

TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR 2002/69/EB

2005/EES/16/11

frá 30. júlí 2002

um aðferðir við sýnatöku og greiningu við opinbert eftirlit með díoxínunum og til að ákvarða PCB-efni, sem líkjast díoxíni, í matvælum (*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 85/591/EBE frá 20. desember 1985 um að koma á bandalagsaðferðum við sýnatöku og greiningu vegna matvælaeftirlits ⁽¹⁾, einkum 1. og 4. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 466/2001 ⁽²⁾, eins og henni var síðast breytt með reglugerð (EB) nr. 563/2002 ⁽³⁾ og breytt með reglugerð ráðsins (EB) nr. 2375/2001 ⁽⁴⁾, er kveðið á um hámarksviðmiðunargildi fyrir díoxín og fúrön í tilteknum matvælum.
- 2) Í tilskipun ráðsins 89/397/EBE frá 14. júní 1989 um opinbert matvælaeftirlit ⁽⁵⁾ er mælt fyrir um almennar meginreglur við framkvæmd matvælaeftirlits. Með tilskipun ráðsins 93/99/EBE frá 29. október 1993 um viðbótarákvæði um opinbert matvælaeftirlit ⁽⁶⁾ er kveðið á um kerfi gæðastaðla fyrir þær rannsóknarstofur sem aðildarríkin hafa falið opinbert matvælaeftirlit.
- 3) Í tilskipun 85/591/EBE eru settar almennar viðmiðanir fyrir sýnatöku- og greiningaraðferðir. Í tilteknum tilvikum er hins vegar nauðsynlegt að mæla fyrir um sértækari viðmiðanir og eða kröfur, sem greiningaraðferð skal uppfylla, svo að tryggt sé að rannsóknarstofur styðjist við greiningaraðferðir sem eru allar svipaðar hvað varðar áreiðanleika.
- 4) Ákvæðin um sýnatöku og greiningaraðferðir voru sett með hliðsjón af núverandi þekkingu og þau má laga að framförum á sviði vísinda og tækni.
- 5) Ákvæðin, sem mælt er fyrir um í þessari tilskipun, gilda eingöngu um sýnatöku og greiningu á díoxínunum

og díoxínlikum PCB-efnum vegna framkvæmdar reglugerðar (EB) nr. 466/2001 og hafa ekki áhrif á skipulag sýnatökunnar, magn og tíðni við sýnatöku eins og tilgreint er í III. og IV. viðauka við tilskipun ráðsins 96/23/EB frá 29. apríl 1996 um ráðstafanir til eftirlits með tilteknum efnum og leifum þeirra í lifandi dýrum og dýraafurðum og um niðurfellingu á tilskipunum 85/358/EBE og 86/469/EBE og ákvörðunum 89/187/EBE og 91/664/EBE ⁽⁷⁾. Þau hafa ekki áhrif á markviðmiðanir fyrir sýnatöku sem mælt er fyrir um í ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 98/179/EB frá 23. febrúar 1998 um nákvæmar reglur um sýnatöku vegna opinbers eftirlits með tilteknum efnum og leifum þeirra í lifandi dýrum og dýraafurðum ⁽⁸⁾.

- 6) Beita skal markvissum aðgerðum til að afla heildstæðra, áreiðanlegra gagna um tilvist díoxínlikra PCB-efna í matvælum. Því skal mælt fyrir um kröfur um greiningaraðferðir sem nota skal við ákvörðun á díoxínlikum PCB-efnum í matvælum.
- 7) Nota má afkastamikla skimunargreiningu, sem hefur hlotið staðfesta, fullnægjandi og víðtæka fullgildingu, til að velja sýni með umtalsverðum styrk díoxína. Síðan þarf að ákvarða magn díoxína í þessum sýnum með staðfestingargreiningu. Því þykir rétt að kveða á um strangar kröfur að því er varðar staðfestingargreiningu og lágmarkskröfur að því er varðar skimunaraðferðina.
- 8) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari tilskipun, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferli og heilbrigði dýra.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

I. gr.

(*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. EB L 209, 6.8.2002, bls. 5. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 42/2003 frá 16. maí 2003 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun), sjá EES-viðbætur við Stjórnartíðindi Evrópusambandsins nr. 39, 31.7.2003, bls. 5.

⁽¹⁾ Stjtið EB L 372, 31.12.1985, bls. 50.

⁽²⁾ Stjtið. EB L 77, 16.3.2001, bls. 1.

⁽³⁾ Stjtið. EB L 86, 3.4.2002, bls. 5.

⁽⁴⁾ Stjtið. EB L 321, 6.12.2001, bls. 1.

⁽⁵⁾ Stjtið. EB L 186, 30.6.1989, bls. 23.

