

REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (ESB) nr. 252/2012

2013/EES/20/03

frá 21. mars 2012

um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með innihaldi díoxína, díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum og um niðurfellingu reglugerðar (EB) nr. 1883/2006 (*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUSAMBANDSINS
HEFUR,

með hliðsjón af sáttmálanum um starfshætti Evrópusambandsins,

með hliðsjón af reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 882/2004 frá 29. apríl 2004 um opinbert eftirlit til að staðfesta að lög um fôður og matvæli og reglur um heilbrigði og velferð dýra séu virt ⁽¹⁾, einkum 4. mgr. 11. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 1881/2006 frá 19. desember 2006 um hámarksgildi fyrir tiltekin aðskotaefni í matvælum ⁽²⁾ er kveðið á um hámarksgildi fyrir ódíoxínlík PCB-efni, díoxín og fúrón og fyrir summu díoxína, fúrana og díoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum.
- 2) Í tilmælum framkvæmdastjórnarinnar 2011/516/ESB frá 23. ágúst 2011 um að draga úr díoxínum, fúrönnum og PCB-efnum í fôðri og matvælum ⁽³⁾ eru sett aðgerðarmörk í því skyni að hvetja til markvissra aðgerða sem miða að því að draga úr tilvist PCDD-efna (fjöklóraðra díbensó-paradíoxína) og PCDF-efna (fjöklóraðra díbensófúrana) og díoxínlíkra PCB-efna í matvælum. Þessi aðgerðarmörk eru tæki sem gera lögbærum yfirvöldum og rekstraraðilum kleift að draga fram þau tilvik þar sem rétt þykir að greina uppsprettu mengunar og grípa til ráðstafana til þess að minnka umfang hennar eða stemma stigu við henni.

(*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. ESB L 84, 23.3.2012, bls. 1. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 207/2012 frá 7. desember 2012 um breytingu á I. viðauka (Heilbrigði dýra og plantna) og II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn, sjá EES-viðbætur við Stjórnartíðindi Evrópusambandsins nr. 18, 21.3.2013, bls. 7.

⁽¹⁾ Stjtið. ESB L 165, 30.4.2004, bls. 1.

⁽²⁾ Stjtið. ESB L 364, 20.12.2006, bls. 5.

⁽³⁾ Stjtið. ESB L 218, 24.8.2011, bls. 23.

- 3) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) 1883/2006 frá 19. desember 2006 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með innihaldi díoxína og díoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum ⁽⁴⁾ eru sett sértæk ákvæði um sýnatöku- og greiningaraðferðir sem nota skal við opinbert eftirlit.

- 4) Til að unnt sé að beita nýjum hámarksgildum fyrir ódíoxínlík PCB-efni, sem voru sett eftir að Matvælaöryggisstofnun Evrópu sendi frá sér vísindalegt álit um ódíoxínlík PCB-efni, og einnig til að ná fram samræmingu á vettvangi Sambandsins og uppfæra viðmiðanir fyrir skimunaraðferðir þarf að gera umtalsverðar breytingar á núgildandi löggjöf. Fyrir skýrleika sakir er því rétt að þessi reglugerð komi í stað reglugerðar (EB) nr. 1883/2006.

- 5) Ákvæðin, sem mælt er fyrir um í þessari reglugerð, lúta eingöngu að sýnatöku og greiningu á díoxínum, díoxínlíkum PCB-efnum og ódíoxínlíkum PCB-efnum vegna framkvæmdar reglugerðar (EB) nr. 1881/2006. Þau skulu ekki hafa áhrif á aðferðir til sýnatöku eða umfang og tíðni sýnatöku skv. 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 ⁽⁵⁾. 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 ⁽⁶⁾.

⁽⁴⁾ Stjtið. ESB L 364, 20.12.2006, bls. 32.

⁽⁵⁾ Stjtið. EB L 125, 23.5.1996, bls. 10.

⁽⁶⁾ Stjtið. EB L 65, 5.3.1998, bls. 31.

