

Anleitung zur Abfassung der Methoden sowie allgemeine Erläuterungen zu deren Aufbau und Anwendung

Nachstehend ist das bei der Abfassung einer Methode zugrundezulegende Gliederungsschema wiedergegeben. Zusätzlich zu den speziell für den Autor bestimmten Hinweisen sind allgemeine, auch vom Anwender zu beachtende Erläuterungen enthalten. Letztere sind durch Längsstriche gekennzeichnet.

A. Allgemeine Hinweise

1 Zu berücksichtigende anderweitige Regelungen

Bei der Abfassung sind die rechtlichen Vorschriften über Einheiten im Meßwesen, die Nomenklaturregeln der IUPAC, soweit diese allgemein eingeführt sind, sowie die auf den vorgenannten Gebieten verabschiedeten DIN-Normen zu beachten.

2 Bezeichnung und Angabe von Gehalten

2.1 Bezeichnung von Gehalten

Zur Bezeichnung von Gehalten werden folgende Formelzeichen verwendet (Grundlagen: DIN 1310 – Zusammensetzung von Mischphasen – sowie DIN 32 631 – Gehaltsbereiche in der chemischen Analytik (z. Z. noch Entwurf) –; Näheres siehe dort¹⁾):

zur Bezeichnung	das Formelzeichen
– eines Massenanteils m_i/m (Einheitenzeichen z. B. g/kg, mg/kg)	w
– eines Stoffmengenanteils n_i/n (Einheitenzeichen z. B. mmol/mol, nmol/mol)	x
– eines Volumenanteils V_i/V_0 (Einheitenzeichen z. B. ml/l, μ l/l)	φ
– einer Massenkonzentration m_i/V (Einheitenzeichen z. B. g/l, mg/l)	ρ
– einer Stoffmengenkonzentration n_i/V (Einheitenzeichen z. B. mol/l, mmol/l)	c
– einer Volumenkonzentration V_i/V (Einheitenzeichen z. B. ml/l, μ l/l)	σ

Es bedeuten:

- m_i Masse des einzelnen Stoffes i
- n_i Stoffmenge des einzelnen Stoffes i
- V_i Volumen des einzelnen Stoffes i unter den angegebenen Bedingungen vor Mischvorgang
- m Gesamtmasse
- n Gesamtstoffmenge
- V_0 Gesamtvolumen unter den gegebenen Bedingungen vor Mischvorgang
- V Gesamtvolumen unter den gegebenen Bedingungen nach Mischvorgang (z. B. Volumen der fertigen Lösung)

Die Verwendung der Formelzeichen bietet den Vorteil einer eindeutigen und zugleich einfachen Definition der genann-

ten Gehaltsarten (Zusammensetzungsgrößen) im Rahmen einer Untersuchungsvorschrift. So läßt sich beispielsweise in der Auflistung der benötigten Chemikalien (siehe Abschnitt B.4) der Kaliumchromatgehalt einer Reagenslösung, die durch Lösen von 5 g Kaliumchromat und Auffüllen der Lösung auf 100 ml herzustellen ist, eindeutig definiert und zugleich knapp wie folgt bezeichnen

„Kaliumchromat-Lösung, $\rho = 5 \text{ g}/100 \text{ ml}$ “

2.2 Angabe von Gehalten

Gehalte werden unter Verwendung der entsprechenden Einheitenzeichen – erforderlichenfalls mit Vorsatzzeichen für Teile bzw. Vielfache – (Beispiele siehe A.2.1) angegeben.

Ist bei der Angabe eines Massen-, Stoffmengen- oder Volumenanteils jedoch im Einzelfall die Angabe in Prozent oder Promille als zweckmäßig anzusehen, so ist durch das entsprechende Formelzeichen (w , x oder φ) jeweils eindeutig zu kennzeichnen, welche der drei genannten Zusammensetzungsgrößen angegeben wird. Bei Kennzeichnung durch das Formelzeichen σ ist auch die Angabe einer Volumenkonzentration in Prozent oder Promille zulässig. Aus theoretischer Sicht vorhandene Bedenken gegen eine solche Angabe sind für die Zwecke der Praxis von untergeordneter Bedeutung und können zurückgestellt werden.