⁽⁶⁾ Stjtið. EB L 290, 24.11.1993, bls. 14.

⁽⁷⁾ Stjtið. EB L 125, 23.5.1996, bls. 10.

⁽⁸⁾ Stjtið. EB L 65, 5.3.1998, bls. 31.

Aðildarríkin skulu tryggja að sýnataka vegna opinbers eftirlits með magni díoxíns og fúrana, og ákvörðun á magni díoxínlikra PCB-efna í matvælum sé í samræmi við þær aðferðir sem lýst er í I. viðauka.

2. gr.

Aðildarríkin skulu tryggja að undirbúningur sýna og greiningaraðferðir vegna opinbers eftirlits með magni díoxína og fúrana og ákvörðun á magni díoxínlíkra PCB-efna í matvælum sé í samræmi við þær aðferðir sem lýst er í II. viðauka.

3. gr.

Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórn-sýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 28. febrúar 2003. Þau skulu tilkynna það framkvæmda-stjórninni þegar í stað.

Þegar aðildarríkin samþykkja þessi ákvæði skal vera í þeim tilvísun í þessa tilskipun eða þeim fylgja slík tilvísun þegar þau eru birt opinberlega. Aðildarríkin skulu setja nánari reglur um slíka tilvísun.

4. gr.

Tilskipun þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópubandalaganna*.

5. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 30. júlí 2002.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

David BYRNE

framkvæmdastjóri.

I. VIÐAUKI

SÝNATÖKUADFERÐIR VIÐ OPINBERT EFTIRLIT MEÐ MAGNI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF) OG ÁKVÖRDUN Á DÍOXÍNLÍKUM PCB-EFNUM Í TILTEKNUM MATVÆLUM

1. Tilgangur og gildissvið

Sýni, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með magni díoxína (PCDD/PCDF), svo og til að ákvarða magn díoxíníkra PCB-efna⁽¹⁾ í matvælum, skulu tekin samkvæmt þeim aðferðum sem er lýst hér á eftir. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueiningarnar eða framleiðsluhlutana sem þau eru tekin úr. Ákvarðað skal á grundvelli þess magns, sem finnst í rannsóknarsýnum, hvort farið sé að ákvæðum um hámarks magn sem mælt er fyrir um í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 466/2001 um hámarks magn tiltekinna mengunarefna í matvælum.

2. Skilgreiningar

Framleiðslueining: sanngreinanlegt magn af matvöru, afhent í einu, sem opinber sýnatökumaður staðfestir að hafi sameiginleg einkenni, svo sem að því er varðar uppruna, afbrigði, gerð umbúða, pakkanda, sendanda eða merkingar. Þegar um fisk og fiskafurðir er að ræða skulu allir fiskarnir vera af svipaðri stærð.

Framleiðsluhluti: tiltekinn hluti stórrar framleiðslueiningar, sem valinn er, þannig að það samræmist sýnatökuaðferðinni sem notuð er við þennan tiltekna hluta. Hver framleiðsluhluti skal vera skilinn frá öðrum og sanngreinanlegur.

Hlutasýni: magn efnis tekið á sama stað í framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.

Safnsýni: sameinuð heild allra hlutasýna sem tekin eru úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.

Rannsóknarsýni: dæmigerður hluti eða magn safnsýnisins sem nota skal á rannsóknarstofu.

⁽¹⁾ Tafla yfir jafngildisstuðla Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar fyrir eiturrif (WHO TEF) til nota við áhættumat fyrir menn sem grundvallast á niðurstöðum ráðstefnu stofnunarinnar í Stokkhólmi í Svíþjóð 15. til 18. júní 1997 (Van den Berg et al., (1998) *Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775).

Efnamyndir	TEF-gildi	Efnamyndir	TEF-gildi
Dibensó-p-díoxín (PCDD)		„Díoxínílk PCB-efni“: PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni + ein-ortó-PCB-efni	
2,3,7,8-TCDD	1	PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibensófúrön (PCDF)		Ein-ortó-PCB-efni	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Skammstafanir: T = tetra, Pe = penta, Hx = hexa, Hp = hepta, O = okta, CDD = klórdibensodíoxín, CDF = klórdibensófúrön, CB = klórbifenýl.

3. Almenn ákvæði

3.1. Starfsfólk

Hæfur og viðurkenndur aðili, sem aðildarríkin hafa tilgreint, skal annast sýnatöku.

3.2. Efni til sýnatöku

Taka ber sýni úr hverri framleiðslueiningu sem á að rannsaka.

3.3. Varúðarráðstafanir

Gera þarf varúðarráðstafanir þegar rannsóknarsýni eru tekin og undirbúin til þess að forðast breytingar sem myndu hafa áhrif á magn díoxína og díoxínlíkra PCB-efna, villandi áhrif á niðurstöðu greiningarinnar eða gera safnsýnin ódæmigert.

