390R1864

3.7.90 *EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING* Nr L 170/27

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EEG) nr 1864/90

av den 29 juni 1990

om ändring av förordning (EEG) nr 1470/68 om provtagning och minskning av prover och om metoder för analys av oljeväxtfrö

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av rådets förordning nr 136/66/EEG av den 22 september 1966 om den gemensamma organisationenen av marknaden för oljor och fetter(1), senast ändrad genom förordning (EEG) nr 2902/89(2), särskilt artikel 24a i denna, och

med beaktande av följande:

Beteckningen "dubbellågt" för rapsfrö beror på dess glukosinolathalt. För att fastställa den halten bör den lämpligaste metoden för detta föreskrivas.

I kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68(3), senast ändrad genom förordning (EEG) nr 2435/86(4), definieras den gemensamma gemenskapsmetoden för bestämning av glukosinolat-halten i rapsfrö. Sedan dess har en bättre analysmetod utvecklats och provats. Den gemensamma gemenskapsmetoden för fastställande av glukosinolathalten bör därför ändras.

De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från Förvaltningskommittén för oljor och fetter.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Bilaga 8 till förordning (EEG) nr 1470/68 skall ersättas med bilagan till denna förordning.

Artikel 2

Denna förordning träder i kraft samma dag som den offentliggörs i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning.*

Den skall tillämpas från och med den 1 juli 1990.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 29 juni 1990.

På kommissionens vägnar
Ray MAC SHARRY
Ledamot av kommissionen

(1) EGT nr 172, 30.9.1966, s. 3025/66.
(2) EGT nr L 280, 29.9.1989, s. 2.
(3) EGT nr L 239, 28.9.1968, s. 2.
(4) EGT nr L 210, 1.8.1986, s. 55.

BILAGA

"BILAGA 8

OLJEVÄXTFRÖ – BESTÄMNING AV GLUKOSINOLATER

Högseparerande vätskekromatografi

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna bilaga anger en metod för bestämning av olika glukosinolater i oljeväxtfrö av släktet *Brasssica*, framförallt raps, med användning av högseparerande vätskekromatografi (HPLC). Denna metod kan inte användas för att mäta glukosinolater som är substituerade i glukosmolekylen, men dessa föreningar har ringa betydelse för kommersiellt rapsfrö.

2. REFERENSER

Beredning av analysprover skall utföras enligt tillämpliga bilagor till denna förordning. Framför allt följande bilagor är viktiga:

Bilaga 2 — Minskning av laboratorieprover till analysprover.

Bilaga 3 — Bestämning av vattenhalt och halten av flyktiga ämnen.

3. PRINCIP

Extraktion av glukosinolater i en metanollösing, följd av rening och enzymatisk avsvavling med jonbytare. Bestämning med användning av omvänd fas högseparerande vätskekromatografi med elueringsgradient och UV-registering.

4. REAGENSER OCH MATERIAL

Alla reagenser skall vara av analyskvalitet och det vatten som används skall vara destillerat eller med minst motsvarande renhet.

4.1 Metanol, 70 % (volym) i vatten.

4.2 Natriumacetat, 0,02 mol/l lösning vid pH 4,0.

4.3 Natriumacetat, 0,2 mol/l lösning.

4.4 Imidazolformiat, 6 mol/l lösning.

Lös 204 g imidazol i 113 ml myrsyra i en 500 ml mätkolv. Späd till 500 ml med vatten.

4.5 **Inre standard**

Använd sinigrin (kaliumallylglukosinolatmonohydrat,(molekylvikt = 415,49) vars renhetsgrad bör kontrolleras enligt 4.5.3.

4.5.1 *Sinigrinlösning 5 mmol/l*

Lös 207,7 mg kaliumallylglukosinolatmonohydrat i vatten i en 100 ml mätkolv och fyll upp till märket.