Beispiele:

- a) für eine Angabe in der Auflistung der benötigten Chemikalien (Abschnitt B.4):
„Ammoniak-Lösung, $w = 25\%$ “
- b) für eine Angabe innerhalb eines laufenden Textes:
„Der Ethanolgehalt σ muß mindestens 90 % (entsprechend $w \approx 85\%$) betragen.“

Angaben wie Massenprozent, Gewichtsprozent (Gew.-%), Volumenprozent (Vol.-%), ppm, ppb, ppt usw. sind nicht zu verwenden. Bisher üblicherweise in ppm, ppb oder ähnlich

¹⁾ Die von den genannten DIN-Normen empfohlene eingeschränkte Verwendung des Begriffes „Gehalt“ lediglich als Synonym für „Anteil“ in den Zusammensetzungsgrößen Massen-, Stoffmengen- und Volumenanteil wird für die Zwecke der vorliegenden amtlichen Sammlung nicht übernommen, da andernfalls der Begriff „Gehalt“ nicht mehr im Zusammenhang z. B. mit der Massenkonzentration eines festen Stoffes in einer flüssigen Probe benutzt werden könnte.

ausgedrückte Gehalte werden grundsätzlich unter Verwendung der entsprechenden Einheitenzeichen angegeben.

Die öfters noch anzutreffende Angabe einer Massenkonzentration in Prozent, Promille, ppm usw. allein oder mit Zusatz „(m/V)“ – z. B. die Angabe „Natriumchlorid-Lösung, 10 %ig (m/V)“ für eine durch Lösen von 10 g Natriumchlorid und Auffüllen auf 100 ml hergestellte Lösung – ist irreführend und nicht zulässig.

3 Hinweise auf Herstellerfirmen, Warenzeichen und dergleichen

Hinweise auf bestimmte Herstellerfirmen, Warenzeichen und dergleichen beispielsweise bei Chemikalien oder Geräten werden nur dann gegeben, wenn sie zur Charakterisierung der jeweiligen Produkte unbedingt erforderlich sind. Produkte anderer Herkunft können verwendet werden, wenn hinsichtlich der geforderten Eigenschaften mindestens Gleichwertigkeit sichergestellt ist.

B. Gliederung der Untersuchungsvorschriften

(Monat, Jahr)

Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG		
(z. B.:)	Untersuchung von Lebensmitteln (L) Bedarfsgegenständen (B) Kosmetischen Mitteln (K) Tabakerzeugnissen (T)	Waren- code Nr.
L	Bestimmung von ... in ... Nachweis	fortlaufende Nr. der Methode innerhalb obiger Code-Nr.
	(Angabe der Art des Verfahrens: Routine-, Referenz-Verfahren)	

1 Zweck und/oder Anwendungsbereich

Welche Merkmale (Inhalts-, Zusatz- oder Rückstandsstoffe bzw. Eigenschaften) werden in welchen Lebensmitteln mit Hilfe dieser Methode bestimmt? Text etwa: „Diese amtliche Methode beschreibt ein Referenz-(Routine-)Verfahren zur Bestimmung von in“.

2 Begriff

Was versteht man unter dem zu bestimmenden Merkmal? Text etwa: „Unter dem -Gehalt der im Abschnitt 1 genannten Erzeugnisse wird der nach dem hier beschriebenen Verfahren ermittelte -Gehalt verstanden. Er wird in (z. B. g/100 g) angegeben.“

3 Kurzbeschreibung

Kurze Beschreibung, Prinzip der Methode

4 Chemikalien

In der einzelnen Vorschrift wird, soweit erforderlich, folgender Passus vorangestellt (gegebenenfalls modifiziert und/oder ergänzt):

„Soweit nicht anders angegeben,

- sind analysenreine Chemikalien zu verwenden,
- muß Wasser entweder destilliert oder von entsprechender Reinheit sein,
- ist unter „Lösung“ eine wäßrige Lösung zu verstehen.“

Numeriert: 4.1; 4.2 ... 4.n

Angaben zu

- Reinheitsgrad, falls nicht z. A. (bei Wasser: falls nicht obengenannte Qualität)
- Gehalt: Die Ausführungen zur Bezeichnung und Angabe von Gehalten (siehe A.2) sind zu beachten.