3.4. Hlutasýni

Hlutasýni skulu, eftir því sem kostur er, tekin sem víðast úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum. Sé ekki farið eftir þessari aðferð verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið 3.8.

3.5. Undirbúningur safnsýnis

Safnsýnið er myndað með því að sameina öll hlutasýnin. Það skal vera a.m.k. 1 kg nema það sé ekki mögulegt, t.d. þegar sýnið er aðeins einn pakki.

3.6. Frekari skipting safnsýnis í rannsóknarsýni vegna fullnustu ákvæða, verslunarverndar eða úrskurðarmála

Taka ber rannsóknarsýni, vegna fullnustu ákvæða, verslunarverndar eða vegna úrskurðarmála, úr einsleitu safnsýni, svo fremi það stangist ekki á við reglur aðildarríkja um sýnatöku. Rannsóknarsýni vegna fullnustu ákvæða skulu vera nægilega stór til að hægt sé að framkvæma á þeim a.m.k. tvær greiningar.

3.7. Þökkun og flutningur á safn- og rannsóknarsýnum

Hvert safn- og rannsóknarsýni skal sett í hreint, hvarftregt ílát sem ver það nægilega gegn mengun, tapi greiniefna vegna aðsogs í innri vegg ílátsins og skemmdum í flutningi. Gera skal allar nauðsynlegar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir breytingu á samsetningu safn- og rannsóknarsýna sem gæti átt sér stað á meðan á flutningi eða geymslu stendur.

3.8. Innsigling og merking safn- og rannsóknarsýna

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsiglað á sýnatökustað og merkt samkvæmt reglugerðum aðildarríkisins. Halda skal skrá yfir hverja sýnatöku þannig að hver framleiðslueining verði ótvírætt sanngreinanleg og tilgreina skal dagsetningu og sýnatökustað ásamt öðrum viðbótarupplýsingum sem gætu komið greinandanum að notum.

4. Sýnatökuáætlun

Sýnatökuáætlunin, sem notuð er, skal tryggja að safnsýnið sé dæmigert fyrir framleiðslueininguna sem verið er að athuga.

Fjöldi hlutasýna

Þegar um er að ræða mjólk og olíu, þar sem gera má ráð fyrir að dreifing viðkomandi mengunarefna sé einsleit, nægir að taka þrjú hlutasýni úr hverri framleiðslueiningu í safnsýninu. Tilvísun í númer framleiðslueiningar skal koma fram. Að því er aðrar vörur varðar skal lágmarksfjöldi hlutasýna, sem taka ber úr framleiðslueiningu, vera sá sem gefinn er upp í töflu 1.

Safnsýnið, sem til verður úr öllum hlutasýnunum, skal vera a.m.k. 1 kg (sjá lið 3.5). Hlutasýnin skulu vera af svipaðri þyngd. Þyngd hlutasýnis á a.m.k. að vera 100 grömm. Þyngd hlutasýnis er háð stærð agnanna í framleiðslueiningunni. Sé ekki farið eftir þessari aðferð verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið 3.8. Í samræmi við ákvæðin í ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 97/747/EB frá 27. október 1997 um ákvörðun viðmiðunarmarka og tíðni sýnatöku, sem kveðið er á um í tilskipun ráðsins 96/23/EB um ráðstafanir til eftirlits með tilteknum efnum og leifum þeirra í tilteknum dýraafurðum⁽¹⁾, skal stærð sýna með hænueggjum vera a.m.k. 12 egg (bæði fyrir framleiðslueiningar í lausu og með stökum pökkum, tafla 1 og 2).

(¹) Stjtið. EB L 303, 6.11.1997, bls. 12.

TAFLA 1

Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka skal úr framleiðslueiningu

Þyngd framleiðslueiningar (í kg)	Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka ber
< 50	3
50 til 500	5
> 500	10

Í töflu 2 er tilgreindur fjöldi þeirra pakka sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin samanstendur af einstökum pökkum.

TAFLA 2

Fjöldi pakka (hlutasýni) sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin samanstendur af einstökum pökkum.

Fjöldi pakka eða eininga í framleiðslueiningunni	Fjöldi pakka sem þarf
1 til 25	1 pakki eða eining
26 til 100	u.þ.b. 5%, a.m.k. 2 pakkar eða einingar
> 100	u.þ.b. 5%, a.m.k. 10 pakkar eða einingar

5. **Samræmi framleiðslueiningar eða framleiðsluhluta við forskriftir**

Rannsóknarstofan, sem annast eftirlit, skal greina rannsóknarsýnið tvisvar ef niðurstöður fyrstu greiningarinnar eru minna en 20% undir eða yfir hámarksviðmiðunargildum, og reikna meðaltal niðurstaðnanna. Framleiðslueiningin er viðurkennd ef niðurstöður fyrstu greiningarinnar eru meira en 20% yfir hámarksviðmiðunargildum eða ef tvöföld greining er nauðsynleg og meðalgildið er í samræmi við viðkomandi hámarksviðmiðunargildi sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 466/2001.

