393L0117

Nr L 329/54 *EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING* 30.12.93

KOMMISSIONENS TOLFTE DIREKTIV 93/117/EEG

av den 17 december 1993

om fastställande av gemenskapsmetoder för analys vid den officiella foderkontrollen

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 70/373/EEG av den 20 juli 1970 om införande av gemenskapsmetoder för provtagning och analys vid den officiella foderkontrollen(1), senast ändrat genom förordning (EEG) nr 3768/85(2), särskilt artikel 2 i detta, och

med beaktande av följande:

I direktiv 70/373/EEG föreskrivs att gemenskapsmetoderna för provtagning och analys skall användas vid den officiella foderkontrollen för att fastställa om fodret uppfyller de krav som fastställs i lagar och andra författningar om foderkvalitet och fodersammansättning.

För att kontrollera om tillsatserna robenidin och metylbenzoquat uppfyller villkoren för att användas i foder bör en gemenskapsmetod för analys fastställas för dessa tillsatsämnen.

De åtgärder som föreskrivs i detta direktiv är förenliga med yttrandet från Ständiga foderkommittén.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Medlemsstaterna skall kräva att analyser vid den officiella foderkontrollen utförs med den metod som beskrivs i bilagan till detta direktiv då det gäller halter av robenidin och methylbenzoquat.

Artikel 2

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv senast den 30 november 1994. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

När en medlemsstat antar dessa bestämmelser skall de innehålla en hänvisning till detta direktiv eller åtföljas av en sådan hänvisning när de offentliggörs. Närmare föreskrifter om hur hänvisningen skall göras skall varje medlemsstat själv utfärda.

Artikel 3

Detta direktiv träder i kraft den tredje dagen efter det att det har offentliggjorts i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning*.

Utfärdat i Bryssel den 17 december 1993.

På kommissionens vägnar

René STEICHEN

Ledamot av kommissionen

(1) EGT nr L 170, 3.8.1970, s. 2.
(2) EGT nr L 362, 31.12.1985, s. 8.

BILAGA

1. BESTÄMNING AV ROBENIDIN

1,3-bis[(4-klorbenzyliden)syra] guanidin-hydroklorid

1. Syfte och användningsområde

Denna metod är avsedd för bestämning av robenidin i foder. Lägsta gräns för bestämningen är 5 mg/kg.

2. Princip

Provet extraheras med syratillsatt metanol. Extraktet torkas och en passande mängd renas i en kolonn med aluminiumoxid. Robenidinet elueras från kolonnen med metanol, koncentreras och ökas med en passande mängd mobil fas. Robenidinhalten bestäms genom omvänd-fas vätskekromatografi (HPLC) med en UV detektor.

3. Reagens

3.1 *Metanol*

3.2 *Sur metanol*

För över 4,0 ml saltsyra (P_{20}c:a, 1,18 g/ml) till en 500 ml mätkolv. Tillsätt metanol (3.1) till märket och blanda. Denna lösning måste beredas omedelbart innan den skall användas.

3.3 *Acetonitril, HPLC-kvalitet*

3.4 *Molekylsieve*

Typ 3A, 8–12 mesh (1,6–2,5 kulor, krystallinisk aluminiumsilikat, pordiameter 0,3 nm).

3.5 *Aluminiumoxid: sur, aktivitetsgrad 1 för kolonnkromatografi*

För över 100 g aluminiumoxid i en passande behållare och tillsätt 2,0 ml vatten. Förslut behållaren och skaka i cirka 20 minuter. Förvara i en väl försluten behållare.

3.6 *Kaliumhydrogenfosfatlösning, c = 0,025 mol/l*

Lös upp 3,40 g kaliumdihydrogenfosfat i vatten (HPLC-kvalitet) i en 1 000 ml mätkolv. Fyll på till märket och blanda.