4.5.2 *Sinigrinlösning 20 mmol/l*

Lös 831,0 mg kaliumallylglukosinolatmonohydrat i vatten i en 100 ml mätkolv och fyll upp till märket.

Förvara dessa lösningar i kylskåp vid cirka 4 °C om förvaringen sker för en kort tid (en vecka eller mindre) eller i frysbox eller frysskåp vid –18 °C under längre perioder.

4.5.3 *Renhetskontroll av sinigrin*

Använd ett eller fler av de följande tre proven:

— Analys med HPLC med nuvarande metod bör endast ge en huvudtopp.

— Analys av modfierad sinigrin med HPLC (jonparsteknik) bör endast ge en huvudtopp.

— Analys av avsvavlad och silierad sinigrin med gaskromatografi bör endast ge en huvudtopp.

I dessa prov bör huvudtopparna utgöra minst 98 % av den totala topparean.

Bekräfta genom att bestämma den kvantiteten glukos som frigjorts efter hydrolys med myrosin (tioglykosidglukohydrolas EG 3.2.3.1). Glukos bör mätas med enzymmetoder med användning av standard-utrustning som finns i handeln. All fri glukos som finns närvarande skall beaktas och detta bör fastställas utan tillsats av myrosin. Molarkoncentrationen av uppmätt glukos bör vara minst 98 % av molarkoncentrationen av sinigrinlösningen som provas.

4.5.4 *Alternativ inre standard: Glukotropaeolin*

I vissa frön av arten *Brassica* eller i frö av liknande arter (odlade eller självförökade) kan sinigrin förekomma naturligt. När naturligt förekommande sinigrin finns närvarande, bör en alternativ inre standard, glukotropaeolin (kaliumsaltet av benzylglukosinolat, molekylvikt = 447,52) användas, men det är ibland svårt att skilja detta från andra glukosinolater som förekommer naturligt i mindre mängder.

Använd glukotropaeolin på samma sätt som sinigrin (lösningar med 5 och 20 mol/l) efter att ha kontrollerat dess renhet enligt det förfarande som beskrivs i 4.5.3. och efter att ha kontrollerat att dess responsfaktor, i jämförelse med sinigrin, överensstämmer med den som anges i 7.2.

4.6 **Flytande faser**

4.6.1 Elueringsmedel A: (HPLC kvalitet)

4.6.2 Elueringsmedel B: acetonitril (HPLC kvalitet) 20 % (V/V) lösning i vatten (HPLC kvalitet). Koncentrationen kan behöva ändras beroende av vilken kolonn som används.

4.7 **Jonbytare**

4.7.1 DEAE Sepharose CI-6B i suspension och saluförd färdig för användning.

4.7.2 DEAE Sephadex A25 suspension som bereds på följande sätt:

Blanda 10 g harts i ett överskott av ättiksyra (2mol/l). Låt det sätta sig. Tillsätt 2 mol/l ättikssyra tills mängden av suspension är två gånger så stor som det sedimenterade materialet.

4.8 Sulfatas, *Helix pomatia* type HI (EC 3.1.6.1), tidigare renat och kontrollerat enligt nedan och sedan utspätt.

4.8.1 *Beredning av jonbytarkolonner*

Skär av fem pasteurpipetter (5.9) 7 cm ovanför halsen och sätt en glasullspropp (5.8) i halsen. Placera pipetterna vertikalt i ett stativ och häll i varje en sådan suspension av jonbytare DEAE Sepharose CI-6B (4.7.1), att när vattnet har runnit av en mängd av 500 µl jonbytare erhålls.

Häll 1 ml imidazolformiatlösning 6 mol/l (4.4) i varje pipett och skölj två gånger med 1 ml vatten.