II. VIÐAUKI

UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG KRÖFUR VARDANDI GREININGARADFERÐIR, SEM ERU NOTADAR VIÐ OPINBERT EFTIRLIT MEÐ MAGNI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF), OG ÁKVÖRDUN Á DÍOXÍNLÍKUM PCB-EFNUM Í TILTEKNUM MATVÆLUM**1. Markmið og notkunarsvið**

Þessar kröfur skulu gilda þegar matvæli eru efnagreind í tengslum við opinbert eftirlit með magni díoxína (fjölklóraðra díbensó-p-díoxína (PCDD) og fjölklóraðra díbensófúrana (PCDF)) og við ákvörðun á díoxínlikum PCB-efnum.

Unnt er að fylgjast með magni díoxína í matvælum með því að nota skimunaraðferð til að velja þau sýni þar sem magn díoxína og díoxínlikra PCB-efna er minna en 30–40% undir eða yfir því styrkbili sem mælingar miðast við. Ákvarða eða staðfesta þarf magn díoxína í þessum sýnum, þar sem magnið er umtalsvert, með staðfestingargreiningu.

Skimunaraðferðir eru aðferðir sem eru notaðar til að greina magn díoxína og díoxínlikra PCB-efna við eða yfir því styrkbili sem mælingar miðast við. Þessar aðferðir bjóða upp á mikil afköst og eru notaðar til þess að rannsaka mikinn fjölda sýna og greina þau frá sýnum sem gætu gefið jákvæðar niðurstöður. Þær eru sérstaklega hannaðar þannig að þær eiga ekki að gefa rangar, neikvæðar niðurstöður.

Staðfestingaraðferðir eru aðferðir sem veita fullnaðar- eða viðbótarupplýsingar sem gera kleift að sanngreina og ákvarða magn díoxína og díoxínlikra PCB-efna á ótvíráðan hátt á því styrkbili sem mælingar miðast við.

2. Bakgrunnur

Þar eð sýni vegna umhverfisrannsókna og líffræðilegra rannsókna (þ.m.t. matvælasýni) innihalda öllu jöfnu flókna blöndu mismunandi efnamynda díoxíns hefur hugtakið eiturjafngildisstuðull (Toxic Equivalence Factor – TEF) verið tekið upp til að auðvelda áhættumat. Eiturjafngildisstuðlar voru ákvarðaðir til að unnt væri að gefa upp styrk fyrir blöndu PCDD- og PCDF-efna sem eru með sethópa í 2,3,7,8-stöðu, og nýlega einnig fyrir tiltekin PCB-efni, sem eru með klór sem sethóp í annarri stöðu, en ortó-stöðu og einortó-setinn klór og búa yfir díoxínlikri virkni sem mæla má sem eiturjafngildi (TEQ) fyrir 2,3,7,8-TCDD (sjá 1. nmgr. í I. viðauka).

Styrkur einstakra efna í tilteknu sýni er margfaldaður með viðeigandi eiturjafngildisstuðli og síðan eru gildin lögð saman til að finna heildarstyrk díoxínlikra efnasambanda sem er gefinn upp sem eiturjafngildi.

Hugtakið „efri styrkleikamörk“ merkir að allar efnamyndir, sem hafa ekki verið magngreindar, teljast vega á móta þungt í eiturjafngildi og nemur magngreiningarmörkum þeirra.

Hugtakið „neðri styrkleikamörk“ merkir að hlutdeild allra efnamynda, sem hafa ekki verið magngreindar, í eiturjafngildi telst vera núll.

Hugtakið „miðlungsstyrkleikamörk“ merkir að hlutdeild allra efnamynda, sem hafa ekki verið magngreindar, í eiturjafngildi telst vera helmingur magngreiningarmarkanna.

3. Kröfur um gæðatryggingu sem uppfylla þarf við undirbúning sýnis

— Gera verður ráðstafanir til að varna því að víxlmengun eigi sér stað á einhverju stigi við sýnatöku og greiningu.

— Sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólyprópylen- eða pólyetýlenilátum. Fjarlægja verður allan vott af pappírstryki úr sýnislátinu. Hreinsa skal glervöru með leysiefnum sem rannsökuð hafa verið með tilliti til þess hvort í þeim séu díoxín.

— Geymsla og flutningur sýnisins skal vera þannig að matvælasýnið haldist óbreytt.