- 6) Við greiningu má nota afkastamikla skimunaraðferð, sem hefur hlotið fullnægjandi og viðtæka fullgildinguna, til að sanngreina sýni með umtalsverðu innihaldi PCDD-/PCDF-efna og díoxíníkra PCB-efna (aðferðin skal helst gera kleift að velja sýni yfir aðgerðarmörkum og tryggja að sýni yfir hámarksgildum séu valin). Ákvarða þarf innihald PCDD-/PCDF-efna og díoxíníkra PCB-efna í þessum sýnum með staðfestingargreiningu. Því er rétt að kveða bæði á um viðeigandi kröfur varðandi skimunaraðferðina, svo að tryggt sé að hlutfall niðurstaðna, sem eru í falssamræmi (e. *false-compliant*) við hámarksgildi, haldist undir 5%, og um strangar kröfur varðandi staðfestingargreiningar. Þar að auki gera staðfestingaraðferðir kleift að ákvarða einnig innihald sem er á styrkbili lítils bakgrunnsstyrks. Það skiptir máli til að unnt sé að fylgjast með tímaleitni, meta váhrif og endurmeta hámarksgildi og aðgerðarmörk.
- 7) Við sýnatöku úr mjög stórum fiski er nauðsynlegt að tilgreina sýnatökuaðferðina til að tryggja samhæfða nálgun í öllu Sambandinu.
- 8) Innihald díoxína, díoxíníkra PCB-efna og ódíoxíníkra PCB-efna í fiskum sömu tegundar, sem eru upprunnir á sama svæði, getur verið mismunandi eftir stærð og/eða aldri fiskanna. Enn fremur er innihald díoxína og díoxíníkra PCB-efna og ódíoxíníkra PCB-efna ekki endilega það sama í öllum hlutum fisksins. Því er nauðsynlegt að tilgreina nánar aðferðir við sýnatöku og undirbúning sýna til þess að tryggja samhæfða nálgun í öllu Sambandinu.
- 9) Mikilvægt er að samræmd aðferð sé viðhöfð þegar skýrt er frá niðurstöðum greiningar og við túlkun þeirra til að tryggja samræmda framkvæmd alls staðar í Sambandinu.
- 10) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferlið og heilbrigði dýra og hvorki Evrópuþingið né ráðið hefur andmælt þeim.

Reglugerð þessi er bindandi í heild sinni og gildir í öllum aðildarríkjunum án frekari lögfestingar.

Gjört í Brussel 21. mars 2012.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA

1. gr.

Við beitingu þessarar reglugerðar gilda skilgreiningarnar og skammstafanirnar í I viðauka.

2. gr.

Taka sýna við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína, fúrana, díoxíníkra PCB-efna og ódíoxíníkra PCB-efna í matvælum, sem eru tilgreind í 5. lið viðaukans við reglugerð (EB) nr. 1881/2006, skal fara fram í samræmi við aðferðirnar sem settar eru fram í II. viðauka við þessa reglugerð.

3. gr.

Undirbúningur sýna og greiningar við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína, fúrana og díoxíníkra PCB-efna í matvælum, sem eru tilgreind í 5. lið viðaukans við reglugerð (EB) nr. 1881/2006, skulu fara fram í samræmi við aðferðirnar sem settar eru fram í III. viðauka við þessa reglugerð.

4. gr.

Greining vegna opinbers eftirlits með innihaldi ódíoxíníkra PCB-efna í matvælum, sem eru tilgreind í 5. lið viðaukans við reglugerð (EB) nr. 1881/2006, skal fara fram í samræmi við kröfur varðandi greiningarferli sem settar eru fram í IV. viðauka við þessa reglugerð.

5. gr.

Reglugerð (EB) nr. 1883/2006 er hér með felld úr gildi.

Líta ber á tilvísanir í niðurfelldu reglugerðina sem tilvísanir í þessa reglugerð.

6. gr.

Reglugerð þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins*.

Hún kemur til framkvæmda á gildistökuþingi.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

forseti.

José Manuel BARROSO

I. VIÐAUKI

Skilgreiningar og skammstafanir

I. SKILGREININGAR

Að því er varðar þessa reglugerð gilda skilgreiningarnar sem mælt er fyrir um í I. viðauka við ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 2002/657 frá 14. ágúst 2002 um framkvæmd á tilskipun ráðsins 96/23/EB varðandi nothæfi greiningaraðferða og túlkun niðurstaðna ⁽⁷⁾.

Þar að auki gilda eftirfarandi skilgreiningar að því er varðar þessa reglugerð:

- 1.1. „Aðgerðarmörk“: styrkur tiltekins efnis, eins og mælt er fyrir um í viðauka við tilmæli 2011/516/ESB, sem hrindir af stað rannsóknunum í þeim tilgangi að finna upptök efnisins þegar efnið greinist í auknum styrk.
- 1.2. „Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frummiðaðar greiningar, viðtakagreiningar eða ónámismælingar, sem byggjast á notkun líffræðilegra meginreglna. Niðurstöður úr slíkum greiningum eru ekki í efnamynd og einungis vísbending ⁽⁸⁾ um TEQ-gildi (gildi fyrir eiturjafngildi), gefið upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), til að staðfesta að hugsanlega eru það ekki öll efnasamböndin í sýnisútdrætti sem gefa svörin í prófun sem uppfylla forsendur meginreglunnar um eiturjafngildi (e. *TEQ-principle*).
- 1.3. „Sýndarendurheimt í lífgreiningu“: BEQ-gildi, reiknað út frá kvörðunarferli tetraklórðibensó-p-díoxíns (TCDD) eða PCB 126 eftir leiðréttingu fyrir blanksýni og síðan er deilt með TEQ-gildi sem er ákvarðað með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn (GC/HRMS). Með henni er reynt að leiðrétta þætti eins og tap á PCDD-efnum (fjölklórúðum díbensóparadíoxínnum) og PCDF-efnum (fjölklórúðum díbensófúrönnum) og díoxínlíkum efnasamböndum á útdráttar- og hreinsunarstigi, efnasambönd sem eru dregin út með þeim og auka eða minnka svörin (meðverkandi og mótverkandi áhrif), gæði ferilaðlögunar eða muninn á milli gilda fyrir eiturjafngildisstuðul og fyrir hlutfallslega virkni. Sýndarendurheimt í lífgreiningu er reiknuð út frá víðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum þann styrk sem mælingar miðast við.
- 1.4. „Hálfmegindlegar aðferðir“: aðferðir sem gefa allgóða vísbendingu um styrk meinta greiniefnisins en tölulegar niðurstöður uppfylla ekki kröfur fyrir meginindlegar aðferðir.
- 1.5. „Viðurkennd sértæk magngreiningarmörk einstakra efnamynda“: styrkur greiniefnis í útdráttarlausn sýnis, sem kallar fram mælissvörin fyrir þær tvær mismunandi jónir sem eru til rannsóknar, með hlutfall milli merkis og suðs sem er 3:1 fyrir það merki sem er veikara og sem uppfyllir viðmiðanir um sanngreiningu eins og lýst er t.d. í staðli prEN 16215 (*Dýrafóður – Ákvörðun díoxíns og díoxínlíkra PCB efna með GC/HRMS og PCB visa með GC/HRMS*) og/eða í aðferð Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613, endurskoðun B.
- 1.6. „Háreiknigildi“ (e. *upper-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og svarar til magngreiningarmarkanna
- 1.7. „Lágreiknigildi“ (e. *lower-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og núll.
- 1.8. „Miðreiknigildi“ (e. *medium-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.
- 1.9. „Framleiðslueining“: sanngreinanlegt magn af matvöru, afhent í einu, sem opinber sýnatökumaður staðfestir að hafi sameiginleg einkenni, s.s. að því er varðar uppruna, afbrigði, gerð umbúða, pakkanda, sendanda eða merkingar. Þegar um fisk og fiskafurðir er að ræða skal stærð fiskanna einnig vera sambærileg. Ef stærð og/eða þyngd fiskanna er ekki sambærileg innan sendingar er engu að síður heimilt að telja sendinguna sem framleiðslueiningu en beita skal sérstakri sýnatökuaðferð.
- 1.10. „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.
- 1.11. „Hlutasýni“: magn efnis, tekið á sama stað í framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.
- 1.12. „Safnsýni“: sameinuð heild allra hlutasýna sem tekin eru úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.
- 1.13. „Rannsóknarsýni“: dæmigerður hluti eða magn safnsýnisins sem nota skal á rannsóknarstofu.

II. Skammstafanir:

BEQ Lífgreiningarjafngildi

GC Gasgreining

⁽⁷⁾ Stjtið. EB L 221, 17.8.2002, bls. 8.

⁽⁸⁾ Lífgreiningaraðferðir eru ekki sérhæfðar fyrir þær efnamyndir sem falla undir eiturjafngildisstuðlakerfið. Í sýnisútdrættinum geta verið önnur byggingarlega skyld efnasambönd sem virkja arylvetmiskolefnaviðtakann og eiga þátt í heildarsvörnuninni. Af þeim sökum geta niðurstöður úr lífgreiningu ekki verið mat á TEQ-gildi í viðkomandi sýni heldur einungis vísbending um það.

HRMS	Massagreining með mikilli upplausn
LRMS	Massagreining með lítilli upplausn
PCB	Fjöklóruð bifeníl
PCDD	Fjöklóruð díbensó-p-díoxín
PCDF	Fjöklóruð díbensófúrön
QC	Gæðastjórnun
REP	Hlutfallsleg virkni
TEF	Eiturjafngildisstuðull
TEQ	Eiturjafngildi
TCDD	Tetraklórdíbensódíoxín
U	Útvíkuð mælióvissa

II. VIÐAUKI

Sýnatökuaðferðir við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína (PCDD-/PCDF-efna), díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum

I. GILDISSVIÐ

Sýni, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með innihaldi díoxína (PCDD-/PCDF-efna), díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna í matvælum, hér á eftir nefnd díoxín og PCB-efni, skulu tekin samkvæmt þeim aðferðum sem er lýst í þessum viðauka. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueiningarnar eða framleiðsluhlutana sem þau eru tekin úr. Ákvarðað skal á grundvelli þess innihalds, sem finnst í rannsóknarsýnunum, hvort farið sé að ákvæðum um hámarksgildi sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006 um hámarksgildi fyrir tiltekin aðskotaefni í matvælum.

II. ALMENN ÁKVÆÐI

1. Starfsfólk

Viðurkenndur aðili, sem aðildarríkin hafa tilnefnt, skal annast sýnatöku.

2. Efni til sýnatöku

Taka ber sýni úr hverri framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta, sem á að rannsaka, fyrir sig.

3. Varúðarráðstafanir

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

4. Hlutasýni

Hlutasýni skulu, eftir því sem kostur er, tekin sem víðast úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum. Sé þessari aðferð ekki fylgt verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið II.8 í þessum viðauka.

