



Rat der
Europäischen Union

Brüssel, den 29. Januar 2015
(OR. en)

5747/15
ADD 1

DENLEG 25
AGRI 43
SAN 32

ÜBERMITTLUNGSVERMERK

Absender:	Europäische Kommission
Eingangsdatum:	29. Januar 2015
Empfänger:	Generalsekretariat des Rates
Nr. Komm.dok.:	D034437/03 Annex 1
Betr.:	ANHANG zur VERORDNUNG DER KOMMISSION (EU) .../... zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Leistungskriterien für die Analysemethoden, die für die amtliche Kontrolle des Erucasäuregehalts in Lebensmitteln verwendet werden, und zur Aufhebung der Richtlinie 80/891/EWG der Kommission

Die Delegationen erhalten in der Anlage das Dokument D034437/03 Annex 1.

Anl.: D034437/03 Annex 1



EUROPÄISCHE
KOMMISSION

Brüssel, den **XXX**
SANCO/11334/2014 ANNEX Rev. 1
(POOL/E3/2014/11334/11334R1-EN
ANNEX.doc) D034437/03
[...] (2014) **XXX** draft

ANNEX 1

ANHANG

zur

VERORDNUNG DER KOMMISSION (EU) .../...

**zur Festlegung von Probenahmeverfahren und Leistungskriterien für die
Analysemethoden, die für die amtliche Kontrolle des Erucasäuregehalts in
Lebensmitteln verwendet werden, und zur Aufhebung der Richtlinie 80/891/EWG der
Kommission**

ANHANG

TEIL A: DEFINITIONEN

Für die Zwecke dieses Anhangs gelten folgende 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 unterscheidbar sein.
- „Einzelprobe“: an einer einzigen Stelle der Partie oder Teilpartie entnommene Menge.
- „Sammelprobe“: Summe der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Einzelproben. Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffende Partie bzw. Teilpartie anzusehen.
- „Laborprobe“: eine für das Labor bestimmte Probe.

TEIL B: PROBENAHMEVERFAHREN

B.1. ALLGEMEINE BESTIMMUNGEN

B.1.1. Personal

Die Probenahme wird von einer durch den Mitgliedstaat bevollmächtigten Person vorgenommen.

B.1.2. Zu beprobendes Material

Jede zu kontrollierende Partie oder Teilpartie ist einzeln zu beproben.

B.1.3. Vorsichtsmaßnahmen

Bei der Probenahme sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Veränderungen zu verhindern, die sich auf den Gehalt an Erucasäure auswirken, die analytische Bestimmung beeinträchtigen oder die Repräsentativität der Sammelproben zunichte machen könnten.

B.1.4. Einzelproben

Einzelproben sind – soweit praktisch machbar – an verschiedenen, über die gesamte Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu ziehen. Abweichungen von dieser Vorgangsweise sind in dem unter Nummer B.1.8. dieses Anhangs genannten Protokoll zu vermerken.

B.1.5. Herstellung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigung der Einzelproben hergestellt.

B.1.6. Proben für Vollzugs-, Rechtfertigungs- und Schiedszwecke

Die Proben für Vollzugs-, Rechtfertigungs- und Schiedszwecke sind aus der homogenisierten Sammelprobe zu ziehen, sofern dies nicht gegen die Vorschriften der Mitgliedstaaten über die Rechte der Lebensmittelunternehmer verstößt.

B.1.7. Verpackung und Versand der Proben

Jede Probe ist in einem sauberen, inerten Behältnis aufzubewahren, das angemessenen Schutz gegen Kontamination, Verlust von Analyten durch Adsorption an der inneren Wand des Behältnisses sowie gegen Beschädigung beim Transport bietet. Es sind alle notwendigen Vorkehrungen zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Probe während des Transports oder der Lagerung verändert.