Ergänzend zu den Angaben nach A.2 kann die Dichte angegeben werden.

Dichteangaben beziehen sich, soweit nicht anders angegeben, auf die Temperatur 20 °C.

Beispiel:

„4.2 Essigsäure (Eisessig), $w = 96\%$,
Dichte 1,06 g/ml“

Ist die genaue Gehaltsangabe nicht erforderlich, Circa-Gehalt angeben (nicht lediglich „konz.“, „verd.“ u. ä.)

- bestimmten Eigenschaften, z. B. gegläht, entfettet, peroxidfrei usw.
- gegebenenfalls Haltbarkeit

Weitere Angaben zur eindeutigen Charakterisierung

- wenn erforderlich, chemische Formel
- Kristallwassergehalt (in Verbindung mit Namen und/oder chemischer Formel) usw.
- Firmennamen, Warenzeichen (siehe hierzu Abschnitt A.3):

Ist die Angabe unbedingt erforderlich, dann nur so:

„Substanz x (z. B. Firma . . .)“

„Substanz y (z. B. (Warenzeichen o. dgl.), Firma . . .)“

Reihenfolge:

- Substanzen (z. B. Festsubstanzen, Säuren, Lösungsmittel, Gase)
- Lösungen (außer Maßlösungen und Standardlösungen), mit Gehaltsangabe

Beispiel (zugleich für Angaben bei vorgeschriebener Verwendung einer kristallwasserhaltigen Substanz):

„4.5 Natriumsulfat-Decahydrat-Lösung,
 $\rho = 10 \text{ g/100 ml}^*$ “

oder

„4.5 Natriumsulfat-Lösung,
 $\rho \text{ Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O} = 10 \text{ g}/100 \text{ ml}$ “

– Maßlösungen und Standardlösungen

Beispiele:

„4.7 Schwefelsäure-Maßlösung, $c = 0,5 \text{ mol/l}$ (1 N)“

„4.9 Natriumhydroxid-Maßlösung (Natronlauge),
 $c = 0,1 \text{ mol/l}$ (0,1 N)“

– spezielle Reagenzien, mit Beschreibung der Herstellung

Beispiel:

„4.11 Carrez-Lösung I

(darunter: Beschreibung der Herstellung)“

Werden keine Chemikalien benötigt, bleibt der Titel „4 Chemikalien“ bestehen mit Angabe: „Werden nicht benötigt“.

5 Geräte und Hilfsmittel

Zur Grundausstattung eines chemisch-analytischen Laboratoriums gehörende Geräte, wie übliche Laborglasgeräte, Analysenwaage usw., werden in der Aufstellung nur dann aufgenommen, wenn die Methode für solche Geräte ausdrücklich bestimmte Eigenschaften oder Ausführungen fordert (z. B. bestimmte Genauigkeit bei Pipetten, hohe oder niedrige Form bei Bechergläsern, bestimmte Durchmesser bei Trichtern u. ä.). Im übrigen bleibt die Verpflichtung des sachverständigen Anwenders der vorliegenden Methodensammlung zu sachgerechter Wahl von Geräten usw. unberührt.

Numeriert: 5.1; 5.2 ... 5.n

Bezeichnung des Gerätes/Hilfsmittels, gegebenenfalls mit Beschreibung und/oder Angabe der zur Durchführung der Analyse wesentlichen Eigenschaften; gegebenenfalls Hinweis auf entsprechende DIN-Norm.

Ist die Angabe eines Firmennamens, Warenzeichens oder dergleichen (siehe hierzu Abschnitt A.3), unbedingt erforderlich, dann nur so:

„Gerät z (z. B. ... (Modell, Typ) ..., Firma ...)“

6 Probenahme

6.1 Probenahme-Prüfplan

Hinweis auf den zugrundezulegenden Probenahme-Prüfplan *)

6.2 Probenahme-Technik

Technische Hinweise, Vorsichtsmaßnahmen usw. für Entnahme, Verpackung, Transport der Probe sowie deren Lagerung bis zur Untersuchung (z. B. Hinweis auf erforderliche Konservierung usw.)