3.7 *Dinatriumhydrogenfosfatlösning, c = 0,025 mol/l*

Lös upp 3,55 g vattenfri (eller 4,45 g dihydrat eller 8,95 g dodecahydrat) dinatriumhydrogenfosfat i vatten (HPLC-kvalitet) i en 1 000 ml mätkol. Fyll på till märket och blanda.

3.8 *HPLC mobil fas*

Blanda följande reagenser:

650. ml acetonitril (3.3),

250. ml vatten (HPLC-kvalitet),

50. ml kaliumdihydrogenfosfatlösning (3.6),

50. ml dinatriumhydrogenfosfatlösning (3.7).

Filtrera lösningen genom ett 0,22 µm filter (4.6) och lufta den (t. ex. med ultraljud i 10 minuter).

3.9 *Standardlösning*

Ren robenidin: 1,3-bis[(4-klorbenzyliden)syra] guanidin-hydroklorid.

3.9.1 Robenidin standardstamlösning: 300 µg/ml:

Väg upp 30 mg robenidinstandardlösning (3.9) med högst 0,1 mg avvikelse. Lös upp i försurad metanol (3.2) i en 100 ml mätkolv. Tillsätt samma lösning till märket och blanda. Slå in kolven i alumniumfolie och förvara på ett mörkt ställe.

3.9.2 Robenidin mellanstandardlösning: 12 µg/ml

För över 10,0 ml av standardstamlösning (3.9.1) till en 250 ml mätkolv. Tillsätt mobil fas (3.8) till märket och blanda. Slå in kolven i aluminiumfolie och förvara på ett mörkt ställe.

3.9.3 Kalibreringslösningar

För över 5,0, 10;0, 15,0, 20,0 respektive 25,0 ml av mellanstandardlösningen (3.9.2) till en rad 50 ml mätkolvar. Tillsätt mobil fas (3.8) till märket och blanda. Dessa lösningar har robenidinkoncentrationer på 1,2, 2,4, 3,6, 4,8 respektive 6,0 µg/ml och måste beredas omedelbart innan de skall användas.

4. Utrustning

4.1 *Glaskolonn*

Framställd av brunt glas och försedd med en avstängningsventil och med en volymkapacitet på omkring 150 ml. Invändig diameter 10–15 mm, längd 250 mm.

4.2 *Skakapparat*

4.3 *Rotationsindunstare*

4.4 *HPLC-utrustning med UV-detektor med varierbar våglängd eller diodsystemdetektor, som arbetar inom ett område på 250–400 nm*

4.4.1 HPLC-kolonn, 300 mm x 4 mm, C 18, 10µm packning eller en motsvarande kolonn

4.5 *Glasfiberfilterpapper* (Whatman GF/A eller motsvarande)

4.6 *Membranfilter, 0,22 µm*

4.7 *Membranfilter, 0,45 µm*

5. Utförande

OBS! Robenidin är ljuskänsligt. Brunt glas bör användas vid alla operationer.

5.1 *Allmänt*

5.1.1 Analysera ett blankprov för att kontrollera att varken robenidin eller andra störande ämnen finns närvarande.

5.1.2 Ett utbytestest skall utföras genom att analysera blankprovet (5.1.1). Tillsätt den mängd (spikat prov) robenidin som motsvarar den som finns i provet. För att tillsätta 60 mg/kg tillsätts 3,0 ml av standardstamlösningen (3.9.1) i en 250 ml konisk kolv. Indunsta lösningen till cirka 0,5 ml i en ström av kväve. Tillsätt 15 g av blankprovet, blanda och vänta i tio minuter innan extraktionen fortsätter (5.2).

OBS! Vid denna metod bör blankprovet vara av samma typ som analysprovet. Vid analys bör robenidin inte kunna spåras.

5.2 *Extraktion*

Väg upp ungefär 15 gram av det preparerade provet med högst 0,01 g avvikelse och för över till en 250 ml konisk kolv. Tillsätt 100,0 ml försurad metanol (3.2), förslut och skaka om i en timme med skakapparat (4.2). Filtrera lösningen genom ett glasfiberfilterpapper (4.5) och samla upp allt filtrat i en 150 ml konisk kolv.

