenfrüchte mit Ausnahme von Erdnüssen, Pistazien und Paranüssen*

*Getrocknete Früchte mit Ausnahme von Feigen*

*Getreide (Partien < 50 Tonnen)*

#### 5.3.1. Probenahmeverfahren

Für diese Produkte kann das in Nummer 5.2.1 vorgesehene Probenahmeverfahren angewandt werden. Angesichts der vergleichsweise seltenen Kontamination dieser Produkte und/oder der neueren Verpackungsarten, in denen die Produkte gehandelt werden, können aber auch einfachere Probenahmeverfahren angewendet werden.

Für Getreidepartien < 50 Tonnen kann ein Probenahmeverfahren angewendet werden, das — abhängig vom Gewicht der Partien — aus 10 bis 100 Einzelproben von jeweils 100 Gramm besteht, deren Sammelprobe zwischen 1 und 10 kg ergeben sollte. Die nachstehende Tabelle zeigt die Zahl der zu entnehmenden Einzelproben.

**Tabelle 3: Anzahl der Einzelproben in Abhängigkeit vom Gewicht der Getreidepartie**

Partiegewicht (Tonnen)	Anzahl der Einzelproben
≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

#### 5.3.2. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie

Siehe Nummer 5.2.2.

### 5.4. *Milch*

#### 5.4.1. Probenahmeverfahren

Probenahme mit Hilfe des Verfahrens gemäß der Entscheidung 91/180/EWG der Kommission vom 14. Februar 1991 zur Festlegung bestimmter Analyse- und Testverfahren für Rohmilch und wärmebehandelte Milch (1):

- Zahl der Einzelproben: mindestens 5;
- Größe der Sammelprobe: mindestens 0,5 kg oder Liter.

#### 5.4.2. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie

- Akzeptanz, wenn die Probe den Höchstgehalt nicht überschreitet;
- Zurückweisung, wenn die Probe den Höchstgehalt überschreitet.

### 5.5. *Abgeleitete Erzeugnisse und zusammengesetzte Lebensmittel*

#### 5.5.1. Milchprodukte

##### 5.5.1.1. Probenahmeverfahren

Probenahme mit Hilfe des Verfahrens gemäß der Verordnung über Kondensmilch- und Milchpulverarten, BGBl. II Nr. 129/1997.

Zahl der Einzelproben: mindestens 5.

Für andere Milchprodukte ist ein gleichwertiges Probenahmeverfahren zu verwenden.

(1) ABl. L 93 vom 13. 4. 1991, S. 1.

- 5.5.1.2. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie
- Akzeptanz, wenn die Probe den Höchstgehalt nicht überschreitet;
  - Zurückweisung, wenn die Probe den Höchstgehalt überschreitet.
- 5.5.2. Andere abgeleitete Erzeugnisse mit sehr kleiner Teilchengröße, z. B. Mehl, Feigenpaste, Erdnußbutter (homogene Aflatoxinverteilung)
- 5.5.2.1. Probenahmeverfahren
- Zahl der Einzelproben: 100. Bei Partien von < 50 Tonnen liegt die Anzahl der Einzelproben abhängig von der Größe der Partien zwischen 10 und 100 (siehe Tabelle 3 unter Nummer 5.3.1 dieses Anhangs).
  - Das Gewicht der Einzelprobe liegt bei rund 100 Gramm. Im Fall von Partien in Einzelhandelspackungen hängt das Gewicht der Einzelprobe vom Gewicht der Einzelhandelspackung ab.
  - Sammelprobengewicht = 1 bis 10 kg, ausreichend durchmischt.
- 5.5.2.2. Anzahl der zu entnehmenden Proben
- Die Anzahl der Proben hängt vom Partiegewicht ab. Große Partien sind nach den unter Nummer 5.2 für Getreide genannten Vorschriften in Teilpartien aufzuteilen.
  - Jede Teilpartie ist einzeln zu bemustern.
- 5.5.2.3. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie
- Akzeptanz, wenn die Probe den Höchstgehalt nicht überschreitet;
  - Zurückweisung, wenn die Probe den Höchstgehalt überschreitet.
- 5.6. *Andere abgeleitete Erzeugnisse mit verhältnismäßig großer Teilchengröße (heterogene Aflatoxinverteilung)*
- Probenahme und Akzeptanz nach den unter den Nummern 5.2 und 5.3 dieses Anhangs für landwirtschaftliche Rohstoffe festgelegten Bestimmungen.
-