— Hvert rannsóknarsýni er finnað og blandað vandlega saman, eftir því sem við á, með aðferð sem sannað þykir að tryggi fullkomna einsleitni (t.d. malað þannig að það fari gegnum síu með 1 mm möskva). Þurrka verður sýnin áður en þau eru möluð ef rakainnihaldið er of mikið.

— Greining á núllsýni skal gerð með því að láta allt greiningarferlið fara fram þar sem sýninu einu er sleppt.

- Þyngd þess sýnis, sem er notað við útdráttinn, verður að vera næg til þess að uppfylla kröfurnar að því er varðar næmi.
- Til eru margs konar fullnægjandi, sértækar verklagsreglur um undirbúning sýna sem heimilt er að nota vegna varanna sem hér er um að ræða. Reglurnar verða að hafa hlotið fullgildingu samkvæmt alþjóðlega viðurkenndum viðmiðunarreglum.

4. Kröfur á rannsóknarstofum

- Sýna skal á rannsóknarstofum fram á útkomu aðferðar á því styrkbili sem mælingar miðast við, t.d. $0,5 \times$, $1 \times$ og $2 \times$ tiltekna styrkbilið með viðunandi fráviksstuðli við endurtekna efnagreiningu. Sjá nánar um viðmiðanir um samþykki í 5. lið.
- Magngreiningarmörk fyrir staðfestingaraðferð skulu vera u.þ.b. fimmtungur af þeim mörkum, sem tiltekin eru, til að tryggja að tillit sé tekið til viðunandi fráviksstuðla við það styrkbil sem mælingar miðast við.
- Það skal vera liður í innra gæðaeftirliti að fram fari regluleg greining blindsýna og athuganir á heimtum með viðbótum eða greining viðmiðunarsýna (einkum ef völ er á vottuðu viðmiðunarefni).
- Árangursrík þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum, þar sem frammiastaða rannsóknarstofa er metin, er vænlegust til þess að staðfesta hæfni í sértækum efnagreiningum. Árangursrík þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum, t.d. á jarðvegs- eða skólpsýnum, staðfestir þó ekki að hæfnin sé hin sama við efnagreiningar matvæla- eða fódursýna þar sem mengunar gætur síður. Af þeim sökum er samfelld þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum lögboðin við ákvörðun á díoxínium og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnagerð matvæla eða fódurs sem mælt er í.
- Í samræmi við ákvæði tilskipunar 93/99/EBE skal viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við ISO-leiðbeiningar 58, faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við efnagreiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum ISO/IEC/17025:1999.

5. Kröfur sem uppfylla skal við efnagreiningar á díoxínium og díoxínlíkum PCB-efnum

Grunnkröfur varðandi viðurkenningu á efnagreiningaraðferðum:

- *Mikið næmi og lág greiningarmörk.* Sökum þess hversu mjög eitruð sum þessara efnasambanda eru skal greinanlegt magn fyrir PCDD og PCDF vera af stærðargráðunni pikógrömm eiturjafngildis (10^{-12} g). Vitað er að PCB-efni eru í meira magni en PCDD og PCDF. Fyrir flestar efnamyndir PCB-efna nægir næmi sem er af stærðargráðunni nanógramm (10^{-9} g) Við mælingar á enn eitruðri, díoxínlíkum efnamyndum PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal hins vegar ná sama næmi og fyrir PCDD og PCDF.
- *Mikil valvísí (sérvirkni).* Nauðsynlegt er að greina PCDD, PCDF og díoxínlík PCB-efni frá fjölmörgum öðrum efnasamböndum sem eru dregin út með þeim og hafa hugsanlega truflandi áhrif á efnasambönd sem eru í styrk sem getur verið margfalt meiri en greiniefnanna. Fyrir gasgreiningar-/massagreiningaraðferðir er nauðsynlegt að greina milli mismunandi efnamynda, svo sem milli eitruðra efna (t.d. milli hinna sautján PCDD- og PCDF-efna með sethópa í 2,3,7,8-stöðu og díoxínlíkra PCB-efna) og annarra efnamynda. Unnt skal vera að ákvarða eiturjafngildi með lífgreiningu hvort sem er sem summu PCDD- eða PCDF-efna eða díoxínlíkra PCB-efna.
- *Mikil nákvæmni (réttleiki og samkvæmni).* Ákvörðunin skal veita fullnægjandi mat á raunverulegum styrk í sýni. Mikil nákvæmni (mælinákvæmni: hversu vel niðurstöðum ber saman við mælingar og raunveruleg eða tilgreind mæligildi) er nauðsynleg til að komast megi hjá því að þurfa að hafna niðurstöðum á efnagreiningu sýnis á grundvelli þess að mat á eiturjafngildi er óáreiðanlegt. Nákvæmni er gefin upp sem réttleiki (munurinn á mældu meðalgildi fyrir greiniefni í vottuðu efni og staðfestu gildi fyrir það, gefinn upp sem hundraðshluti þessa gildis) og samkvæmni (samkvæmni er venjulega reiknuð sem staðalfrávik, þ.m.t. endurtekningarnákvæmni og samanburðarnákvæmni, og gefur til kynna hve gott samræmi er milli niðurstaðanna sem fást þegar tilraunin er endurtekin mörgum sinnum með sömu aðferð við skilyrði sem kveðið er á um).