Tillsätt 7,5 g molekylsieve (3.4), förslut och skaka i fem minuter. Filtrera omedelbart genom ett glasfiberfilterpapper. Spara lösningen för reningen (5.3).

5.3 *Rening*

5.3.1 Beredning av aluminiumoxidkolonnen

Sätt en liten plugg av glasull i nederdelen av glaskolonnen (4.1) och skjut ned den med en glasstång. Väg upp 11,0 g av den preparerade aluminiumoxiden (3.5) och för över till kolonnen. Se till att kolonnen inte exponeras alltför mycket för luft vid det här stadiet. Slå lätt på kolonnens nederdel så att aluminiumoxiden sedimenteras.

5.3.2 Rening av proven

För över 5,0 ml av det provextrakt som preparerats i (5.2) med pipett till kolonnen. Håll pipettens spets nära kolonnväggen och låt lösningen absorberas av aluminiumoxiden. Eluera robenidinet från kolonnen med 100 ml metanol (3.1) med en flödeshastighet på 2–3 ml/minut och samla upp eluatet i en 250 ml rundbottnad kolv. Indunsta metanollösningen tills det är torrt med hjälp av rotationsindunstaren (4.3) under sänkt tryck vid 40 °C. Upplös återstoden i 3–4 ml mobil fas (3.8) och överför kvantitativt till en 10 ml mätkolv. Skölj kolven med flera portioner mobil fas om 1–2 ml och överför sköljvätskan till mätkolven. Häll i samma lösning upp till märket och blanda. Filtrera en lagom del genom ett membranfilter, 0,45 µm. (4.7). Reservera denna lösning för HPLC-bestämning (5.4).

5.4 *HPLC-bestämning*

5.4.1 Parametrar

Följande betingelser är vägledande. Andra betingelser kan användas såvida de ger samma resultat.

HPLC-kolonn (4.4.1),

HPLC mobil fas (3.8),

Flödeshastighet: 1,5–2 ml/minut,

Detektorvåglängd: 317 nm,

Injektionsvolym: 20–50 µl.

Kontrollera det kromatografiska systemets stabilitet genom att upprepade gånger injicera kalibreringslösningen (3.9.3) innehållande 3,6 µg/ml, tills konstanta topphöjder och retentionsstider uppnåtts.

5.4.2 Kalibreringskurva

Injicera varje kalibreringslösning (3.9.3) flera gånger och mät topphöjderna (areorna) för varje koncentration. Upprätta en kalibreringskurva genom att använda kalibreringslösningarnas medeltopp-höjder eller medeltoppareor som y-koordinater och motsvarande koncentrationerna i µg/ml som x-koordinater.

5.4.3 Provlösning

Injicera provextraktet (5.3.2) flera gånger genom att använda samma mängd som utnyttjades till kalibreringslösningarna, och bestäm robenidintopparnas medeltopphöjd (area).

6. Resultatberäkning

Bestäm med hjälp av kalibreringskurvan (5.4.2) provlösningens koncentration i µg/ml, från medelhöjden (arean) av robenidintopparna i provlösningen.

Provets robenidinhalt w (mg/kg) beräknas med formeln:

$$w = \frac{c \times 200}{m}$$

där:

c = provlösningens robenidinkoncentration i µg/ml

m = provmängdens massa i g.

7. Utvärdering av resultat

7.1 *Identitet*

Analytets identitet kan bekräftas med ko-kromatografi, eller genom detektion med ett diodsystem med vilket provextraktets och kalibreringslösningens (3.6.3) spektrum innehållande 6,0 µg/ml jämförs.

7.1.1 Ko-kromatografi

Tillsätt ett provextrakt (spikat prov) genom att tillsätta en passande mängd kalibreringslösning (3.9.3). Den tillsatta mängden robenidin skall vara densamma som den uppskattade mängden robenidin som har påträffats i provextraktet.