5. Undirbúningur safnsýnis

Safnsýnið skal myndað með því að sameina hlutasýnin. Það skal vege a.m.k. 1 kg nema það sé ekki gerlegt, t.d. þegar sýnið er aðeins úr einum pakka eða þegar söluverðmæti vörunnar er hátt.

6. Samhliða sýni

Taka ber samhliða sýni úr einsleitu safnsýni, vegna fullnustu ákvæða, vegna ágreinings eða vegna úrskurðarmála, svo fremi að það stangist ekki á við reglur aðildarríkjanna að því er varðar réttindi stjórnanda matvæla fyrirtækisins. Rannsóknarsýni vegna fullnustu ákvæða skulu vera nægilega stór til að hægt sé að framkvæma á þeim a.m.k. tvöfalda greiningu.

7. Þökkun og flutningur á sýnum

Hvert sýni skal sett í hreint, hvarftregt ílát sem ver það nægilega gegn aðskotaefnum, tapi greiniefna vegna ásogs á innri vegg ílátsins og skemmdum í flutningi. Gera skal allar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir breytingu á samsetningu sýnisins sem gæti átt sér stað við flutning eða geymslu.

8. Innsíglun og merking sýna

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsiglað á sýnatökustað og auðkennt samkvæmt reglum aðildarríkjanna.

Halda skal skrá yfir hverja sýnatöku þannig að hver framleiðslueining verði ótvírátt sanngreinanleg og tilgreina skal dagsetningu og sýnatökustað ásamt öðrum viðbótarupplýsingum sem gætu komið greinandanum að notum.

III. SÝNATÖKUÁÆTLUN

Sýnatökuaðferðin, sem notuð er, skal tryggja að safnsýnið sé dæmigert fyrir framleiðslueininguna (framleiðsluhlutann) sem verið er að athuga.

1. Skipting framleiðslueininga í framleiðsluhluta

Stórum framleiðslueiningum skal skipta upp í framleiðsluhluta svo fremi að hægt sé að skilja framleiðsluhlutana í sundur. Fyrir afurðir, sem seldar eru í stórum sendingum í lausu (t.d. jurtaolíu), gildir tafla 1. Fyrir aðrar afurðir gildir tafla 2. Þyngd framleiðslueiningarinnar er ekki alltaf heilt margfeldi af þyngd framleiðsluhlutanna og með hliðsjón af því má þyngd framleiðsluhlutanna mest vera 20% yfir tilgreindri þyngd.

Tafla 1

Skipting framleiðslueininga í framleiðsluhluta fyrir afurðir sem seldar eru í stórum sendingum í lausu

Þyngd framleiðslueiningar (tonn)	Þyngd eða fjöldi framleiðsluhluta
≥ 1500	500 tonn
> 300 og < 1500	3 framleiðsluhlutar
≥ 50 og ≤ 300	100 tonn
< 50	—

Tafla 2

Skipting framleiðslueininga í framleiðsluhluta fyrir aðrar afurðir

Þyngd framleiðslueiningar (tonn)	Þyngd eða fjöldi framleiðsluhluta
≥ 15	15–30 tonn
< 15	—

2. Fjöldi hlutasýna

Safnsýnið, sem til verður úr öllum hlutasýnunum, skal veða a.m.k. 1 kg (sjá lið II.5 í þessum viðauka).

Lágmarksfjöldi hlutasýna, sem taka skal úr framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta, er tilgreindur í töflu 3 og 4.

Þegar um er að ræða fljótandi farm í lausu máli skal blanda framleiðslueininguna eða framleiðsluhlutann, rétt áður sýni er tekið, eins vandlega og unnt er, annaðhvort handvirkt eða vélvirkt og þannig að það hafi ekki áhrif á gæði farmsins. Í slíku tilviki er gert ráð fyrir einsleitri dreifingu aðskotaefna í tiltekinni framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta. Það nægir því að taka þrjú hlutasýni úr framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta til að mynda safnsýni.

Öll hlutasýnin skulu vera af svipaðri þyngd. Þyngd hlutasýnis skal vera a.m.k. 100 grömm.

Sé ekki farið eftir þessari aðferð verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið II.8 í þessum viðauka. Í samræmi við ákvæðin í ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 97/747/EB frá 27. október 1997 um umfang 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⁽⁹⁾ skal stærð safnsýna með hænueggjum vera a.m.k. 12 egg (töflu 3 og 4 gilda bæði fyrir framleiðslueiningar í lausu og með stökum pakkningum).

Tafla 3

Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka skal úr framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta

Þyngd eða rúmmál framleiðslueiningar/framleiðsluhluta (í kg eða lítrum)	Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka skal
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Í töflu 4 er tilgreindur fjöldi þeirra pakkninga eða eininga sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn samanstendur af einstökum pakkningum eða einingum.

⁽⁹⁾ Stjtið. EB L 303, 6.11.1997, bls. 12.