4.8.2 *Rening av sulfatas*

Väg med en nogrannhet av ± 0,1 mg 25 mg *Helix pomatia* typ H1, lös i 2,5 ml vatten och för över 500 µl av denna lösning till var och en av de regenererade kolonnerna (4.8.1) Tvätta varje kolonn med 1,5 ml vatten. Tillsätt 1,5 ml av en lösning av 0,2 mol/l natriumacetat (4.3), återvinn och samla ihop eluaten från de fem kolonnerna i ett provrör.

Koncentrera eluaten genom filtrering på ett Millipore PTGC 11K25 filter tills en återstod av cirka 100 µl erhållits (sulfatas med en molvikt över 5 000 avlägsnas inte). Tillsätt 2,5 ml vatten och koncentrera ännu en gång genom filtrering tills en återstod av cirka 100 µl erhålls. Späd till 2,5 ml med vatten och förvara det renade sulfatasmaterialet i frysbox eller frysskåp vid –18 °C (i små mängder så att endast den mängd som behövs omedelbart behöver tinas).

4.8.3 *Prov på sulfatasaktivitet*

4.8.3.1 Beredning av en sinigrinlösning av 0,15 mmol/l, buffrad till pH 5,8

Gör i ordning följande lösningar i en följd:

a) Häll 1 ml ättikssyra i en 500 ml mätkolv och fyll med vatten till märket.

b) Häll 1 ml etyldiamin i en 500 ml mätkolv och fyll med vatten till märket.

c) Blanda 73 ml av lösning a) med 40 ml av lösning b).

d) Ställ in pH 5,8 med lösning a) eller b).

Överför 3 ml av 5 mmol/l sinigrinlösningen (4.5.1) till en 100 ml mätkolv och fyll till märket med lösning c).

4.8.3.2 Aktivitetsprov

En aktivitetsenhet uttrycks som framställningen av en mikromol av avsvavlad sinigrin per minut vid 30 °C och pH 5,8.

Överför för prov 2 ml av den buffrade sinigrinlösningen (4.8.3.1) till spektrometerns referens- och mätceller (5.3), justerade till en våglängd av 228 nm och med en celltemperatur av 30 °C. Placera vid tidpunkt t = 0 50 µl renad sulfatas (4.8.2) i mätcellen och starta registreringsapparaten. Stanna registreringen när absorbansen inte längre varierar (Ae), rita tangenten till punkt t = 0 och mät gradienten $\frac{\Delta A}{\Delta t}$

Aktiviteten av sulfatas, uttryckt i aktivitetsenheter per milliliter av sulfataslösning, är lika med

$$\frac{\Delta A}{\Delta t} \times \frac{V}{\Delta E} \times \frac{1\,000}{50} \times 10^6$$

där

$\frac{\Delta A}{\Delta t}$ är tangentgradienten till punkt t = 0 i absorbans per minut

V är volymen reagensmedel i liter (dvs. 2,0510 x 10^{-3} l)

ΔE är skillnaden mellan molarextinktionskoefficienten av sinigrin och avsvavlad sinigrin vid 228 nm

$\Delta E \quad \frac{\Delta Ae}{e \times c}$

där

ΔAe är skillnaden hos avsvavlat sinigrin mellan absorbans vid jämvikt och absorbans vid tidpunkt t = 0

e är kyvettlängden i centimeter (dvs. 1 cm)

c är koncentrationen av avsvavlad sinigrin i jämvikt, i mol per liter (dvs.

$$c = \frac{0{,}15 \times 10^{-3} \times 0{,}95 \times 2}{2{,}05} = 1{,}39 \times 10^{-4} \text{ mol/l})$$

Utfallet vid jämvikt av avsvavling av sinigrin är 0,95.

Beräkna ΔE som skall vara i storleksordningen 1 500 l. mol^{-1} cm^{-1}.

Aktiviteten hos sulfatas kan även beräknas med följande förenklade formel:

$$\text{Aktivitet} = \frac{\Delta A \times 5{,}7}{\Delta t \times \Delta Ae}$$

Den funna aktiviteten skall överstiga 0,5 µmol/min.ml av renad sulfataslösning (4.8.2).