Endast höjden av robenidintoppen skall ökas efter det att hänsyn tagits till både den tillsatta mängden och utspädningen av extraktet. Toppens bredd skall, vid den halva höjden, ligga inom ± 10 % av ursprungsbredden.

7.1.2 Detektion med diodsystem

Resultaten utvärderas enligt nedanstående kriterier:

a) Prov- och standardspektrumens maximala absorptionsvåglängd, uppmätta vid toppens spets på kromatogrammet, måste vara desamma inom en marginal som är avhängig detektorsystemets upplösningsstyrka. För detektion med diodsystem är den i allmänhet ± 2 nm.

b) Mellan 250 och 400 nm får prov- och standardspektrumen, uppmätta i toppens spets på kromatogrammet, inte vara olika för de delar av spektrumet som ligger inom 10–100 % relativ absorption. Detta kriterium anses uppfyllt om samma maxima är närvarande och avvikelsen mellan de två spektrumen inte på någon observerad punkt överstiger 15 % av standardanalytets absorption.

c) Mellan 250 och 400 nm får inte spektrumet någonstans på provextraktets topp skilja sig från varandra för de delar av spektrumet som ligger inom 10–100 % relativ absorption. Detta kriterium anses uppfyllt om samma maxima är närvarande och avvikelsen mellan spektrumena inte på någon observerad punkt överstiger 15 % av spektrumets absorption i toppen.

Om något av dessa kriterier inte uppfylls anses inte analytets närvaro bekräftad.

7.2 *Repeterbarhet*

Skillnaden mellan resultaten av två parallella bestämningar som utförts på samma prov får inte överstiga 10 % av det högre resultatet för robenidinhalter över 15 mg/kg.

7.3 *Utbyte*

Utbytet av det förstärkta blankprovet bör vara minst 85 %.

8. Resultat av en samarbetsanalys

Vid en samarbetsanalys som arrangerades av gemenskapen vid 12 laboratorier analyserades fyra prover av fjäderfä- och kaninfoder i form av mjöl eller pellets. För varje prov gjordes dubbla analyser. Resultaten framgår av följande tabell:

	Fjäderfä		Kanin	
	Mjöl	Pellets	Mjöl	Pellets
Medel mg/kg	27,00	27,99	43,6	40,1
S_r (mg/kg)	1,46	1,26	1,44	1,66
CV_r (%)	5,4	4,5	3,3	4,1
S_R (mg/kg)	4,36	3,36	4,61	3,91
CV_R (%)	16,1	12,0	10,6	9,7
Utbyte (%)	90,0	93,3	87,2	80,2

S_r : standardavvikelse för repeterbarhet.
CV_r : variationskoefficient för repeterbarhet.
S_R : standardavvikelse för reproducerbarhet.
CV_R : variationskoefficient för reproducerbarhet.

2. BESTÄMNING AV METYLBENZOQUAT

7-benzyloxy-6-butyl-3-metoxycarbonyl-4-quinolon

1. Syfte och användningsområde

Denna metod är avsedd för bestämning av metylbenzoquat i foder. Lägsta gräns för bestämning är 1 mg/kg.

2. Princip

Metylbenzoquat extraheras från provet med metanolisk metansulfonsyralösning. Extraktet renas med diklormetan, genom jonbyteskromatografi, och därefter åter med diklormetan. Metylbenzoquathalten bestäms genom omvänd-fas vätskekromatografi (HPLC) med en UV-detektor.

3. Reagens

3.1 *Diklormetan*

3.2 *Metanol, HPLC-kvalitet*

3.3 *HPLC mobil fas*

Blandning av metanol (3.2) och vatten (HPLC-kvalitet) 75 + 25 (v + v).

Filtrera lösningen genom ett 0,22 µm filter (4.5) och lufta den (t. ex. med ultraljud i 10 minuter).

3.4 *Metansulfonsyralösning*, σ = 2 %.

Späd 20,0 ml metansulfonsyra till 1 000 ml med metanol (3.2).