B.1.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

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

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität jeder Partie oder Teilpartie, aus der die Probe gezogen wurde, eindeutig hervorgeht. In diesem Protokoll sind alle der folgenden Punkte anzuführen:

- i) Bezugsnummer der Partie, aus der die Probe gezogen wurde;
- ii) Datum und Ort der Probenahme;
- iii) alle Zusatzinformationen, die für die durchzuführende Analyse von Nutzen sein können.

B.2. STICHPROBENPLÄNE

B.2.1. AUFTEILUNG VON PARTIEN IN TEILPARTIEN

Große Parteien werden in Teilpartien unterteilt, sofern dies physisch möglich ist. Gewicht oder Anzahl von Teilpartien bei Massengütern muss den Angaben in Tabelle 1 entsprechen. Gewicht oder Anzahl von Teilpartien anderer Erzeugnisse muss den Angaben in Tabelle 2 entsprechen. Da das Gewicht der Partie nicht immer ein exaktes Vielfaches des Gewichts der Teilpartien ist, darf das Gewicht der Teilpartien das in den Tabellen 1 und 2 genannte Gewicht um bis zu 20 % überschreiten.

B.2.2. ANZAHL, GEWICHT UND VOLUMEN VON EINZELPROBEN

Die Sammelprobe muss mindestens 1 kg oder 1 Liter betragen, außer wenn dies nicht durchführbar ist, z. B. wenn eine Einzelpackung oder -einheit beprobt wird.

Die Mindestzahl der aus einer Partie oder Teilpartie zu ziehenden Einzelproben muss den Angaben in Tabelle 3 entsprechen.

Bei flüssigen Massengütern ist die Partie oder Teilpartie unmittelbar vor der Probenahme entweder manuell oder mechanisch möglichst gründlich zu vermischen, sofern dies die Qualität des Erzeugnisses nicht beeinträchtigt. In diesem Fall kann von einer homogenen Verteilung der Kontaminanten in der jeweiligen Partie oder Teilpartie ausgegangen werden. Daher reichen drei Einzelproben aus einer Partie oder Teilpartie für eine Sammelprobe aus.

Das Gewicht oder Volumen der Einzelproben muss annähernd gleich sein. Die Probenmenge sollte mindestens 100 g oder 100 ml betragen und zusammen eine Sammelprobe von mindestens ca. 1 kg oder 1 Liter ergeben. Abweichungen von diesem Verfahren sind in dem unter Nummer B.1.8. dieses Anhangs genannten Protokoll zu vermerken.

Tabelle 1: Aufteilung von Partien in Teilpartien bei Massengütern

Gewicht der Partie (t)	Gewicht oder Anzahl der Teilpartien
≥ 1 500	500 Tonnen
>300 und < 1500	3 Teilpartien
> 100 und < 300	100 Tonnen
< 100	-

Tabelle 2: Aufteilung von Partien in Teilpartien bei anderen Erzeugnissen

Gewicht der Partie (t)	Gewicht oder Anzahl der Teilpartien
≥ 15	15 -30 Tonnen
< 15	-

Tabelle 3: Mindestzahl der Einzelproben, die aus der Partie oder Teilpartie zu ziehen sind

Gewicht oder Volumen der Partie/Teilpartie (kg oder l)	Mindestanzahl der zu ziehenden Einzelproben
< 50	3
> 50 und < 500	5
< 500	10

Besteht die Partie oder Teilpartie aus einzelnen Packungen oder Einheiten, ist die Anzahl der Packungen oder Einheiten, die die Sammelprobe bilden, gemäß Tabelle 4 zu wählen.

Tabelle 4: Anzahl der Packungen oder Einheiten (Einzelproben), die die Sammelprobe bilden, wenn die Partie oder Teilpartie aus einzelnen Packungen oder Einheiten besteht

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

In Fällen, in denen die unter Nummer B.2. verwendete Methode der Probenahme inakzeptable wirtschaftliche Konsequenzen hätte (z. B. aufgrund von Verpackungsformen, Beschädigung der Partie etc.) oder praktisch unmöglich wäre, kann eine alternative Methode der Probenahme angewendet werden, sofern diese ausreichend repräsentativ für die beprobte Partie oder Teilpartie ist und umfassend im unter Nummer B.1.8. angeführten Protokoll dokumentiert wird.