Tafla 4

Fjöldi pakkninga eða eininga (hlutasýni) sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn samanstendur af einstökum pakkningum eða einingum

Fjöldi pakkninga eða eininga í framleiðslueiningunni/ framleiðsluhlutanum	Fjöldi pakkninga eða eininga sem til þarf
1–25	a.m.k. 1 pakki eða eining
26–100	u.þ.b. 5%, a.m.k. 2 pakkningar eða einingar
> 100	u.þ.b. 5%, að hámarki 10 pakkningar eða einingar

3. Sérstækt ákvæði um sýnatöku úr framleiðslueiningum sem innihalda heila fiska af sambærilegri stærð og þyngd

Stærð og þyngd fiska er talin sambærileg ef frávik í stærð og þyngd er ekki meira en u.þ.b. 50%.

Fjöldi hlutasýna, sem taka ber úr framleiðslueiningunni, er tilgreindur í töflu 3. Safnsýnið, sem til verður úr öllum hlutasýnunum, skal vera a.m.k. 1 kg (sjá lið II.5).

Ef framleiðslueining, sem sýni er tekið úr, inniheldur litla fiska (hver fiskur er < 1 kg að þyngd) telst heill fiskur vera hlutasýni til að mynda safnsýni. Ef safnsýnið verður þyngra en 3 kg geta hlutasýnin, sem mynda safnsýnið, samanstaðið af miðhluta fisksins, sem hver um sig er a.m.k. 100 g að þyngd. Heildarmagnið, sem hámarksgildið á við um, er notað við jafnblöndun á sýninu.

Þyngdarmiðja fisks er í miðhluta hans. Hún er yfirleitt við bakuggann (hjá þeim fiskum sem hafa bakugga) eða mitt á milli tálknaops og raufar.

Ef framleiðslueining, sem sýni er tekið úr, inniheldur stóra fiska (hver fiskur er þyngrri en 1 kg) samanstendur hlutasýnið af miðhluta fisksins. Hvert hlutasýni er a.m.k. 100 g að þyngd.

Ef um er að ræða meðalstóra fiska (u.þ.b. 1–6 kg) er hlutasýnið tekið sem sneið úr miðhluta fisksins frá hrygg til kviðar.

Ef um er að ræða mjög stóra fiska (t.d. > 6 kg) er hlutasýnið tekið úr holdi bak- og hliðarvöðvans á hægri hlið (séð að framan) á miðhluta fisksins. Ef verulegt fjárhagstjón hlýst af því að taka slíkan hluta úr miðhluta fisksins getur talist fullnægjandi að taka þrjú hlutasýni sem hvert um sig vegur a.m.k. 350 grömm, óháð stærð framleiðslueiningarinnar, en að öðrum kosti má taka jafnstóran hluta af fiskholdinu nálægt sporðinum og fiskholdinu nálægt höfði sama fisksins til að fá hlutasýni sem er dæmigert fyrir innihald díoxína í öllum fiskinum.

4. Sýnataka úr framleiðslueiningum sem samanstanda af heilum fiskum af mismunandi stærð og/eða þyngd

Ákvæði liðar III.3 gilda að því er varðar samsetningu sýna.

Ef tiltekinn (undir)flokkur stærðar eða þyngdar er ríkjandi (u.þ.b. 80% eða meira af framleiðslueiningunni) skal sýnið tekið úr fiskum í ríkjandi stærðar- eða þyngdarflokki. Líta skal á sýnið sem dæmigert fyrir alla framleiðslueininguna.

Ef ekki er um að ræða sérstakan, ríkjandi stærðar- eða þyngdar(undir)flokk skal sjá til þess að þeir fiskar, sem valdir eru til sýnatöku, séu dæmigerðir fyrir framleiðslueininguna. Sérstakar leiðbeiningar varðandi slík tilvik er að finna í leiðbeiningum um töku sýna úr heilum fiskum af mismunandi stærð og þyngd („Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight”⁽¹⁰⁾).

5. Sýnataka á smásölustigi

Taka sýna úr matvælum á smásölustigi skal fara fram, verði því við komið, í samræmi við ákvæðin um sýnatöku sem eru sett fram í lið III.2 í þessum viðauka.

Verði því ekki við komið má nota aðrar sýnatökuaðferðir á smásölustigi, að því tilskildu að sýnið úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum sé nægilega dæmigert.

⁽¹⁰⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

IV. SAMRÆMI FRAMLEIÐSLUEININGAR EÐA FRAMLEIÐSLUHLUTA VIÐ FORSKRIFTIR

1. Að því er varðar ódíoxínlik PCB-efni

Framleiðslueiningin er viðurkennd ef niðurstöður greiningar eru ekki yfir hámarksgildinu fyrir ódíoxínlik PCB-efni sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006, að teknu tilliti til mælióvissu.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við hámarksgildið sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006 ef háreiknigildi í niðurstöðum greininga, sem er staðfest með tvöfaldri greiningu ⁽¹⁾, fer án vafa yfir hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Taka má tillit til mælióvissu í samræmi við eina eftirfarandi aðferða:

- með því að reikna útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælt gildi, að frádrögnum U (útvíkkaðri mælióvissu), er yfir ákvörðuðu, leyfilegu gildi;
- með því að setja ákvörðunarmörk (CC α) í samræmi við ákvæði ákvörðunar framkvæmdastjórnarinnar 2002/657/EB (liður 3.1.2.5 í I. viðauka við þá ákvörðun, þegar um er að ræða efni sem leyfilegt hámarksgildi hefur verið fastsett fyrir). Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mældu gildið er jafnt ákvörðunarmörkunum eða yfir þeim.