Skimunaraðferðir eru t.d. lífgreiningar og gas- og massagreiningar. Staðfestingaraðferðir eru gasgreining og massagreining, hvorar tveggju með mikilli upplausn (HRGC/HRMS). Eftirfarandi viðmiðanir skulu uppfylltar að því er varðar heildareiturjafngildi:

	Skimunaraðferðir	Staðfestingaraðferðir
Rangar, neikvæðar niðurstöður	< 1%	
Réttleiki		-20% til + 20%
Fráviksstuðull	< 30%	< 15%

6. Sérkröfur varðandi gas- og massagreiningaraðferðir sem uppfylla verður í tengslum við skimun og staðfestingu

- Bæta verður við ¹³C-merktum, innri PCDD/F-stöðlum með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu (og ¹³C-merktum, innri stöðlum með díoxínlikum PCB-efnum, ef ákvarða skal díoxínlik PCB-efni) strax í upphafi efnagreiningarinnar, þ.e. áður en útdráttur fer fram, til að fullgilda greiningarferlið. Viðbót a.m.k. einnar efnamyndar þarf að koma til fyrir hvern tetra- til oktaklóraðan, samsvarandi hóp PCDD/F-efna (og a.m.k. einnar efnamyndar fyrir hvern samsvarandi hóp díoxínlikra PCB-efna, ef ákvarða skal díoxínlik PCB-efni) (að öðrum kosti skal bæta við a.m.k. einni efnamynd fyrir hvert jónmassaval sem er notað við greiningu á PCDD/F-efnum og díoxínlikum PCB-efnum). Allra best er þó, einkum þegar um staðfestingaraðferðir er að ræða, að nota alla 17 ¹³C-merktu innri staðlana með sethóp í 2,3,7,8-stöðu og alla 12 ¹³C-merktu, innri díoxínliku PCB-staðlana (ef ákvarða skal díoxínlik PCB-efni).

Einnig skal ákvarða svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu ¹³C-merktu, hliðstæðu efni er bætt við með því að nota viðeigandi kvörðunarlausnir.

- Fyrir matvæli bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem innihalda minna en 10% fitu, verður að bæta við innri staðlinum áður en útdráttur fer fram. Fyrir matvæli úr dýraríkinu sem innihalda meira en 10% fitu má bæta innri stöðlunum við annaðhvort áður eða eftir að fita hefur verið dregin út. Skilvirkni útdráttarinnar skal staðfest á viðeigandi hátt eftir því á hvaða stigi innri stöðlum er bætt við og eftir því hvort niðurstöðurnar eru gefnar upp á grundvelli afurðar eða fitu.
- Fyrir gas- eða massagreiningu verður að bæta við einum eða tveimur heimtarstöðlum (staðgöngu-stöðlum).
- Nauðsynlegt er að fylgjast með heimt. Að því er varðar staðfestingaraðferðir skulu heimtur einstakra, innri staðla vera á bilinu 60 til 120%. Heimtur fyrir einstakar efnamyndir mega bæði vera minni eða meiri, einkum þegar um er að ræða tiltekin hepta- og oktaklóruð díbensódíoxín og díbensófúrón, með því skilyrði að hlutdeild þeirra í eiturjafngildi fari ekki yfir 10% af heildareiturjafngildinu (eingöngu á grundvelli PCDD/F-efna). Að því er varðar skimunaraðferðir skulu heimtur vera á bilinu 30 til 140%.
- Aðgreining díoxína frá klóruðum efnasamböndum, sem hafa truflandi áhrif, svo sem PCB-efnum og klóruðum difenýletrum, skal eiga sér stað með heppilegum skiljunaraðferðum (helst á flórísíls-, súrálss- og/edá kolefnissúlu).
- Aðgreining myndbrigða með gasgreiningu getur nægt (< 25% af fjarlægð milli toppa 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Ákvörðun skal fara fram samkvæmt aðferð Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613, endurskoðun B: *Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS* eða annarri aðferð sem uppfyllir samsvarandi viðmiðanir um áreiðanleika.
- Mismunurinn á efri og neðri styrkleikamörkum skal ekki vera meiri en 20% fyrir matvæli þar sem díoxínmengunin er um 1pg WHO-TEQ/g fitu (eingöngu á grundvelli PCDD/F-efna). Fyrir matvæli með litlu fituinnihaldi gilda sömu kröfur um mengun sem nemur um 1 pg WHO-TEQ/g afurðar. Ef mengun er minni, t.d. 0,50 pg WHO-TEQ/g afurðar, má munurinn milli efri og neðri styrkleikamarka vera 25 til 40%.