4.8.4 *Utspädning*

Överför med en pipett 1 ml renad sulfatas (4.8.2) till en 10 ml mätkolv, fyll med vatten till märket och blanda.

Dela lösningen i små kvantiteter och förvara vid – 18 °C.

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning och i synnerhet:

5.1 Högseparerande vätskekromatograf som kan ge en elueringsgradient och reglera temperaturen i kolonnen till 30 °C och som är kopplad till en UV-detektor som tillåter mätningar vid 229 nm.

5.2 Kromatografikolonn för HPLC typ C18 eller C8 med partikelstorlek av ≤ 5 µm, eller t.ex.:

Lichrosorb RP 18 kolonn ≤ 5 µm (150 mm x 4,6 mm)

Spherisorb ODS2 kolonn ≤ 5 µm (250 mm x 4-5 mm)

Novapak C18 kolonn 4 µm (150 mm x 4 mm)

Lichrospher RP8 kolonn ≤ 5 µm (125 mm x 4 mm)

Nucleosil C18 kolonn ≤ 5 µm (200 mm x 4 mm)

Den valda kolonnens prestanda bör regelbundet kontrolleras, helst med användning av ett referensprov desulfoglukosinolat av rapsfrö och helst erhållet från prover från gemenskapens referenskontor. Kolonnen skall framför allt inte bryta ner 4-hydroxyglukobrassicin, en viktig men ganska ostabil glukosinolat.

Nya kolonner skall förbehandlas med denna metod tills repeterbara resultat erhållits.

5.3 Dubbelstrålande spektrometer som kan arbeta i ultraviolett ljus och om möjligt vid en reglerad temperatur av 30 °C, utrustad med kvartskyvetter och eventuellt med ett registreringssystem.

5.4 Mikrokvarn, t. ex. en kaffekvarn.

5.5 Centrifug för 6 ml provrör med en centrifugalhastighet av 5 000 g.

5.6 Varmvattenbad eller värmeaggregat som kan regleras till 75 °C.

5.7 6 ml provrör av polypropen.

5.8 Glasull.

5.9 Pasteur-pipetter, längd 150 mm.

6. UTFÖRANDE

6.1 Beredning av provexemplar

Minska laboratorieprovet enligt bilaga 2 och mal i mikrokvarnen (5.4) i 20 sekunder. Blanda mjölet och mal i ytterligare fem sekunder.

Om frömaterialet har en vattenhalt över 10 % (m/m) skall det först torkas med en luftström med en temperatur av högst 45 °C.

Anmärkning: När behandlade frön analyseras skall de tvättas med diklormetan innan de mals.

6.2 Bestämning av vattenhalt och halten av flyktiga ämnen

Bestäm vattenhalt och halten av flyktiga ämnen enligt bilaga 3.

6.3 Provmängd

Bered två provrör (5.7.) och överför till var och en 200 mg oljeväxtfröprov som vägts med en noggrannhet av 0,1 mg.

6.4 Utvinning av glukosinolater

Ställ provrören i det varma vattenbadet eller i värmeaggregatet (5.6), reglerade till 75 °C och låt dem stå där i en minut. Tillsätt 2 ml kokande lösning av 70 % metanol (4.1) och tillsätt genast

— till den första provröret A, 200 µl 5 mmol/l sinigrinlösning

— till den andra provröret B, 200 µl 20 mmol/l sinigrinlösning (4.5.2)

Fortsätt värma i badet vid 75 °C i en minut med regelbunden omskakning. Blanda innehållet av båda rören och centrifugera med en hastighet av 5 000 g under tre minuter. Överför varje supernatant till ett annat provrör (5.7).

Tillsätt 2 ml 70 % kokande metanollösning (4.1) till varje sediment och värm på nytt i badet vid 75 °C i 10 minuter med regelbunden omskakning. Centrifugera i tre minuter och överför supernatanten till ursprungs-provet. Justera mängden med vatten till cirka 5 ml och blanda.