B.3. PROBENAHME IM EINZELHANDEL

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Ebene des Einzelhandels ist soweit möglich nach den Probenahmebestimmungen unter Nummer B.2.2. durchzuführen.

In Fällen, in denen die unter Nummer B.2.2. verwendete Methode der Probenahme inakzeptable wirtschaftliche Konsequenzen hätte (z. B. aufgrund von Verpackungsformen, Beschädigung der Partie etc.) oder praktisch unmöglich wäre, kann eine alternative Methode der Probenahme angewendet werden, sofern diese ausreichend repräsentativ für die beprobte Partie oder Teilpartie ist und umfassend im unter Nummer B.1.8. angeführten Protokoll dokumentiert wird.

TEIL C: PROBENVORBEREITUNG UND PROBENANALYSE

C.1. LABORQUALITÄTSNORMEN

Die Laboratorien müssen die Bestimmungen von Artikel 12 der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 erfüllen.

Die Laboratorien müssen an Eignungsprüfungsprogrammen gemäß dem „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories“¹ teilnehmen, die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden.

Die Laboratorien müssen in der Lage sein, den Nachweis zu erbringen, dass sie über interne Qualitätskontrollverfahren verfügen. Beispiele hierfür sind die

¹ „The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories“ von M. Thompson, S. L. R. Ellison und R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145–196.

„ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on International Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories“.²

Wann immer möglich werden zur Abschätzung der Richtigkeit der Analysen geeignete zertifizierte Referenzmaterialien in die Analyse einbezogen.

C.2. VORBEREITUNG DER PROBEN

C.2.1. Vorsichtsmaßnahmen und allgemeine Festlegungen

Die grundlegende Anforderung besteht darin, eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination zu erhalten.

Das gesamte dem Labor zugesandte Probenmaterial ist zur Vorbereitung der Laborprobe zu verwenden.

Die bei der Analyse der Laborproben festgestellten Befunde geben Aufschluss darüber, ob die in der Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

C.2.2. Behandlung der im Laboratorium eingegangenen Probe

Die gesamte Sammelprobe wird fein gemahlen (wenn erforderlich) und sorgfältig gemischt. Für diesen Prozess muss nachgewiesen worden sein, dass eine vollständige Homogenisierung erreicht wird.

C.3. LEISTUNGSKRITERIEN FÜR DIE ANALYSEMETHODEN

C.3.1. Definitionen

Für die Zwecke dieser Verordnung gelten folgende Definitionen:

- „r“ = Wiederholbarkeit: 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 $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$.
- „R“ = Reproduzierbarkeit: 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; $R = 2,8 \times s_R$.

² Herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

„s _R “ =	Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.
„RSD _R “ =	Relative Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.
„LOD“ =	Nachweisgrenze: kleinster gemessener Gehalt, bei dem mit angemessener statistischer Zuverlässigkeit auf das Vorhandensein eines Analyten geschlossen werden kann. Die Nachweisgrenze ist zahlenmäßig identisch mit der dreifachen Standardabweichung vom Mittelwert der Blindbestimmungen (n>20).
„LOQ“ =	Quantifizierungsgrenze: niedrigste Analytmenge, die sich mit angemessener statistischer Zuverlässigkeit quantifizieren lässt. Sind Messgenauigkeit und Präzision in einem Konzentrationsbereich nahe der Nachweisgrenze konstant, entspricht die Quantifizierungsgrenze numerisch dem Sechs- bis Zehnfachen der Standardabweichung vom Mittelwert der Blindbestimmungen (n>20).
„u“ =	Kombinierte Standardmessunsicherheit, bestimmt unter Verwendung der einzelnen Standardmessunsicherheiten in Verbindung mit den Eingabegrößen in einem Messmodell ³ .
„U“ =	Erweiterte Messunsicherheit bei einem Erweiterungsfaktor von 2, der zu einem Grad des Vertrauens von ca. 95 % führt (U = 2u).
„U _f “ =	Maximale Standardmessunsicherheit.