## ANHANG II

## Probeprobereitung und Kriterien für die Analyseverfahren zur amtlichen Kontrolle der Aflatoxingehalte in bestimmten Waren

## 1. Einleitung

## 1.1. Vorsichtsmaßnahmen

Während des Verfahrens sollte Tageslichteinstrahlung soweit wie möglich vermieden werden, da Aflatoxin unter Einfluß von ultravioletem Licht langsam zerfällt. Da die Verteilung von Aflatoxin nicht homogen ist, sollten die Proben besonders sorgfältig vorbereitet und homogenisiert werden.

Alles dem Labor zugesandte Material ist für die Vorbereitung des Versuchsmaterials zu verwenden.

## 1.2. Berechnung des Verhältnisses Schale/Kern bei ganzen Nüssen

Die mit der Verordnung (EG) Nr. 1525/98 festgesetzten Aflatoxinhöchstgehalte beziehen sich auf den eßbaren Teil.

Die Aflatoxinwerte im eßbaren Teil können folgendermaßen bestimmt werden:

- Die ganze Nuß „in der Schale“ wird geschält und der Aflatoxinwert des eßbaren Teils bestimmt;
- die ganze Nuß „in der Schale“ wird für die Probeprobereitung verwendet. Für das Probenahme- und Analyseverfahren muß das Gewicht des Nußkerns in der Gesamtprobe daher geschätzt werden. Das Gewicht des Nußkerns in der Gesamtprobe wird nach Festlegung eines geeigneten Faktors für das Verhältnis Kern/Schale bei ganzen Nüssen geschätzt. Mit Hilfe dieses Verhältnisses wird der Anteil Kern an der Gesamtprobe festgestellt, die für das Probeprobereitungs- und Analyseverfahren verwendet wird. Rund 100 ganze Nüsse werden willkürlich von der Partie getrennt oder aus jeder Einzelprobe entnommen. Das Verhältnis kann für jede Laborprobe ermittelt werden, indem man die ganzen Nüsse wiegt, diese schält und die Schalen und Kerne einzeln wiegt. Das Verhältnis Kern/Schale kann vom Laboratorium anhand einer Reihe von Proben ermittelt und so bei nachfolgenden Analysen zugrunde gelegt werden. Verstößt eine Laborprobe jedoch gegen einen Höchstgehalt, so ist das Verhältnis für diese Probe unter Zugrundelegung der getrennt entnommenen rund 100 Nüsse zu ermitteln.

## 2. Behandlung der im Laboratorium erhaltenen Probe

Alle Laborproben sind fein zu zermahlen und sorgfältig zu vermischen unter Verwendung eines Verfahrens, mit dem nachweislich eine vollständige Homogenisierung erreicht werden kann.

## 3. Untergliederung von Proben für Bestätigungs- und Verteidigungszwecke

Die Kontrollproben für Bestätigungs-, Handels- (Verteidigungs-) und Referenzzwecke werden aus dem homogenisierten Material entnommen, soweit dieses Verfahren den Rechtsvorschriften des Mitgliedstaats entspricht.

## 4. Vom Laboratorium anzuwendendes Analyseverfahren und Kontrollanforderungen

## 4.1. Definitionen

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

Die gebräuchlichsten Präzisionsparameter sind die Wiederholbarkeit und die Reproduzierbarkeit.