7 Durchführung

Falls sicherheitstechnische Vorsichtsmaßnahmen zu beachten sind, insbesondere bei unvermeidbarer Verwendung toxischer Chemikalien, bei Explosionsgefahr usw., wird ein entsprechender Hinweis vorangestellt:

„HINWEIS: (folgt eingerückt Text)“

7.1 Vorbereitung der Probe

Angaben zur Aufarbeitung (Zerkleinerung, Homogenisierung usw.); sind derartige Maßnahmen bereits bei der Entnahme erforderlich, erfolgt Angabe unter 6.2)

7.2 Bestimmung bzw. Nachweis

Bei längerer Beschreibung des Verfahrens mit Unternummern:

7.2.1; 7.2.2 7.2.n

Gegebenenfalls werden Angaben über mögliche Fehlerquellen (z. B. Störeinflüsse von Matrixbestandteilen usw.), sonstige Schwierigkeiten bei der Analyse, sowie Hinweise zu deren Umgehung bzw. Behebung im Anschluß als Anmerkung(en) aufgenommen:

„Anmerkung(en): (folgt Text)“

8 Auswertung

8.1 Berechnung

Sofern erforderlich, Grundlage der Auswertung

Berechnungsformel

erforderliche Stellenangabe nach dem Komma

Text entsprechend den folgenden Beispielen (Formelzeichen siehe Abschnitt A.2.1):

a) „Der Trockenmassegehalt w in g/100 g der Probe wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w = \frac{(m - a) \cdot 100}{m}$$

a durch die Trocknung erfolgte Massenabnahme in g
 m Probeeinwaage in g.

Das Ergebnis wird auf eine Stelle nach dem Komma gerundet angegeben.“

b) „Der Gehalt ρ an titrierbaren Säuren (Gesamtsäure) als Weinsäure in g/l der Probe wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\rho = 0,75 \cdot a$$

a Verbrauch an Natronlauge (0,25 mol/l $\hat{=}$ 0,25 N) in ml je 25,0 ml der Probe

Das Ergebnis wird auf eine Stelle nach dem Komma gerundet angegeben.“

8.2 Zuverlässigkeit der Methode

Auf die Anleitung zur „Planung und statistischen Auswertung von Ringversuchen“ wird verwiesen. Gegebenenfalls Angabe von Konzentrationsbereich(en), Matrices usw., für die die nachfolgenden Daten ermittelt wurden.

8.2.1 Wiederholbarkeit (r)

$r =$; $s_{(r)} = \pm$ (jeweils mit Angabe des Einheitenzeichens)

8.2.2 Vergleichbarkeit (R)

$R =$; $s_{(R)} = \pm$ (jeweils mit Angabe des Einheitenzeichens)

9 Untersuchungsbericht

In die einzelne Vorschrift wird folgender Text aufgenommen:

„Im Untersuchungsbericht sind unter Hinweis auf diese amtliche Methode mindestens anzugeben:

Art, Herkunft und Bezeichnung der Probe

Art und Datum der Probenahme

Eingangs- und Untersuchungsdatum

Untersuchungsergebnis

Begründung, falls von dieser amtlichen Methode abgewichen worden ist“

*) Probenahme-Prüfpläne werden z. Z. erarbeitet. Die Veröffentlichung erfolgt in einem gesonderten Teil der amtlichen Sammlung.

10 Erläuterungen und Hinweise

In die einzelne Vorschrift wird folgender Hinweis aufgenommen:

„Auf die im Rahmen der „Anleitung zur Abfassung der Methoden“ im einleitenden Teil der amtlichen Sammlung gegebenen allgemeinen Erläuterungen wird verwiesen.“

Weitere Erläuterungen und Hinweise, z. B.:

Hinweis auf Übereinstimmung der amtlichen Methode mit DIN-, ISO- oder anderen Methoden.