C.3.2. Allgemeine Anforderungen

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analysemethoden müssen die Bestimmungen in Anhang III der Verordnung (EG) Nr. 882/2004 erfüllen.

C.3.3. Spezifische Anforderungen

C.3.3.1. Leistungskriterien

Sofern auf Ebene der Europäischen Union keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Kontaminanten in Lebensmitteln vorgeschrieben sind, können die Laboratorien jede validierte Analysemethode für die betreffende Matrix auswählen, vorausgesetzt, die ausgewählte Methode entspricht den spezifischen Leistungskriterien in Tabelle 5.

Es wird empfohlen, gegebenenfalls vorhandene vollständig validierte Methoden (d. h. Methoden, die in einem Ringversuch für die betreffende Matrix validiert wurden) anzuwenden, wann immer sich dies als zweckdienlich erweist. Andere geeignete validierte Methoden (z. B. intern validierte Methoden für die betreffende Matrix) können ebenfalls angewandt werden, sofern sie den Leistungskriterien in Tabelle 5 entsprechen.

Weitere Einzelheiten finden sich in den „Anmerkungen zu den Leistungskriterien“ (siehe unten).

³ International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

Soweit möglich ist bei intern validierten Methoden zertifiziertes Referenzmaterial für die Validierung zu verwenden.

Tabelle 5: Leistungskriterien für Methoden zur Analyse auf Erucasäure

Merkmal	Kriterium
Anwendungsbereich	Lebensmittel gemäß Verordnung (EG) Nr. 1881/2006
Spezifität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen
Wiederholbarkeit ((RSD _r))	0,66-facher RSD _R gemäß der (geänderten) Horwitz-Gleichung
Reproduzierbarkeit (RSD _R)	zwei Mal der mit der (geänderten) Horwitz-Gleichung abgeleitete Wert
Wiederfindung	95 – 105 %
LOD	≤ 1 g/kg
LOQ	≤ 5 g/kg

Anmerkungen zu den Leistungskriterien:

Die Horwitz-Gleichung⁴ (für Konzentrationen $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) und die geänderte Horwitz-Gleichung⁵ (für Konzentrationen $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sind verallgemeinerte Präzisionsgleichungen, die für die meisten Routineanalysemethoden nicht von Analyt und Matrix, sondern lediglich von der Konzentration abhängen.

Geänderte Horwitz-Gleichung für Konzentrationen $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

Dabei gilt:

- RSD_R ist die relative Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.
- C ist das Konzentrationsverhältnis (d. h. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Die geänderte Horwitz-Gleichung gilt für Konzentrationen $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Horwitz-Gleichung für Konzentrationen $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

⁴ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 1980, 63, 1344.

⁵ M. Thompson, Analyst, 2000, 125, 385-386.

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

Dabei gilt:

- RSD_R ist die relative Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.
- C ist das Konzentrationsverhältnis (d. h. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). Die Horwitz-Gleichung gilt für Konzentrationen $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

C.3.3.2. Der „Tauglichkeits“-Ansatz

Im Falle intern validierter Methoden kann zur Beurteilung der Eignung dieser Methoden für die amtliche Kontrolle alternativ ein „Tauglichkeits“-Ansatz⁶ herangezogen werden. Für die amtliche Kontrolle taugliche Methoden erbringen Ergebnisse, bei denen die kombinierte Standardmessunsicherheit (u) unter der mithilfe der nachstehenden Formel berechneten maximalen Standardmessunsicherheit liegt:

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

Dabei gilt:

- U_f ist die maximale Standardmessunsicherheit ($\mu\text{g}/\text{kg}$).
- LOD ist die Nachweisgrenze der Methode ($\mu\text{g}/\text{kg}$). Die LOD muss den Leistungskriterien gemäß Nummer C.3.3.1. für die jeweilige Konzentration entsprechen.
- C ist die jeweilige Konzentration ($\mu\text{g}/\text{kg}$).
- α ist ein konstanter numerischer Faktor, der in Abhängigkeit vom Wert für C zu verwenden ist; die zu verwendenden Werte sind in Tabelle 6 angegeben.