7. Aðferðir við skimunargreiningu

7.1. Inngangur

Nota má mismunandi tilhögun við greiningu þegar skimunaraðferð er beitt: hreina skimun eða magn-ákvörðun.

Hrein skimun

Svörun sýnanna er borin saman við svörun viðmiðunarsýnis á því styrkbili sem mælingar miðast við. Sýni þar sem svörun er minni en hjá viðmiðunarsýninu teljast neikvæð en ef svörun er meiri er líklegt að sýnin séu jákvæð. Kröfur:

- Í hverri prófunarröð skal vera bæði núll- og viðmiðunarsýni og þau skulu dregin út og prófuð samtímis við eins skilyrði. Svörun fyrir viðmiðunarsýnið skal greinilega vera meira en fyrir núllsýnið,
- bæta skal við viðmiðunarsýnum sem eru $0,5 \times$ og $2 \times$ styrkbilið sem mælingarnar miðast við til að sýna fram á að prófunin standist kröfur á því styrkbili sem mælingar miðast við vegna eftirlits á viðkomandi styrkbili,
- við prófun á öðrum sýnagerðum skal sýna fram á að viðmiðunarsýnið eða -sýnin séu heppileg, einkum með því að nota einnig sýni sem sýnt er fram á með gas- eða massagreiningu með mikilli upplausn (HRGC/HRMS) að hafi eiturjafngildi sem sé á móta og í viðmiðunarsýninu eða nota núllsýni þar sem samsvarandi magni staðals er bætt við,

- Þar eð ekki er unnt að nota innri staðla í lífgreiningum varðar það miklu að prófanir verði gerðar á endurtekningarnákvæmni svo að fá megi upplýsingar um fráviksstuðullinn í einni prófunarsýrpu, Fráviksstuðullinn skal vera undir 30%.
- Þegar um lífgreiningar er að ræða skal skilgreina markefnasambönd, hugsanleg, truflandi áhrif og viðunandi hámarksviðmiðunargildi fyrir núllsýni.

Magnbundin rannsókn

Fyrir magnbundna rannsókn þarf röð staðalþýnninga, tvö- eða þrefalda hreinsun og mælingu, svo og núllsýnis- og heimtarprófanir. Niðurstöðurnar má gefa upp sem eiturjafngildi og er þá gert ráð fyrir því að efnasamböndin, sem skapa merkið, svari til meginreglunnar um eiturjafngildi (TEQ principle). Þetta er gerlegt með því að nota TCDD (staðalblöndu díoxíns og fúrans) til að fá fram kvörðunarferil þannig að reikna megi eiturjafngildi í útdrættinum og þá jafnframt í sýninu. Síðan er leiðrétt fyrir eiturjafngildið í núllsýni (til að taka tillit til óhreininda í leysiefnum og íðefnum sem notuð eru) og heimtur (reiknaðar út frá eiturjafngildi í gæðaeftirlitssýni kringum það styrkbil sem mælingar miðast við). Mikilvægt er að gera sér grein fyrir því að hluti þess sem tapast við heimt getur stafað af áhrifum vegna mismunandi sýnagerðar og/eða munar á gildum fyrir eiturjafngildisstuðla í lífgreiningum og opinberum gildum fyrir eiturjafngildisstuðla sem Alþjóðaheilbrigðismálastofnunin setur.

7.2. Kröfur varðandi skimunargreiningu

- Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningaraðferðir og lífgreiningu. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðirnar ber að miða við kröfurnar sem mælt er fyrir um í 6. lið. Mælt er fyrir um sérstakar kröfur varðandi lífgreiningu, sem gerð er á frumum, í lið 7.3 og fyrir lífgreiningu, sem gerð er á greiningarsetti, í lið 7.4.
- Upplýsingar um fjölda rangra, jákvæðra og rangra, neikvæðra niðurstaðna úr stóru mengi sýna, sem eru undir og yfir hámarksviðmiðunargildinu eða aðgerðarmarki eru nauðsynlegar til samanburðar við eiturjafngildið sem ákvarðað er með staðfestingargreiningu. Hlutfall raunverulegra, rangra, neikvæðra niðurstaðna skal vera minna en 1%. Hlutfall rangra, jákvæðra sýna skal vera nægilega lítið til að skimun sé hagkvæm.
- Jákvæðar niðurstöður skulu ávallt staðfestar með staðfestingargreiningu (HRGC/HRMS). Að auki skulu sýni sem spanna vitt bil eiturjafngildis staðfest með HRGC/HRMS (u.þ.b. 2–10% af neikvæðu sýnunum). Upplýsingar varðandi samsvörun milli niðurstaðna úr lífgreiningu og HRGC/HRMS skulu gerðar aðgengilegar.