11 Schrifttum

Angabe der Originalliteratur

C. Anleitung zur Erstellung von Rückstandsnachweisverfahren für die Amtliche Sammlung nach § 35 LMBG im Bereich der Tierarzneimittelrückstände in Lebensmitteln

0 Vorbemerkung

Prioritär besteht ein Bedarf an Untersuchungsverfahren zum Nachweis oder der Bestimmung von solchen pharmakologisch wirksamen Stoffen, für die national oder innerhalb der EG für Fleisch und andere Lebensmittel tierischer Herkunft Grenzwerte festgesetzt wurden (Höchstmengen, Beurteilungswerte usw.) oder die erfahrungsgemäß in nennenswertem Umfang illegal eingesetzt werden und zu gesundheitlich nicht unbedenklichen Rückständen führen können.

Das Verfahren muß sich beziehen auf den in den Rechtsnormen genannten Markerrückstand (Muttersubstanz oder Metabolit, gegebenenfalls Summe) und auf das Zielgewebe der betreffenden Tierart.

In Abhängigkeit von der Zweckbestimmung können die Verfahren als Screening-, Routine- oder Referenz-(Schieds-, Bestätigungs-)methoden eingereicht werden. In welche dieser Kategorien die eingereichte Methode dann letztlich eingestuft wird, entscheiden die Arbeitsgruppen nach § 35 LMBG aufgrund der Auswertung der Dokumentation und des gegebenenfalls durchgeführten Ringversuches.

1 Beschreibung des Untersuchungsverfahrens

Die Untersuchungsvorschrift ist in der Form vorzulegen, wie dies die „Anleitung zur Aabfassung der Methoden sowie allgemeine Erläuterungen zu deren Aufbau und Anwendung“ der Amtlichen Sammlung § 35 LMBG unter Buchstabe A. und B. vorsieht.

2 Dokumentation

Zur Bewertung der vorgelegten Methode und ihrer Einstufung sind mindestens zu folgenden Kriterien Daten vorzulegen:

- a) Spezifität
- b) Genauigkeit
- c) Präzision (nur Wiederholbarkeit)
- d) Nachweisgrenze
- e) Bestimmungsgrenze
- f) Praktikabilität
- g) Anwendbarkeit

Für die Ermittlung und Beschreibung der genannten Kriterien gelten die Definitionen der EG-Kommissionsentscheidung (87/410/EWG).

Hinsichtlich der Spezifität wird vor einer Methodenentwicklung empfohlen, Informationen bei der pharmazeutischen Firma, die den Wirkstoff in Tierarzneimitteln einsetzt,

und/oder beim BgVV einzuholen, welche Stoffwechsel- oder Abbauprodukte gegebenenfalls bei der Untersuchung interferieren könnten.

Es ist anzugeben, ob die Genauigkeit unter Einsatz eines inneren Standards oder unter Wiederfindungskorrektur bei Auswertung gegen einen äußeren Standard ermittelt wurde.

Die Kriterien a, b und c sind im Bereich des Grenzwertes zu prüfen. Die Nachweisgrenze ist durch die Untersuchung von Blindproben zu ermitteln, die von unterschiedlichen Tieren derselben Spezies stammen müssen.

Die Praktikabilität einer Methode setzt die kommerzielle Verfügbarkeit von Reagenzien, Standards und Geräten voraus. Bezugsquellen sind entsprechend in der Untersuchungsvorschrift anzugeben.

Unter Anwendbarkeit ist zu vermerken, ob das Verfahren auch Gewebe verschiedener Tierspezies zu analysieren erlaubt und ob gegebenenfalls auch bestimmte Metaboliten oder Analoge des Wirkstoffs erfaßt werden können.

Bei der Erstellung der Dokumentation ist zu beachten, daß die Daten tabellarisch, möglichst mitsamt Rohdaten (Peakhöhen/-flächen), zusammengestellt sind. Wenn die Rohdaten nicht mitgeliefert werden, sollten sie zumindest auf Anfrage zur Verfügung stehen. Die Präsentation von Musterchromatogrammen ist ebenso obligatorisch wie die Beschreibung des Auswerteverfahrens mit Berechnungsformeln und der Vorlage von Eichkurven von mehreren Tieren derselben Spezies.