⁶ Siehe M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, 471-478.

Tabelle 6: Numerische Werte, die für α als Konstante in der unter dieser Nummer aufgeführten Formel abhängig von der jeweiligen Konzentration zu verwenden sind

C ($\mu\text{g/kg}$)	α
< 50	0,2
51 -500	0,18
501 -1000	0,15
1001 -10000	0,12
< 10000	0,1

TEIL D: DARSTELLUNG UND INTERPRETATION DER ERGEBNISSE

D.1. BERICHTERSTATTUNG

D.1.1. Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse sind in denselben Einheiten und mit derselben Anzahl signifikanter Stellen anzugeben, wie die in der Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 festgelegten Höchstgehalte.

D.1.2. Berechnung der Wiederfindungsrate

Beinhaltet die Analyseverfahren einen Extraktionsschritt, ist das Analyseergebnis um die Wiederfindungsrate zu berichtigen. In diesem Fall ist die Wiederfindungsrate mitzuteilen.

Wenn das Analyseverfahren keinen Extraktionsschritt beinhaltet, kann das Ergebnis ohne Berichtigung um die Wiederfindungsrate angegeben werden, sofern nachgewiesen wird – im Idealfall durch Verwendung von geeignetem zertifiziertem Referenzmaterial – dass die zertifizierte Konzentration unter Berücksichtigung der Messunsicherheit erreicht wird (d. h. eine hohe Messgenauigkeit) und dass das Verfahren folglich frei von Verzerrungen ist. Wird das angegebene Ergebnis nicht um die Wiederfindungsrate berichtigt, so ist dies anzumerken.

D.1.3. Messungenauigkeit

Das Analyseergebnis ist als $x \pm U$ anzugeben, wobei x das Analyseergebnis und U die erweiterte Messunsicherheit bedeutet, bei einem Erweiterungsfaktor von 2, der zu einem Konfidenzniveau von ca. 95 % ($U = 2u$) führt.

Der Analytiker sollte den „Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food and feed legislation“⁷ zur Kenntnis nehmen.

⁷

http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

D.2. AUSWERTUNG DER ERGEBNISSE

D.2.1. Akzeptanz einer Partie oder Teilpartie

Die Partie oder Teilpartie wird akzeptiert, wenn das für die Laborprobe ermittelte Analyseergebnis den jeweiligen Höchstgehalt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 nicht überschreitet, wobei die erweiterte Messunsicherheit und – soweit das angewandte Analyseverfahren einen Extraktionsschritt beinhaltet – die Berichtigung um die Wiederfindungsrate zu berücksichtigen sind.

D.2.2. Zurückweisung einer Partie oder Teilpartie

Eine Partie oder Teilpartie wird zurückgewiesen, wenn das für die Laborprobe ermittelte Analyseergebnis zweifelsfrei ergibt, dass der Höchstgehalt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 überschritten ist, wobei die erweiterte Messunsicherheit und – soweit die angewandte Analyseverfahren einen Extraktionsschritt beinhaltet – die Berichtigung um die Wiederfindungsrate zu berücksichtigen sind.

D.2.3. Anwendungsbereich

Die Auswertungsbestimmungen unter den Nummern D.2.1. und D.2.2. gelten für das Ergebnis der Analyse der zu Vollzugszwecken gezogenen Probe. Im Falle einer Analyse für Rechtfertigungs- oder Schiedszwecke gelten die nationalen Bestimmungen.