7.3. Sérstakar kröfur varðandi lífgreiningu sem gerð er á frumum

- Þegar lífgreining er gerð verður að keyra hverja prófun með mismunandi viðmiðunarstyrk af TCDD eða blöndu díoxíns og fúrans (svörunarferill fyrir fullan skammt þar sem $R^2 > 0,95$). Hvað skimun varðar væri hins vegar hægt að nota útvíkkaðan feril fyrir lítinn styrk til að greina sýni með vægum styrk.
- Viðmiðunarstyrkur fyrir TCDD (sem samsvarar u.þ.b. þreföldum magngreiningarmörkum) á gæðaeftirlitsblaði skal notaður fyrir niðurstöðuna úr lífgreiningu á föstu tímabili. Annar kostur gæti verið hlutfallsleg svörun viðmiðunarsýnis í samanburði við kvörðunarlinuna fyrir TCDD þar sem svörun frumnanna getur verið háð mörgum þáttum.
- Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir hverja gerð viðmiðunarefnis og yfirfara það til að tryggja að niðurstaðan sé í samræmi við leiðbeiningarnar sem tilgreindar eru.
- Við magnbundna útreikninga er einkum mikilvægt að aðleiðsla á þýnningu sýnisins sé innan línulega hluta svörunarferilsins. Þynna verður sýni sem fara yfir línulega hluta svörunarferilsins og prófa þau aftur. Því er ráðlagt að prófa a.m.k. þrjár eða fleiri þýnningar í einu.
- Hundradshluti staðalfráviksins skal ekki vera yfir 15% í þrefaldri ákvörðun fyrir hverja þýnningu sýnisins og ekki yfir 30% í þremur sjálfstæðum tilraunum.
- Heimilt er að setja greiningarmörk sem eru þrefalt staðalfrávikíð fyrir núllsýnisleysinn eða bakgrunns-svörunina. Önnur aðferð er að beita svörun sem er ofar en bakgrunnurinn (aðleiðslustuðull sem er fimmfaldur núllsýnisleysir) sem er reiknaður út frá kvörðunarferli dagsins. Heimilt er að setja magngreiningarmörk sem eru fimm eða sexfalt staðalfrávik núllsýnisleysisins eða bakgrunns-svörunarinnar eða beita svörun sem er ofar en bakgrunnurinn (aðleiðslustuðull tífaltur núllsýnisleysir) reiknað út frá kvörðunarferli dagsins.

7.4. Sérkröfur varðandi lífgreiningu sem gerð er með greiningarsetti ⁽¹⁾

- Fylgja verður leiðbeiningum framleiðanda um undirbúning sýnis og greiningu.
- Ekki skal nota prófunarsett eftir fyrningardagsetningu þeirra.
- Ekki skal nota efni eða íhluti sem eru hannaðir til notkunar með öðrum settum.
- Prófunarsett skulu geymd við hita, sem er innan þess bils sem tilgreint er, og notuð við þann hita sem tilgreindur er.
- Greiningarmörk fyrir ónæmisgreiningu eru ákvörðuð sem þrefalt staðalfrávikid sem byggist á 10 endurteknum greiningum á núllsýninu og síðan er deilt í með hallagildi línulegu aðhvarfsjöfnunnar.
- Viðmiðunarstaðlar skulu notaðir við prófanir á rannsóknarstofu til að tryggja að svörunin við staðlinum sé innan viðunandi marka.

8. Skýrslur um niðurstöður

Að því marki, sem greiningaraðferðin leyfir, skal styrkur einstakra PCDD/F-efna og PCB-efnamynda koma fram í greiningarniðurstöðum sem neðri styrkleikamörk, efri styrkleikamörk og miðlungsstyrkleikamörk í því skyni að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður þannig að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.

Í skýrslunni skal einnig koma fram fituefnainnihald sýnisins sem og aðferðin sem er notuð við útdrátt fituefnanna.

Gera skal grein fyrir tölum um heimtur einstakra innri staðla ef heimturnar eru utan þess bils sem um getur í 6. lið, ef þær eru hærrí en hámarksviðmiðunargildið, svo og ef eftir því er leitað.

⁽¹⁾ Ekki hafa verið færðar sönnur á að lífgreining með greiningarsettum, sem fást á almennum markaði, sé nægilega næm og áreiðanleg til að unnt sé að nota þau við skimun á matvæla- og fódursýnum þar sem gengið er úr skugga um hvort díoxín séu í sýnunum í þeim styrk sem kröfur miðast við.