Neben der in der Untersuchungsvorschrift anzugebenden, zur Methodik gehörenden Originalliteratur, sollte die Dokumentation eine Übersicht über die relevante Literatur zur Untersuchung des betreffenden Wirkstoffes enthalten.

3 Einreichen der Methode

Untersuchungsvorschrift und Dokumentation sind unter dem Stichwort „Tierarzneimittelrückstände“ einzureichen bei der

Geschäftsführung des § 35 LMBG im
Bundesinstitut für gesundheitlichen
Verbraucherschutz und Veterinärmedizin
Postfach 33 00 13
14191 Berlin

4 Methodenvorprüfung

Im BgVV werden die eingereichten Unterlagen einer Vorprüfung unterzogen, wobei gegebenenfalls ein Bericht-

erstatte aus einer Arbeitsgruppe nach § 35 LMBG mit hinzugezogenen wird. Offenkundige Mängel der Methode werden dem Entwickler unmittelbar mitgeteilt. Das BgVV erhebt dabei, unter anderem über ALS und ALTS, ob für einen bestimmten Wirkstoff in der amtlichen Überwachung bereits Alternativmethoden im Einsatz sind. Diese Phase schließt mit einem Bericht ab, der vom BgVV der Arbeitsgruppe vorgelegt wird. Diese entscheidet auf der Basis von Arbeitsvorschrift, Dokumentation und Bericht, ob die Methode in die Validierungsphase gehen soll bzw. welche Daten vom Methodenentwickler noch vorzulegen sind.

5 Externe Methodvalidierung

Die Arbeitsgruppe bestimmt mindestens zwei Laboratorien zur externen Validierung der vorgelegten Methode. Der Methodenentwickler kann diese Labors vorschlagen, soll sie während der Validierung betreuen und berichtet schließlich der Arbeitsgruppe über das Resultat der Prüfung. Analytiker aus den Prüflabors sollten zu den betreffenden Sitzungen eingeladen werden.

Bei erfolgreicher Prävalidierung beurteilt die Arbeitsgruppe den Status der Methode (Screening-, Routine-, Referenzmethode) und beschließt die Annahme der Methode zur Publikation als vorläufige prävalidierte Methode der Amtlichen Sammlung auf farbigem Papier.

6 Ringversuch

Frühestens 1 Jahr (Erprobungszeit) nach Veröffentlichung der vorläufigen prävalidierten Methode wird diese auf Antrag auf die Tagesordnung der Arbeitsgruppe gesetzt. Diese entscheidet unter anderem nach den Kriterien der gesundheitlichen Relevanz, der Akzeptanz und Bewährung der Methode sowie gegebenenfalls zwischenzeitlichen Alternativen, ob ein Ringversuch gemäß der Amtlichen Sammlung nach § 35 LMBG „Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen“ durchgeführt werden soll.

Bei positiver Entscheidung werden über die Adressenlisten des BgVV, ALS und ALTS rückstandsanalytisch erfahrene Laboratorien mit der Aufforderung zur Ringversuchsteilnahme angeschrieben.

Die Herstellung der Ringversuchsproben und die organisatorische Durchführung des Ringversuches übernimmt das BgVV oder ein von der jeweiligen Arbeitsgruppe beauftragtes Labor. Nach Eingang der Ringversuchsergebnisse erstellt das BgVV ein Ergebnisprotokoll, aufgrund dessen die Arbeitsgruppe entscheidet, ob der Ringversuch statistisch ausgewertet werden soll.

Nach Vorlage der statistischen Auswertung befindet sich die Arbeitsgruppe über die Annahme des Verfahrens als amtliche Methode und über die Publikation der Ringversuchsergebnisse.