Framangreindar reglur gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð vegna ágreinings eða úrskurðarmála.

2. Að því er varðar díoxín (PCDD-/PCDF-efni) og díoxínlik PCB-efni

Framleiðslueiningin er viðurkennd ef niðurstaða einnar greiningar,

- sem er framkvæmd með skimunaraðferð þar sem hlutfall sýna, sem er í falssamræmi við kröfur, er undir 5%, sýnir að innihaldið er ekki yfir viðkomandi hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006,
- sem er framkvæmd með staðfestingaraðferð, er ekki yfir viðkomandi hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna sem mælt er fyrir um í reglugerð EB nr. 1881/2006, að teknu tilliti til mælióvissu.

Við skimunargreiningar skal fastsetja þröskuldsgildi til að unnt sé að skera úr um hvort gætt sé samræmis við þau gildi og mörk sem mælingar miðast við og hafa verið sett fyrir annaðhvort PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við það hámarksgildi sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006 ef háreiknigildi í niðurstöðu greiningar, sem er fengið með staðfestingaraðferð og staðfest með tvöfaldri greiningu ⁽¹⁾, fer án vafa yfir hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Taka má tillit til mælióvissu í samræmi við eina eftirfarandi aðferða:

- með því að reikna útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælt gildi, að frádrögnum U (útvíkkaðri mælióvissu), er yfir ákvörðuðu, leyfilegu gildi. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skal summan af áætlaðri, útvíkkaðri mælióvissu fyrir einstakar niðurstöður þessara greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum PCB-efnum notuð til að reikna áætlaða, útvíkkaða mælióvissu fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna;
- með því að setja ákvörðunarmörk (CC α) í samræmi við ákvæði ákvörðunar 2002/657/EB (liður 3.1.2.5 í I. viðauka við þá ákvörðun, þegar um er að ræða efni sem leyfilegt hámarksgildi hefur verið fastsett fyrir) en framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mældu gildið er jafnt ákvörðunarmörkunum eða yfir þeim.

Framangreindar reglur gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð vegna ágreinings eða úrskurðarmála.

⁽¹⁾ Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slysi. Fyrsta greiningin, þar sem tillit er tekið til mælióvissu, er notuð til að staðfesta samræmi við kröfur. Ef greining er gerð vegna mengunaratviks má sleppa staðfestingu með tvöfaldri greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunaratvikið.

V. ÞEGAR FARIÐ ER YFIR AÐGERÐARMÖRK

Nota má aðgerðarmörk sem tæki til að velja sýni í tilvikum þar sem rétt þykir að ákvarða uppsprettu mengunar og grípa til ráðstafana til þess að minnka umfang hennar eða stemma stigu við henni. Viðeigandi þröskuldsgildi fyrir val á þessum sýnum eru ákvörðuð með skimunaraðferðum. Einungis skal nota ráðstafanir sem eru nauðsynlegar til að sanngreina uppsprettu og draga úr eða stemma stigu við menguninni ef staðfest er með tvöfaldri greiningu með staðfestingaraðferð og að teknu tilliti til mælióvissu að farið hefur verið yfir aðgerðarmörkin ⁽¹²⁾.

⁽¹²⁾ Fyrir tvöfalda greiningu til eftirlits með aðgerðarmörkum gildir sama skýring og sömu kröfur og um hámarksinnihald í 3. nmgr.

III. VIÐAUKI

Undirbúningur sýna og kröfur varðandi greiningaraðferðir sem eru notaðar við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína (PCDD-/PCDF-efna) og díoxínlikra PCB-efna í tilteknum matvælum

1. GILDISSVIÐ

Kröfur, sem eru settar fram í þessum viðauka, gilda þegar matvæli eru efnagreind í tengslum við opinbert eftirlit með innihaldi 2,3,7,8-setinna fjöklóraðra díbensó-p-díoxína og fjöklóraðra díbensófurana (PCDD-/PCDF-efna) og fjöklóraðra bifeníla, sem líkjast díoxíni (díoxínlikra PCB-efna), og í öðru eftirlitsskyni.