Detta extrakt kan förvaras mörkt i två veckor i en frysbox eller ett frysskåp vid – 18 °C.

6.5 Beredning av jonbytarkolonner

Skär av det antal pasteurpipetter som behövs (5.9), dvs. en pipett per prov, så att en mängd av 1,2 ml ryms ovanför halsen och sätt en propp av glasull (5.8) i halsen. Ställ pipetterna vertikalt i ett stativ.

Häll 0,5 ml av den välblandade suspensionen av DEAE Sephadex A 25 (4.7.2) i varje kolonn och låt sjunka ner.

Tvätta kolonnerna med 2 ml 6 mol/l imidazolformiat (4.4) och sedan två gånger med 1 ml vatten.

6.6 Rening och avsvavling

Häll 1 ml extrakt (6.4) i den beredda kolonnen (6.5) utan att störa jonbytarens yta och låt rinna av. Tillsätt två gånger 1 ml natriumacetatbuffert vid 0,02 mol/l med pH 4,0 (4.2) och låt det rinna av varje gång.

Förvara 75 µl utspädd renad sulfataslösning (4.8.4). Låt reagera över en natt vid rumstemperatur. Eluera erhållet desulfoglukosinolat med två gånger 1 ml vatten (HPLC-kvalitet) som får att rinna av mellan varje tillsats. Samla eluaten i ett rör, blanda väl och förvara mörkt i frysbox eller frysskåp vid – 18 °C om det inte genast skall utsättas för kromatografi.

6.7 **Referensprov**

Om så efordras (se 7.3) utförs en referensanalys under samma förhållanden och med en identisk provmängd men utan sinigrinlösningen som inre standard för att upptäcka och kvantifiera eventuell mängd av sinigrin i provmängden.

6.8 **Kromatografi**

6.8.1 *Justering av utrustning*

Strömningshastigheten i den flytande fasen beror på kolonnens beskaffenhet (se 6.8.2).

Temperatur i kolonnen: 30 °C.

Detektorvåglängd: 229 nm

6.8.2 *Prov och elueringsgradient*

Spruta in i enlighet med bruksanvisningarna till apparaten högst 50 µl av den desulfoglukosinolatlösning som erhållits i 6.6.

Beroende på använd kolonn kan ett antal gradienter vara lämpliga:

— Spherisorb RP18 5-µm kolonn (150 mm × 4,6 mm)
  — 100 % av elueringsmedel A (4.6.1) + 0 % av elueringsmedel B (4.6.2) under 1 minut
  — en linjär elueringsgradient i 20 minuter tills 0 % av elueringsmedel A och 100 % av elueringsmedel B erhållits
  — en linjär elueringsgradient i 5 minuter tills 100 % av elueringsmedel A och 0 % av elueringsmedel B erhållits
  — 100 % av elueringsmedel A och 0 % av elueringsmedel B under 5 minuter för att utjämna.

— Lichrospher RP8 5-µm kolonn (125 mm × 4,0 mm)
  — 100 % av elueringsmedel A under 2 minuter och 30 sekunder.
  — en linjär elueringsgradient i 18 minuter tills 0 % av elueringsmedel A + 100 % av elueringsmedel B
  — 100 % av elueringsmedel B under 5 minuter
  — en linjär elueringsgradient i 2 minuter av 0 % av elueringsmedel A + 100 % av elueringsmedel B tills 100 % av elueringsmedel A och 0 % av elueringsmedel B erhållits
  — utjämna under 5 minuter.