3.5 *Saltsyralösning*,σ = 10 %.

Späd 100,0 ml saltsyra (P20 cirka 1,18 g/ml) till 1 000 ml med vatten.

3.6 *Katjonbytesharts Amberlit CG-120 (Na), 100–200 mesh*

Hartsen behandlas innan den används: Slamma upp 100 g harts i 500 ml saltsyralösning (3.5) och värm under konstant omrörning på en värmeplatta tills det kokar. Låt svalna och häll bort syran. Filtrera under vakuum genom ett filterpapper. Tvätta hartsen två gånger med 500 ml vatten och därefter med 250 ml metanol (3.2). Skölj hartsen med ytterligare 250 ml metanol och torka genom att lufta filterkakan. Lagra den torkade hartsen i en tillsluten flaska.

3.7 *Standardlösning: ren metylbenzoquat (7-benzyloxy-6-butyl-3-metoxycarbonyl-4-quinolon)*

3.7.1 Metylbenzoquat standardstamlösning, 500 µg/ml:

Väg upp 50 mg metylbenzoquat standardlösning (3.7) med högst 0,1 mg avvikelse. Lös upp i metansulfonsyralösning (3.4) i en 100 ml mätkolv. Fyll på till märket och blanda.

3.7.2 Metylbenzoquat mellanstandardlösning: 50 µg/ml:

För över 5,0 ml metylbenzoquat standardstamlösning (3.7.1) till en 50 ml mätkolv. Tillsätt metanol (3.2) till märket och blanda.

3.7.3 Kalibreringslösningar

För över 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 respektive 5,0 ml metylbenzoquat mellanstandardlösning (3.7.2) till en rad 25 ml mätkolvar. Tillsätt mobil fas (3.3) till märket och blanda. Dessa lösningar har metylbenzoquat-koncentrationer på 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 respektive 10,0 µg/ml och måste beredas omedelbart innan de används.

4. Utrustning

4.1 *Skakapparat*

4.2 *Rotationsindunstare*

4.3 *Glaskolonn (250 x 15 mm) försedd med en avstängningsventil och med en volymkapacitet på omkring 200 ml*

4.4 *HPLC-utrustning med UV-detektor med varierbar våglängd eller diodsystemdetektor*

4.4.1 HPLC-kolonn, 300 mm x 4 mm, C-18, 10 µm packning eller en motsvarande kolonn

4.5 *Membranfilter, 0,22 µm*

4.6 *Membranfilter, 0,45 µm*

5. Utförande

5.1 *Allmänt*

5.1.1 Analysera ett blankprov för att kontrollera att varken metylbenzoquat eller andra störande ämnen finns närvarande.

5.1.2 Ett utbytestest skall utföras utvinningen genom att analysera blankprovet. Tillsätt den mängd (spikat prov) metylbenzoquat som motsvarar den som finns i provet. För att tillsätta 15 mg/kg tillsätts 600 µl av standardstamlösningen (3.7.1) till 20 g av blankprovet, blanda och vänta i tio minuter innan extraktionen fortsätter (5.2).

OBS! Vid denna metod bör blankprovet vara av samma typ som analysprovet. Vid analys bör metylbenzoquat inte kunna spåras.

5.2 *Extraktion*

Väg upp 20 gram av det preparerade provet med högst 0,01 g avvikelse och för över till en 250 ml konisk kolv. Tillsätt 100,0 ml metansulfonsyralösning (3.4) och skaka i 30 minuter med en skakapparat (4.1). Filtrera lösningen genom ett filterpapper och spara filtratet för vätske-vätskedelningen (5.3).