Vakta má tilvist PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna í matvælum með tvö ólík markmið í huga:

- a) að velja þau sýni sem innihalda meira af PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum PCB-efnum en hámarksgildi eða aðgerðarmörk segja til um. Þessi tilhögun getur falið í sér kostnaðarhagkvæma og afkastamikla aðferð til skimunar og þar með aukið möguleika á að uppgötva ný atvik með miklum váhrifum og heilbrigðisáhrættu fyrir neytendur. Skimunaraðferðir eru t.d. lífgreiningar og gas- og massagreiningar. Þær skulu notaðar í þeim tilgangi að koma í veg fyrir niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur. Styrk PCDD-/PCDF-efna og summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna í sýnum, þar sem innihaldið er umtalsvert, þarf að ákvarða/staðfesta með staðfestingaraðferð;
- b) að ákvarða innihald PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna í matvælasýnum á styrkbili lágra bakgrunnsgilda. Þetta skiptir máli varðandi tímaleitni, mat á váhrifum á menn og til að byggja upp gagnagrunn fyrir hugsanlegt endurmat á aðgerðarmörkum og hámarksgildum. Markmið þetta næst með staðfestingaraðferðum sem gera kleift að sanngreina og mængreina á ótvíræðan hátt PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni í þeim styrk sem mælingar miðast við. Nota má þessar aðferðir til að staðfesta niðurstöður sem eru fengnar með skimunaraðferðum og til að ákvarða lág bakgrunnsgildi við eftirlit með matvælum. Þær skipta einnig máli við ákvörðun efnamyndamynstra svo að unnt sé að ákvarða uppsprettu hugsanlegrar mengunar. Sem stendur er í slíkum aðferðum notast við gasgreiningu og massagreiningu, hvorar tveggju með mikilli upplausn (HRGC/HRMS).

2. FLOKKUN AÐFERÐA EFTIR STIGI MAGNÁKVÖRÐUNAR ⁽¹³⁾

„Eigindlegar aðferðir“ veita svar um tilvist greiniefna sem eru til mælinga en engar magnbundnar upplýsingar um styrk meinta greiniefnisins. Þessar aðferðir kunna að geta gefið hálfmegindlegar niðurstöður en eru eingöngu notaðar til að segja til um hvort innihald sé yfir eða undir tilteknum styrk, t.d. greiningarmörkum, mængreiningarmörkum eða þröskuldsgildum.

Til að hafa eftirlit með hámarksgildum og aðgerðarmörkum fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik efnasambönd í matvælum má nota skimunaraðferðir sem byggjast á samanburði á greiningarniðurstöðunni og þröskuldsgildi og svara því hvort hugsanlega sé farið yfir þann styrk, sem mælingar miðast við, eða ekki. Í því skyni voru lífgreiningaraðferðir teknar upp. Einnig væri hugsanlegt að þróa eðlisefnafræðilegar aðferðir en engin hagnýt dæmi eru um slíkar aðferðir fyrir hámarksgildi og aðgerðarmörk, sem byggjast á eiturjafngildi (TEQ), né fyrir flóknar greiningar sem útheimta ákvörðun á einstökum efnamyndum sem um er að ræða.

„Hálfmegindlegar aðferðir“ gefa allgóða vísbendingu um styrk, sem getur nýst sem upplýsingar um styrkbil greiniefnisins, hjálpað greinandanum að ákvarða kvörðunarsviðið fyrir þá staðfestingarprófun sem á eftir fer og komið að gagna við gæðaeftirlit. Sem dæmi má nefna:

- lífgreiningaraðferðir, sem geta greint greiniefnin sem eru til mælinga, innihalda kvörðunarferil, veita svar við því hvort e.t.v. sé farið yfir styrkinn, sem mælingar miðast við, eða ekki og gera kleift að tilgreina niðurstöðuna sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), sem er vísbending um TEQ-gildið í sýninu,
- eðlisefnafræðilega prófun (t.d. gasgreiningu með tvöfaldri massagreiningu eða gasgreiningu með massagreiningu með lítilli upplausn).

⁽¹³⁾ Lagað að PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum efnasamböndum samkvæmt viðmiðunarreglum um fullgildingu aðferða til að skima leifar dýralýfja (e. *Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines*) frá tilvísunarrannsóknarstofum Evrópusambandsins í Fougères, Berlin og Bilthoven fyrir rannsóknir á leifum dýralýfja og aðskotaefna í matvælum úr dýraríkinu, sjá http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm

„Megindlegar aðferðir“ uppfylla sömu kröfur um nákvæmni, styrksvið og samkvæmni eins og staðfestingarprófanir. Þegar þörf er á magnákvörðun skal fullgilda þessar aðferðir sem staðfestingaraðferðir eins og lýst er í þessu skjali fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni.

3. BAKGRUNNUR

Til að reikna út eiturjafngildisstyrk skal styrkur einstakra efna í tilteknu sýni margfaldaður með eiturjafngildisstuðli (TEF) efnisins, sem Alþjóðaheilbrigðismálastofnunin hefur skilgreint og er tilgreindur í viðbætinum við þennan viðauka, og síðan eru gildin lögð saman til að finna heildarstyrk díoxínlikra efnasambanda sem er gefinn upp sem eiturjafngildi.

Skimunar- og staðfestingaraðferðum má einungis beita til eftirlits með tilteknum sýnaefnivíð svo fremi að næmi aðferðanna sé nægilegt til þess að greina með áreiðanlegum hætti innihald með þeim styrk sem mælingar miðast við (aðgerðarmörk eða hámarksgildi).