D. Anleitung zur Erstellung von Rückstandsnachweisverfahren für die Amtliche Sammlung nach § 35 LMBG im Bereich der Pflanzenschutzmittelrückstände in Lebensmitteln

0 Vorbemerkung

Die ständige Einführung neuer Pflanzenschutzmittel in die landwirtschaftliche Praxis stellt die Lebensmittelüberwachung vor die Aufgabe, die darin enthaltenen Wirkstoffe in das Methodenspektrum der Rückstandsanalytik aufzunehmen. Bisher wurde im Rahmen der Amtlichen Sammlung nach § 35 LMBG bezüglich der Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln auf die Methodensammlung der DFG-Senatskommission für Pflanzenschutz-, Pflanzenbehandlungs- und Vorratsschutzmittel verwiesen. Seit der Erstellung der Arbeit der Senatskommission im Jahre 1989 erfolgt jedoch keine Aktualisierung und Erweiterung der dort beschriebenen Analyseverfahren. Um der amtlichen Lebensmittelüberwachung auch in Zukunft überprüfte Analysemethoden zur Verfügung zu stellen, die den erweiterten Anforderungen bezüglich der erfaßbaren Stoffe und ihrer Nachweisempfindlichkeit gerecht werden, wurde die Arbeitsgruppe „Analytik“ im Rahmen der Kommission für Pflanzenschutzmittel am BgVV eingerichtet. Eine wesentliche Aufgabe dieser Arbeitsgruppe ist die Beurteilung und redaktionelle Bearbeitung neuer Analysemethoden für die Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln. Ein besonderes Bedürfnis besteht hierbei in der ständigen Erweiterung und Verbesserung von Sammelmethode, da diese im besonderen Maße den Bedürfnissen einer umfassenden Lebensmittelüberwachung gerecht werden. Die Aufnahme von Methoden zum Nachweis einzelner Wirkstoffe wird in den Fällen angestrebt, wo die vorhandenen Multimethoden nicht oder nur mit Einschränkungen anwendbar sind.

1 Beschreibung des Untersuchungsverfahrens

Die Untersuchungsvorschrift ist in der Form vorzulegen, wie es die „Anleitung zur Abfassung der Methoden sowie allgemeine Erläuterungen zu deren Aufbau und Anwendung“ der Amtlichen Sammlung § 35 LMBG unter den Buchstaben A. und B. vorsieht.

2 Dokumentation

Zur Bewertung der vorgelegten Methoden sind mindestens zu folgenden Kriterien Daten vorzulegen:

- Anwendbarkeit
- Wiederfindungsrate aus Zusatzversuchen
- Wiederholbarkeit
- untere Grenze des praktischen Arbeitsbereichs

Für den Fall, daß die Anwendbarkeit eines Untersuchungsverfahrens alle pflanzlichen Lebensmittel einschließen soll, sind Zusatzversuche mit den folgenden Vertretern der unterschiedlichen Lebensmittelgruppen durchzuführen:

- Tomate (normale Lebensmittel)
- Avocado (fettreiche Lebensmittel)
- Orange (saure Lebensmittel)
- Mehl oder Rosine (trockene Lebensmittel)

Der Nachweis, daß mit dem vorgeschlagenen Verfahren üblicherweise schwierig zu analysierende Lebensmittel (z. B. Gewürze, Zwiebelgemüse, Tee) untersucht werden können, ist gesondert zu führen.

Die ausführliche Beschreibung der Versuche zur Methodenüberprüfung (Validierung) ist eine wesentliche Voraussetzung für die Beurteilung eines Methodenvorschlags. Aufgrund der Vielzahl möglicher Matrix/Wirkstoff-Kombinationen ist eine Überprüfung der Methoden im Rahmen von Ringversuchen selten praktikabel und daher hier nicht zwingend gefordert. Methoden werden hier als ausreichend validiert betrachtet, wenn sie mit positivem Resultat durch zwei externe Gutachter geprüft wurden. Durch Gutachter validierte

Methoden werden auf farbigem Papier in diese Sammlung übernommen.

3 Vorschlagsrecht

Der Vorschlag zur Aufnahme einer neu erarbeiteten Methode, zur Erweiterung einer bekannten Sammelmethode oder zur Übernahme einer aus der Literatur bekannten und nochmals überprüften Methode kann durch jeden interessierten Fachkollegen erfolgen.