5.3 *Vätske-vätskedelning*

För över 25,0 ml av det filtrat som erhållits i (5.2) till en 500 ml separertratt som innehåller 100 ml saltsyralösning (3.5). Tillsätt 100 ml diklormetan (3.1) till separertratten och skaka i en minut. Låt skikten separera och häll över det nedersta skiktet (diklormetan) i en 500 ml rundbottnad kolv. Upprepa extraktionen av vattenfasen med ytterligare två portioner med 40 ml diklormetan och kombinera dessa med det första extraktet i den rundbottnade kolven. Indunsta diklormetanextraktet tills det är torrt i rotationsindunstaren (4.2) under sänkt tryck vid 40 °C. Upplös återstoden i 20–25 ml metanol (3.2), tillslut kolven och spara allt extrakt för jonbrytningskromatografin (5.4).

5.4 *Jonbrytningskromatografi*

5.4.1 Beredning av katjonbyteskolonnen

Sätt en liten plugg av glasull i nederdelen av glaskolonnen (4.3). Preparera ett slam genom att blanda 5,0 g av den beredda katjonbyteshartsen (3.6) med 50 ml saltsyra (3.5). Överför till glaskolonnen och låt sedimentera. Häll bort syraöverskottet tills den står lite över hartsytan. Tvätta kolonnen med vatten tills effluensen är neutral mot lackmuspapper. Överför 50 ml metanol (3.2) till kolonnen och låt rinna ner till hartsytan.

5.4.2 Kolonnkromatografi

För med pipett försiktigt över det extrakt som erhållits i (5.3) till kolonnen. Skölj den rundbottnade kolven med två portioner på 5–10 ml metanol (3.2) och överför dessa sköljvätskor till kolonnen. Låt extraktet rinna ner till hartsytan och tvätta kolonnen med 50 ml metanol och säkerställ att flödeshastigheten inte överstiger

5 ml per minut. Häll bort eluatet. Eluera metylbenzoquatet från kolonnen med 150 ml metansulfonsyralösning (3.4) och samla upp kolonneluatet i en 250 ml konisk kolv.

5.5 *Vätske-vätskedelning*

Överför det elutat som erhållits i (5.4.2) till en 1 liters separertratt. Skölj den koniska kolven med 5–10 ml metanol (3.2) och kombinera sköljvätskorna med innehållet i separertratten. Tillsätt 300 ml saltsyralösning (3.5) och 130 ml diklormetan (3.1). Skaka i en minut och låt faserna separera. Häll över det nedre skiktet (diklormetan) i en 500 ml rundbottnad kolv. Upprepa extraktionen i vattenfasen med ytterligare två portioner på 70 ml diklormetan och kombinera dessa extrakt med det första i den rundbottnade kolven.

Indunsta diklormetanextraktet i rotationsindunstaren (4.2) under sänkt tryck vid 40 °C tills det är torrt. Upplös återstoden i kolven med cirka 5 ml metanol (3.2) och överför denna lösning kvantitativt till en 10 ml mätkolv. Skölj den rundbottnade kolven med ytterligare två portioner på 1–2 ml metanol och överför dessa till mätkolven. Fyll på metanol till märket och blanda. Filtrera en lagom del genom ett membranfilter (4.6). Reservera denna lösning för HPLC-bestämning (5.6).

5.6 *HPLC-bestämning*

5.6.1 Parametrar

Följande betingelser är vägledande. Andra betingelser kan användas såvida de ger samma resultat.

HPLC-kolonn (4.4.1)

HPLC mobil fas: metanol-vattenblandning (3.3)

Flödeshastighet: 1–1,5 ml/minut

Detektorvåglängd: 265 nm

Injektionsvolym: 20–50 µl

Kontrollera det kromatografiska systemets stabilitet genom att upprepade gånger injicera kalibreringslösningen (3.7.3) innehållande 4 µg/ml, tills konstanta topphöjder eller areor och retentionsstider uppnåtts.

5.6.2 Kalibreringskurva

Injicera varje kalibreringslösning (3.7.3) flera gånger och mät topphöjderna (areorna) för varje koncentration. Upprätta en kalibreringskurva genom att använda kalibreringslösningarnas medeltopphöjder eller areor som y-koordinaten och motsvarande koncentrationerna i µg/ml som x-koordinaten.