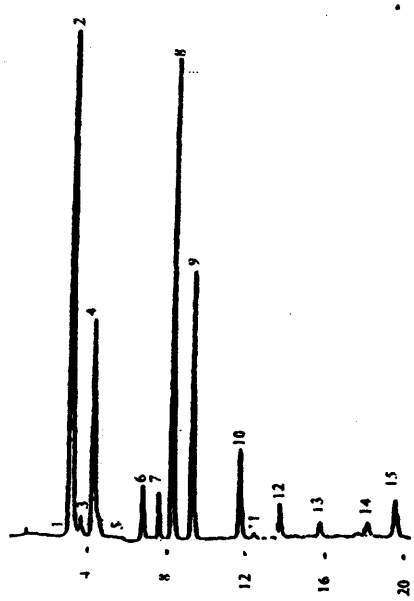
Anmärkning: Gradientprofilerna kan ändras för att ge högsta separering beroende på vilka kolonner som används.

6.8.3 *Utvärdering av kromatogram*

Ta endast hänsyn till de glukosinolattoppar med area som är större än 1 % av den sammanlagda arean av topparna.

Elueringsordningen för toppar med en kolonn av typ C18 och elueringsgradient av 6.8.2 är normalt följande:

1. **Désulfoglucoïbérine**
2. **Désulfoprogoïtrine**
3. **Désulfoépi-Progoïtrine**
4. **Désulfosinigrine**
5. **Désulfoglucoraphanine**
6. **Désulfogluconapoléiférine**
7. **Désulfoglucoalyssine**
8. **Désulfogluconapine**
9. **Désulfo-4-OH-glucobrassicine**
10. **Désulfoglucobrassicanapine**
11. **Désulfoglucotropaéoline**
12. **Désulfoglucobrassicine**
13. **Désulfogluconasturtiine**
14. **Désulfo-4-méthoxyglucobrassicine**
15. **Désulfonéoglucobrassicine**



7. RESULTATANGIVELSE

7.1 **Beräkning av mängden av varje glukosinolat**

Mängden av varje glukosinolat, uttryckt i mikromol per gram av hela torkade frön är lika med:

$$\frac{\text{desulfoglukosinatens topparea}}{\text{desulfosinigrintopparea}} \times \frac{\text{inre standardkvantitet tillförd tuben i 6.4 (i µmol)}}{\text{vikt av utvunnet prov}}$$

$$\times \text{ reagensfaktor av desulfoglukosinolat} \times \frac{100}{100 - H}$$

(7.2)

där

H är vattenhalt och halten av flyktiga ämnen uttryckt som procentandel av massan i provet (6.2)

I vissa fall krävs en presentation av resultaten vid en bestämd vattenhalt (för närvarande 9 %). I dessa fall multipliceras det erhållna resultatet för torrsubstans med

$$\frac{(100 - \text{vattenhalt})}{100}$$

7.2 **Reagensfaktorer**

Reagensfaktorernas värden har fastställts genom försök. De har fastställts i samråd med de olika laboratorierna som medverkade och kan behöva revideras så småningom:

Desulfoglukolberin	1,07
Desulfoglukobrassicanapin	1,15
Desulfoglukorafanin	1,07
Desulfo-4-hydroxyglucobrassicin	0,28
Desulfoglukoalyssin	1,07
Desulfoglukobrassicin	0,29
Desulfoprogoitrin	1,09
Desulfoneoglukobrassicin	0,20
Desulfoepi-progoitrin	1,09
Desulfoglukotropaeolin	0,95
Desulfosinigrin	1,00
Desulfoglukonasturtlin	0,95
Desulfoglukonapin	1,11
Desulfoglukonapolelferin	1,00
Desulfo-4-metoxyglukobrassicin	0,25
Andra desulfoglukosinolater	1,00

7.3 **Total mängd glukosinolat**

Den totala mängden glukosinol, uttryckt i mikromol per gram av provets torrsubstans, är lika med mängden av varje glukosinolat för vilken motsvarande topps area är större än 1 % av den sammanlagda arean av topparna.

Användningen av inre referensstandard vid två koncentrationer (4.5.1 och 4.5.2) gör det möjligt att ta hänsyn till sinigrin som finns i provet eller en okänd förening som eluerar samtidigt med sinigrin.