$r$  = Wiederholbarkeit: derjenige Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die man mit demselben Verfahren an identischem Prüfmateriale und unter denselben Bedingungen (dieselbe Probe, derselbe Bearbeiter, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erhalten hat, 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 Proben darstellt.

$R$  = Reproduzierbarkeit: derjenige Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die man unter Reproduzierbarkeitsbedingungen (d. h. an identischem Materiale von Bearbeitern in verschiedenen Laboratorien unter Verwendung des genormten Testverfahrens) erhalten hat, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (im Regelfall 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 Anforderungen

Die für Kontrollzwecke eingesetzten Analyseverfahren müssen soweit wie möglich mit den Bestimmungen der Nummern 1 und 2 des Anhangs der Richtlinie 85/591/EWG übereinstimmen.

#### 4.3. Spezifische Anforderungen

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

Kriterium	Konzentrationsbereich	Empfohlener Wert	Zulässiger Höchstwert
Blindversuche	Alle	Vernachlässigbar	
Wiederfindungsrate — Aflatoxin M1	0,01-0,5 µg/kg	60 bis 120 %	
	> 0,5 µg/kg	70 bis 110 %	
Wiederfindungsrate — Aflatoxine B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> , G <sub>1</sub> , G <sub>2</sub>	< 1,0 µg/kg	50 bis 120 %	
	1-10 µg/kg	70 bis 110 %	
	> 10 µg/kg	80 bis 110 %	
Präzision RSD <sub>R</sub>	Alle	Gemäß der Horwitz-Gleichung	2 × der nach der Horwitz-Gleichung erzielte Wert

Der Präzisionswert der RSD<sub>R</sub> wird berechnet durch Multiplikation des Präzisionswerts der RSD<sub>R</sub> mit 0,66 bei der jeweiligen Konzentration.

#### Anmerkungen:

- Die Werte gelten sowohl für B<sub>1</sub> als auch für die Summe von B<sub>1</sub> + B<sub>2</sub> + G<sub>1</sub> + G<sub>2</sub>.
- Muß die Summe der einzelnen Aflatoxine B<sub>1</sub> + B<sub>2</sub> + G<sub>1</sub> + G<sub>2</sub> eingesetzt werden, so muß die Reaktion der einzelnen Stoffe im Analysesystem entweder bekannt oder äquivalent sein.
- Die Nachweisgrenzen der verwendeten Analyseverfahren werden nicht angegeben, da die Präzisionswerte für die jeweils betrachteten Konzentrationen angegeben werden.
- Die Präzisionswerte werden gemäß der Horwitz-Gleichung berechnet, d. h.:

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

dabei ist:

- RSD<sub>R</sub> die relative Standardabweichung berechnet aus Ergebnissen unter Reproduzierbarkeitsbedingungen  $[(S_R/x) \times 100]$
- C das Konzentrationsverhältnis (d. h. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

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

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtet oder unberichtet angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen.

#### 4.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG entsprechen.



## ANHANG III

**VERFAHREN ZUR PROBENAHME FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DES GEHALTS AN BLEI, CADMIUM, QUECKSILBER UND 3-MCPD IN BESTIMMTEN WAREN****1. GEGENSTAND UND ANWENDUNGSBEREICH**

Probenahmen für die amtliche Kontrolle der Gehalte an Blei, Cadmium, Quecksilber und 3-MCPD in Waren gemäß §§ 2 und 3 LMG 1975 erfolgen gemäß den nachfolgend beschriebenen Verfahren. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Partien oder Teilpartien anzusehen. Die Einhaltung der Höchstgehalte gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 wird auf der Grundlage der für die Laborproben bestimmten Werte festgestellt.

