

EES-STOFNANIR

SAMEIGINLEGA EES-NEFNDIN

TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR 2002/70/EB

2005/EES/16/01

frá 26. júlí 2002

um kröfur við ákvörðun á magni díoxína og PCB-efna, sem líkjast díoxíni, í fódri (*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 70/373/EBE frá 20. júlí 1970 um að taka upp í bandalaginu aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með fódri ⁽¹⁾, eins og henni var síðast breytt með lögunum um aðild Austurríkis, Finnlands og Svíþjóðar, einkum 2. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í tilskipun ráðsins 1999/29/EB frá 22. apríl 1999 um óæskileg efni og óæskilegar afurðir í dýrafæðu ⁽²⁾, eins og henni var síðast breytt með tilskipun 2001/102/EB ⁽³⁾, er kveðið á um hámarksviðmiðunargildi fyrir díoxín og fúrón í nokkrum fódurefnum og fódri.
- 2) Nauðsynlegt er að setja kröfur, sem greiningaraðferðin skal uppfylla, svo að tryggt sé að rannsóknarstofur styðjist við greiningaraðferðir sem eru allar svipaðar hvað varðar áreiðanleika.
- 3) Ákvæðin um sýnatöku og greiningaraðferðir voru sett með hliðsjón af núverandi þekkingu og þau má laga að framförum á sviði vísinda og tækni.
- 4) Ákvæðin, sem mælt er fyrir um í þessari tilskipun, gilda eingöngu um greiningu á díoxínnum og díoxínlikum PCB-efnum vegna framkvæmdar á tilskipun 2001/102/EB um breytingu á tilskipun 1999/29/EB um óæskileg efni og óæskilegar afurðir í dýrafæðu.
- 5) Beita skal markvissum aðgerðum til að afla heildstæðra, áreiðanlegra gagna um tilvist díoxínlikra PCB-efna í fódrefni og fódri. Því skal mælt fyrir um kröfur um greiningaraðferðir sem nota skal við ákvörðun á díoxínlikum PCB-efnum í fódrefni og fódri.
- 6) 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 kröfur að því er varðar staðfestingargreiningu og skimunaraðferðina.

- 7) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari tilskipun, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferli og heilbrigði dýra.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

1. gr.

Aðildarríkin skulu tryggja að sýnataka vegna opinbers eftirlits með magni díoxína og fúrana, og ákvörðun á magni díoxínlikra PCB-efna í fódri 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 díoxínlikra PCB-efna í fódri sé í samræmi við þær viðmiðanir sem lýst er í II. viðauka.

3. gr.

Aðildarríkin skulu samþykka nauðsynleg lög og stjórnsýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 28. febrúar 2003. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

Þegar aðildarríkin samþykka þessi ákvæði skal vera í þeim tilvisun í þessa tilskipun eða þeim fylgja slík tilvisun þegar þær eru birtar opinberlega. Aðildarríkin skulu setja nánari reglur um slíka tilvisun.

4. gr.

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

(*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. EB L 209, 6.8.2002, bls. 15. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 39/2003 frá 16. maí 2003 um breytingu á I. viðauka (Heilbrigði dýra og plantna) við EES-samninginn, sjá EES-viðbæti við Stjórnartíðindi Evrópusambandsins nr. 39, 31.7.2003, bls. 1.

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 170, 3.8.1970, bls. 2.

⁽²⁾ Stjtið. EB L 115, 4.5.1999, bls. 32.

⁽³⁾ Stjtið. EB L 6, 10.1.2002, bls. 45.

5. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 26. 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 TILTEKNU FÓÐRI

1. Tilgangur og gildissvið

Sýnin, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með magni díoxína (PCDD/PCDF), svo og til að ákvarða magn díoxínlíkra PCB-efna ⁽¹⁾ í fóðri, skulu tekin samkvæmt ákvæðum tilskipunar framkvæmdastjórnarinnar 76/371/EBE frá 1. mars 1976 um aðferðir bandalagsins við sýnatöku vegna opinbers eftirlits með fóðri ⁽²⁾. 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 hámarksmagn sem mælt er fyrir um í tilskipun 1999/29/EB.

2. 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 tilskipun 1999/29/EB.

⁽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
Díbensó-p-díoxín (PCDD)		„Díoxínlik PCB-efni“: PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni + ein-ortó-PCB-efni	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,1	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Díbensófurón (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 = klórdibensó-p-díoxín, CDF = klórdibensófurón, CB = klórbifenýl.

⁽²⁾ Stjtið. EB L 102, 15.4.1976, bls. 1.

II. VIÐAUKI

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

Þessar kröfur skulu gilda þegar fôðurefni og fôður eru efnagreind til að ákvarða díoxín (fjölklóruð díbensó-p-díoxín (PCDD) og fjölklóruð díbensófúrón (PCDF)) og díoxínlik fjölklóruð bífenyl (PCB-efni).

Unnt er að fylgjast með magni díoxína í fôðri með því að nota skimunaraðferð til að velja þau sýni þar sem magn díoxína og díoxínlika 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 díoxínlika 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 díoxínlika PCB-efna á ótvíræðan hátt á því styrkbili sem mælingar miðast við.