— Om skillnaden mellan resultaten av den totala glukosinolatmängden i de två upprepningarna följer villkoren för repeterbarhet (8.2), blir det ingen förorening av den inre referensen. Resultatet blir det aritmetiska medelvärdet av de två analyserna.

— Om skillnaden mellan resultaten faller utanför villkoren för repeterbarhet (8.2), upprepa analysen med två andra provmängder och utför ett referensprov (6.7) utan lösningen med inre standard. Föroreningsarean dras från den interna standarden för att få fram den verkliga arean av den ine referens som använts i formeln i 7.1. Resultatet blir det aritmetiska medelvärdet av resultaten från de två analyserna.

8. PRECISION OCH NOGRANNHET

8.1 **Precision (repeterbarhet och reproducerbarhet)**

En internationell samarbetsundersökning, som organiserades 1988 där 12 laboratorier ingick som var och en utförde dubbla analyser av 4 rapsprover, gav som resultat de värden för repeterbarhet och reproducerbarhet som visas i tabell 1. Resultaten bedömdes enligt ISO 5725 (Precision i testmetodanalys av repeterbarhet och reproducerbarhet för en standardtestmetod vid gemensamma tester mellan laboratorier).

Tabell 1: Värden för repeterbarhet och reproducerbarhet från en gemensam undersökning (1988)

Prover	Rapsfrö A	Rapsfrö B	Rapsfrö C	Rapsfrö D
Antal laboratorier, utomstående icke medräknade	11	11	11	11
Genomsnitt	20,6	14,1	4,9	25,6
Standardavvikelse av repeterbarhet	1,7	0,6	0,3	0,8
Repeterbarhet variationskoefficient	8,5 %	4,4 %	6,7 %	3,3 %
Repeterbarhet	4,9	1,7	0,9	2,4
Standardavvikelse av reproducerbarhet	3,4	2,5	1,5	2,4
Reproducerbarhet variationskoefficient	17 %	18 %	31 %	9,4 %
Reproducerbarhet	9,6	7,1	1,4	6,8

8.1.1 *Repeterbarhet*

På grundval av ovanstående resultat (8.1) bör skillnaden mellan värdet av de två analyserna, utförda i snabb följd av samma kemist med användning av samma utrustning för samma testprov, inte överstiga 2 µmol/g för mängder som är mindre än 20 µmol/g och 4 µmol/g för mängder mellan 20 och 30 µmol/g.

8.1.2 *Reproducerbarhet*

På grundval av ovanstående resultat (8.1) bör skillnaden mellan värdet av de slutliga resultaten som tagits fram av två laboratorier med den nuvarande metoden vid analys av samma laboratorieprov inte överstiga 4 µmol/g för mängder som är mindre än 20 µmol/g och 8 µmol/g för mängder mellan 20 och 35 µmol/g.

8.2 **Noggrannhet**

Den riktiga tillämpningen av metoden skall kontrolleras genom två exakt lika mätningar av referensmaterial av raps bestående av fastställda glukosinolatmängder och täckande områdena i fråga.

Lämpligt kontrollerat referensmaterial kan erhållas från Gemenskapens referenskontors (BCR) program vid Europeiska gemenskapernas kommission.

Förfarandet för att jämföra laboratorieresultat från referensmaterialet med bestyrkt innehåll beskrivs i avsnittet "Bruksanvisningar" i den rapport som följer med referensmaterialet.

9. ANALYSRAPPORT

Analysrapporten skall uppge den metod som använts och de resultat som erhållits. Den skall även innefatta alla närmare uppgifter om verksamheten som inte behöver anges enligt den internationella standarden och som anses valfria samt alla händelser som sannolikt har påverkat resultatet.

Analysrapporten skall innefatta alla uppgifter som behövs för att fullständigt kunna identifiera provmaterialet."