**2. DEFINITIONEN**

<b>Partie:</b>	Eine unterscheidbare Menge einer in einer Sendung angelieferten Ware, die gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender oder Kennzeichnung aufweist; Fische müssen außerdem in der Größe vergleichbar sein.
<b>Teilpartie:</b>	bestimmter Teil einer großen Partie, der dem Probenahmeverfahren zu unterziehen ist; jede Teilpartie muss physisch getrennt und identifizierbar sein.
<b>Einzelprobe:</b>	an einer einzigen Stelle der Partie entnommene Menge.
<b>Sammelprobe:</b>	die ungeteilte Gesamtheit der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Einzelproben.
<b>Laborprobe:</b>	eine für die Laboruntersuchung bestimmte Probe.

**3. ALLGEMEINE VORSCHRIFTEN****3.1. Personal**

Die Probenahme wird von einer durch den 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 Laborproben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Veränderungen zu vermeiden, die sich auf den Gehalt an Blei, Cadmium, Quecksilber und 3-MCPD 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 diesem Verfahren sind in dem Protokoll gemäß Nummer 3.8 zu vermerken.

**3.5. Herstellung der Sammelprobe**

Die Sammelprobe wird durch Vereinigen aller Einzelproben hergestellt. Sie soll mindestens 1 kg wiegen, es sei denn, dass diese Bedingung nicht erfüllt werden kann, weil beispielsweise eine Einzelpackung entnommen wurde.

**3.6. Unterteilung von Sammelproben in Laborproben für die amtliche Untersuchung, Gegenuntersuchung und Schiedsuntersuchung**

Die Laborproben für die amtliche Untersuchung, Gegenuntersuchung und Schiedsuntersuchung werden der homogenisierten Sammelprobe entnommen, soweit dieses Verfahren den Rechtsvorschriften des Mitgliedstaats für die Probenahme entspricht. Die Menge der Laborproben für die amtliche Untersuchung soll zumindest für eine zweifache Untersuchung ausreichen.

**3.7. Verpackung und Versand der Sammel- und Laborproben**

Jede Sammel- bzw. Laborprobe wird in ein sauberes, inertes Behältnis verbracht, das angemessenen Schutz vor Verschmutzung, gegen Verlust der nachzuweisenden Stoffe durch Resorption durch die Innenwand des Behältnisses und gegen 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 Sammel- und Laborproben**

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats versiegelt und 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 für den Analytiker von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

**4. VERLAUF DER PROBENAHEME**

Die Probenahme hat im Idealfall an dem Punkt zu erfolgen, an dem die Ware in die Lebensmittelkette eintritt und eine einzelne Partie unterscheidbar wird. Durch das Probenahmeverfahren ist sicher zu stellen, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

**4.1. Zahl der Einzelproben**

Bei flüssigen Erzeugnissen, bei denen angenommen werden kann, dass der betreffende Kontaminant homogen in einer Partie verteilt ist, genügt es, pro Partie, die die Sammelprobe bildet, je eine Einzelprobe zu entnehmen. Die Nummer der Partie ist anzugeben. Flüssige Erzeugnisse, die hydrolysiertes Pflanzenprotein (HVP) enthalten, sowie Sojasoße sind gut zu schütteln oder auf eine andere geeignete Weise zu homogenisieren, bevor die Einzelprobe entnommen wird.

Bei sonstigen Erzeugnissen hat sich die Mindestanzahl der einer Partie zu entnehmenden Einzelproben nach den Angaben in Tabelle 1 zu richten. Die Einzelproben sollten ein etwa gleiches Gewicht aufweisen. 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 bis 500	5
> 500	10

Besteht die Partie aus Einzelpackungen, so ist die Anzahl der Packungen, aus denen eine Sammelprobe zusammengestellt wird, in Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2: Anzahl der Packungen (Einzelprouben), 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 bis 25	1 Packung oder Einheit
26 bis 100	Rund 5 %, wenigstens 2 Packungen oder Einheiten
> 100	rund 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 mindestens zwei unabhängigen Untersuchungen und berechnet den Mittelwert der Ergebnisse. Die Partie wird akzeptiert, wenn der Mittelwert dem jeweiligen in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt nicht überschreitet. Die Partie wird abgelehnt, wenn der Mittelwert den jeweiligen Höchstgehalt übersteigt.