5.6.3 Provlösning

Injicera provextraktet (5.5) flera gånger genom att använda samma mängd som utnyttjades till kalibreringslösningarna, och bestäm metylbenzoquattopparnas medeltopphöjd (area).

6. Resultatberäkning

Bestäm med hjälp av kalibreringskurvan (5.6.2) provlösningens koncentration i µg/ml, från medelhöjden (arean) av metylbenzoquattopparna i provlösningen.

Provets metylbenzoquathalt w (mg/kg) beräknas med formeln:

$$w = \frac{c \times 40}{m}$$

där:

c = provlösningens metylbenzoquakoncentration i µg/ml

m = provmängdens massa i g.

7. Utvärdering av resultat

7.1 *Identitet*

Bekräfta analytets identitet med ko-kromatografi, eller genom detektion med ett diodsystem med vilket provextraktet och kalibreringslösningens (3.7.3) spektrum innehållande 10 µg/ml jämförs.

7.1.1 Ko-kromatografi

Tillsätt ett provextrakt (spikat prov) genom att tillsätta en passande mängd standardmellanlösning (3.7.2). Den tillsatta mängden metylbenzoquat skall vara densamma som den uppskattade mängden metylbenzoquat som har påträffats i provextraktet.

Endast höjden av metylbenzoquattoppen skall ökas efter det att hänsyn tagits till både den tillsatta mängden och utspädningen av extraktet. Toppens bredd skall, vid den halva höjden, ligga inom ± 10 % av ursprungsbredden.

7.1.2 Detektion med diodsystem

Resultaten utvärderas enligt nedanstående kriterier:

a) Prov- och standardspektrernas maximala absorptionsvåglängd, uppmätta vid toppens spets på kromatogrammet, måste vara desamma inom en marginal som är avhängig detektorsystemets upplösningsstyrka. För detektion med diodsystem är den i allmänhet ± 2 nm.

b) Mellan 220 och 350 nm får prov- och standardspektrerna, uppmätta i toppens spets på kromatogrammet, inte vara olika för de delar av spektrumet som ligger inom 10–100 % relativ absorption. Detta kriterium anses uppfyllt om samma maxima är närvarande och avvikelsen mellan de två spektrerna inte på någon observerad punkt överstiger 15 % av standardanalytets absorption.

c) Mellan 220 och 350 nm får inte spektrerna någonstans på provextraktets topp skilja sig från varandra för de delar av spektrumet som ligger inom 10–100 % relativ absorption. Detta kriterium anses uppfyllt om samma maxima är närvarande och avvikelsen mellan spektrerna inte på någon observerad punkt överstiger 15 % av spektrumets absorption i toppen.

Om något av dessa kriterier inte uppfylls anses analytets närvaro inte bekräftad.

7.2 *Repeterbarhet*

Skillnaden mellan resultaten av två parallella bestämningar som utförts på samma prov får inte överstiga: 10 % av det högre resultatet för metylbenzoqahalter på mellan 4 och 20 mg/kg.

7.3 *Utbyte*

Utbytet av det förstärkta blankprovet bör vara minst 90 %.

8. Resultat av en samarbetsanalys

Fem prover analyserades av 10 laboratorier. För varje prov gjordes dubbla analyser.

	Blankprov	Mjöl 1	Pellets 1	Mjöl 2	Pellets 2
Medel mg/kg	i. u.	4,50	4,50	8,90	8,70
S_r (mg/kg)	—	0,30	0,20	0,60	0,50
CV_r (%)	—	6,70	4,40	6,70	5,70
S_R (mg/kg)	—	0,40	0,50	0,90	1,00
CV_R (%)	—	8,90	11,10	10,10	11,50
Utbyte (%)	—	92,00	93,00	92,00	89,00

i. u. : inte upptäckt.
S_r : standardavvikelse för repeterbarhet.
CV_r : variationskoefficient för repeterbarhet.
S_R : standardavvikelse för reproducerbarhet.
CV_R : variationskoefficient för reproducerbarhet.