2. Bakgrunnur

Þar eð sýni vegna umhverfisrannsókna og líffræðilegra rannsókna (þ.m.t. fôðurefna-/fôðursýni) innihalda að 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 annari 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 díoxínlika efnasambanda sem er gefinn upp í 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

Almennu ákvæðin um undirbúning sýna vegna greiningar, eins og mælt er fyrir um í viðaukanum við tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 81/680/EBE frá 30. júlí 1981 um breytingu á tilskipun 71/250/EBE, 71/393/EBE, 72/199/EBE, 73/46/EBE, 74/203/EBE, 75/84/EBE, 76/372/EBE og 78/633/EBE um að ákvarða greiningaraðferðir bandalagsins vegna opinbers eftirlits með fôðri ⁽¹⁾, gilda.

Að auki skulu eftirfarandi kröfur uppfylltar:

- sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólýprópýlen- eða pólýetýlenílátum. Fjarlægja verður allan vott af pappírstryki úr sýnisílátinu. Hreinsa skal glervöru með leysiefnum sem rannsökuð hafa verið með tilliti til þess hvort í þeim séu díoxín,
- 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.

4. Kröfur á rannsóknarstofum

- Sýna skal á rannsóknarstofum fram á útkomu aðferðar á því styrkbili sem mælingar miðast við, t.d. 0,5 ×, 1 × og 2 × 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.

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 246, 29.8.1981, bls. 32.

- 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 frammistaða 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 föðursýna þar sem mengunar gætur síður. Af þeim sökum er samfelld þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum skyldubundin við ákvörðun á díoxínium og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnagerð matvæla eða föðurs sem mælt er í.
- Viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við *ISO-leiðbeiningar 58*, skal faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við efnagreiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum ISO/IEC/17025:1999.

5. Kröfur varðandi efnagreiningaraðferðir 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 þikógrömm 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 eitradri, 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 eitradra 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 og áreiðanlegt 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 niðurstöðanna 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%
Frávíksstuðull	< 30%	< 15%

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

- Bæta verður við ^{13}C -merkum, innri PCDD/F-stöðlum með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu (og ^{13}C -merkum, innri stöðlum með díoxínlíkum PCB-efnum, ef ákvarða skal díoxínlík 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 oktaflóraðan, samsvarandi hóp PCDD/F-efna (og a.m.k. einnar efnamyndar fyrir hvern samsvarandi hóp díoxínlíkra PCB-efna, ef ákvarða skal díoxínlík 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 díoxínlíkum PCB-efnum). Allra best er þó, einkum þegar um staðfestingaraðferðir er að ræða, að nota alla 17 ^{13}C -merktu innri staðlana með sethóp í 2,3,7,8-stöðu og alla 12 ^{13}C -merktu, innri díoxínlíku PCB-staðlana (ef ákvarða skal díoxínlík PCB-efni).

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

- Fyrir fóður bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem inniheldur minna en 10% fitu, verður að bæta við innri staðlinum áður en útdráttur fer fram. Fyrir fóður úr dýraríkinu, sem inniheldur meira en 10% fitu, má bæta innri stöðlunum við annaðhvort áður eða eftir að fita hefur verið dregin út. Skilvirkni útdrattarins 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 dífenýletrum, skal eiga sér stað með heppilegum skiljunaraðferðum (helst á flórisíls-, súrals- og/ eða 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 kröfur.
- Mismunurinn á efri og neðri styrkleikamörkum skal ekki vera meiri en 20% fyrir fóður þar sem díoxínmengunin er á því bili sem hámarksgildin segja til um eða yfir þeim. Fyrir fóður þar sem mengun er langt undir hámarksviðmiðunargildinu getur mismunurinn verið á bilinu 25 til 40%.

7. Aðferðir við skimunargreiningu

7.1. Inngangur

Nota má mismunandi tilhögun við greiningu þegar skimunaraðferð er beitt: hreina skimun eða magnákvörðun.

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 meiri 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 sviðum 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 endurtekningsmákvæmni svo að fá megi upplýsingar um fráviksstuðulinn í einni prófunarsyrpu. 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 eiturefnajafngildi í gæðaeftirlitssýni kringum það styrkbil sem mælingar miðast við). Mikilvægt er að gera sér grein fyrir því að hluti þess sem tapast við heimtur 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 vítt bil eiturjafngildis staðfest með HRGC/HRMS (u.þ.b. 2–10% af neikvæðu sýnunum). Upplýsingar varðandi samsvörum 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 þynningu 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 þynningar í einu.
- Hundradshluti staðalfráviksins skal ekki vera yfir 15% í þrefaldri ákvörðun fyrir hverja þynningu sýnisins og ekki yfir 30% í þremur sjálfstæðum tilraunum.
- Heimilt er að setja greiningarmörk sem eru þrefalt staðalfrávik 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 greinilega ofar en bakgrunnurinn (aðleiðslustuðull tífaldur 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 summa meðaltals og þrefalds staðalfráviks 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 miðlungstyrkleikamörk 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 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 föðursýnum þar sem gengið er úr skugga um hvort díoxín séu í sýnunum í þeim styrk sem kröfur miðast við.