## ANHANG IV

**PROBENVORBEREITUNG UND ANALYSEMETHODEN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE VON  
WAREN AUF EINHALTUNG DES GEHALTS AN BLEI, CADMIUM, QUECKSILBER UND 3-MCPD**

**1. EINFÜHRUNG**

Wichtigstes Ziel ist es, eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination zu gewinnen.

**2. SPEZIFISCHE VERFAHREN ZUR VORBEREITUNG DER UNTERSUCHUNG AUF BLEI, CADMIUM UND QUECKSILBER**

Es gibt viele zufriedenstellende spezifische Probenvorbereitungsverfahren, die bei den betreffenden Erzeugnissen eingesetzt werden können. In dem Entwurf einer CEN-Norm „Lebensmittel — Bestimmung von Spurenelementen — Leistungskriterien und allgemeine Überlegungen“ sind Verfahren aufgeführt, die sich als zufriedenstellend erwiesen haben (\*); andere Verfahren können jedoch ebenfalls gültig sein.

Folgendes ist bei allen verwendeten Verfahren zu beachten:

- Muscheln, Krustentiere und kleine Fische: Soweit diese ganz gegessen werden, müssen die Eingeweide in dem zu untersuchenden Material enthalten sein;
- Gemüse: Nur der essbare Anteil ist zu kontrollieren, wobei die Vorschriften der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 zu beachten sind.

**3. ANALYSEMETHODEN, DIE DAS LABOR ANZUWENDEN HAT, UND VORSCHRIFTEN FÜR DIE LABORUNTERSUCHUNG****3.1. 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  $\bar{x}$  den Durchschnitt der Ergebnisse aller 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  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$  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 <sup>(6)</sup>.

### 3.2. Allgemeine Vorschriften

Die für Kontrollzwecke eingesetzten Analysenmethoden müssen soweit wie möglich mit nachstehenden Bestimmungen übereinstimmen.

- 3.2.1. Die Analysenmethoden müssen in bezug auf die nachstehenden Kriterien getestet werden:
- i) Spezifität;
  - ii) Genauigkeit;
  - iii) Präzision; Wiederholbarkeit der Streuungsmaße innerhalb eines Labors und Vergleichbarkeit der Streuungsmaße in und zwischen den Labors;
  - iv) Nachweisgrenze;
  - v) Empfindlichkeit;
  - vi) Ausführbarkeit und Anwendbarkeit;
  - vii) andere Kriterien, die nach Bedarf ausgewählt werden können.
- 3.2.2. Die in Nummer 1 Ziffer iii) genannten Präzisionswerte lassen sich durch ein „collaborative trial“ gewinnen, das nach dem international anerkannten Protokoll über „collaborative trial“ durchgeführt worden ist (zB Internationale Normenorganisation, „Präzision von Prüfverfahren“) (ISO 5725/1981). Die Wiederholbarkeits- und Vergleichbarkeitswerte werden auf eine international anerkannte Weise, zB als die 95%igen „confidence intervals“ (ISO-Norm 5725/1981 spricht von 95% probability level = 95%iges Wahrscheinlichkeitsniveau) ausgedrückt, wie sie in der ISO-Norm 5725/1981 definiert sind. Die Ergebnisse des „collaborative trial“ sind zu veröffentlichen oder jedermann zugänglich zu machen.

Zur Kontrolle des Bleigehalts in Wein ist in der Verordnung (EWG) Nr. 2676/90 der Kommission<sup>(1)</sup> zur Festlegung gemeinsamer Analysemethoden für den Weinsektor in Kapitel 35 des dazugehörigen Anhangs die anzuwendende Methode festgelegt.

### 3.3. Spezifische Anforderungen

#### 3.3.1. Blei-, Cadmium- und Quecksilberanalysen

Spezifische Methoden für die Bestimmung der Blei-, Cadmium- oder Quecksilbergehalte sind nicht vorgeschrieben. Die Labors wenden eine validierte Methode an, die die in Tabelle 3 angegebenen Leistungskriterien erfüllt. Soweit möglich, sollte das Testmaterial des Ringversuchs zur Validierung zertifiziertes Referenzmaterial einschließen.

Tabelle 3: Leistungskriterien für Analysemethoden für Blei, Cadmium und Quecksilber

Parameter	Wert/Kommentar
Anwendungsbereich	Waren gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001
Nachweisgrenze	Nicht mehr als ein Zehntel des Höchstgehalts gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001, es sei denn, der Höchstgehalt für Blei liegt unter 0,1 mg/kg. In diesem Fall nicht mehr als ein Fünftel des Höchstgehalts
Bestimmungsgrenze	Nicht mehr als ein Fünftel des Höchstgehalts gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001, es sei denn, der Höchstgehalt für Blei liegt unter 0,1 mg/kg. In diesem Fall nicht mehr als zwei Fünftel des Höchstgehalts
Präzision	HORRAT <sub>r</sub> - oder HORRAT <sub>R</sub> -Werte von weniger als 1,5 gemäß Ringversuch
Wiederfindungsrate	80-120 % (gemäß Ringversuch)
Spezifizität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen

#### 3.3.2. 3-MCPD-Analyse

Spezifische Methoden für die Bestimmung des Gehalts von 3-MCPD sind nicht vorgeschrieben. Die Labors wenden eine validierte Methode an, die die in Tabelle 4 angegebenen Leistungskriterien erfüllt. Soweit möglich, sollte das Testmaterial des Ringversuches zur Validierung zertifiziertes Referenzmaterial einschließen. Eine spezifische Methode wurde im Ringversuch validiert und entspricht den Anforderungen in Tabelle 4 <sup>(2)</sup>.

<sup>(1)</sup> ABl. L 272 vom 3.10.1990, S. 1.

Tabelle 4: Leistungskriterien für Analysemethoden für 3-MCPD

Kriterium	Empfohlener Wert	Konzentration
Blindwert	Unter der Nachweisgrenze	—
Wiederfindungsrate	75—110 %	Alle
Bestimmungsgrenze	10 (oder weniger) µg/kg in trockenem Zustand	—
Standardabweichung des Blindwerts	Weniger als 4 µg/kg	—
Interne Präzisionsabschätzungen — Standardabweichung der Wiederholungsmessungen bei unterschiedlichen Konzentrationen	< 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. Abschätzung der Richtigkeit der Untersuchung und Berechnung der Wiederfindungsrate

Wenn möglich, wird eine Abschätzung der Richtigkeit der Analysen vorgenommen, indem geeignete zertifizierte Referenzmaterialien in den Kontrollvorgang einbezogen werden.

Ferner sind die „Harmonisierten Richtlinien für die Anwendung der Wiederfindungsraten zur Berichtigung analytischer Messungen“<sup>(d)</sup>, die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden, zu berücksichtigen.

Das Analyseergebnis ist korrigiert oder unkorrigiert anzugeben. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen.

#### 3.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG entsprechen.

#### 3.6. Angaben der Ergebnisse

Die Ergebnisse sind in denselben Einheiten anzugeben wie die in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalte.

#### QUELLEN

- <sup>(a)</sup> Entwurf der Norm prEN 13804 „Lebensmittel — Bestimmung von Spurenelementen — Leistungskriterien und allgemeine Überlegungen“, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel.
- <sup>(b)</sup> W Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, Anal. Chem., 1982, Nr. 54, 67A — 76A.
- <sup>(c)</sup> „Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection“, wurde CEN TC 275 und AOAC International vorgelegt (auch erhältlich als „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“).
- <sup>(d)</sup> 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, Nr. 71, 337 — 348.