4. KRÖFUR VARÐANDI GÆÐATRYGGINGU

- Gera verður ráðstafanir til að varna því að vixlmengun eigi sér stað á einhverju stigi við sýnatöku og greiningu.
- Sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólýprópýlen- eða pólýetýlenilátum sem henta til geymslu og hafa ekki áhrif á styrk PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna í sýnunum. Fjarlægja verður allan vott af pappírstryki úr sýnisilátinu.
- Geymsla og flutningur sýnisins skal vera þannig að matvælasýnið haldist óbreytt.
- Hvert rannsóknarsýni er finmalað og blandað vandlega saman, eftir því sem við á, með aðferð sem sannað þykir að tryggji fullkomna einsleitni (t.d. malað þannig að það fari í gegnum síu með 1 mm möskva) og þurrka verður sýnin áður en þau eru möluð ef rakainnihaldið er of mikið.
- Ávallt er mikilvægt að hafa eftirlit með prófefnum, glervöru og búnaði sem gætu hugsanlega haft áhrif á niðurstöður sem byggjast á eiturjafngildi og lífgreiningarjafngildi.
- Greining á blanksýni skal gerð með því að láta allt greiningarferlið fara fram en sleppa sýninu einu.
- Þegar um lífgreiningaraðferðir er að ræða er mjög mikilvægt að sannreyna með prófun að öll glervara og allir leysar, sem eru notuð við efnagreiningu, séu laus við efnasambönd sem trufla greiningu markefnasambanda á mælisviðinu. Hreinsa skal glervöru með leysum og/eða hitameðhöndla hana á því hitastigi sem hentar til að fjarlægja snefilmagn PCDD-/PCDF-efna, díoxínlikra efnasambanda og truflandi efnasambanda af yfirborði hennar.
- Magn sýnisins, sem er notað við útdráttinn, skal nægja til að uppfylla kröfurnar að því er varðar nógu lágt mælisvið, þ.m.t. styrkgildin sem mælingar miðast við.
- Þær sértæku verklagsreglur um undirbúning sýna, sem eru notaðar vegna varanna sem hér er um að ræða, skulu fylgja alþjóðlega viðurkenndum viðmiðunarreglum.
- Þegar um fisk er að ræða verður að roðfletta hann þar eð hámarksgildið á við um fiskhold án roðs. Þó er nauðsynlegt að skafa varlega og vandlega af allt fiskhold og fituvef, sem eftir er á innra borði roðsins, og bæta við sýnið sem á að greina.

5. KRÖFUR SEM VARÐA RANNSÓKNARSTOFUR

- Í samræmi við ákvæði reglugerðar (EB) nr. 882/2004 skal viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við ISO-leiðbeiningar 58, faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við greiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum EN ISO/IEC 17025.
- Hæfni rannsóknarstofa er staðfest hafi þær tekið samfelldan og árangursríkan þátt í fjölsetra rannsóknum við ákvörðun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum PCB-efnum í viðkomandi sýnaefnivíð matvæla og á viðkomandi styrkbilum.
- Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina, hvorttveggja til gæðaeftirlits og til staðfestingar á niðurstöðum úr greiningu grunsamlegra sýna.

6. GRUNNKRÖFUR, SEM UPPFYLLA SKAL VIÐ EFNAGREININGAR Á DÍOXÍNUM (PCDD-/PCDF-EFNUM) OG DÍOXÍNLÍKUM PCB-EFNUM
- 6.1. **Lágt mælivið og magngreiningarmörk**
- Sökum þess að sum þessara efnasambanda eru mjög eitruð skal greinanlegt magn PCDD-/PCDF-efna vera í efra styrkbili á stærðarþreppinu femtógramm (10^{-15} g). Fyrir flestar efnamyndir PCB-efna nægir að magngreiningarmörkin séu á stærðarþreppinu nanógramm (10^{-9} g). Við mælingar á enn eitruðri efnamyndum díoxínlíkra PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal neðri hluti mæliviðsins hins vegar ná lágum styrkbilum á stærðarþreppinu píkógramm (10^{-12} g).
- 6.2. **Mikil valvísí (sérvirkni)**
- Nauðsynlegt er að greina PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni frá fjölmörgum öðrum efnasamböndum sem eru dregin út með þeim, kunna að hafa truflandi áhrif á mælinguna og eru fyrir hendi í styrk sem getur verið mörgum stærðarþreppum hærrí en styrkur greiniefnanna sem eru til mælinga. Fyrir gasgreiningar-/massagreiningaraðferðir er nauðsynlegt að greina milli mismunandi efnamynda, s.s. milli eitruðra efnamynda (t.d. milli hinna sautján PCDD-/PCDF-efna með sethópa í 2,3,7,8-stöðu og tólf díoxínlíkra PCB-efna) og annarra efnamynda.
 - Með lífgreiningaraðferðum skal vera unnt að greina markefnasamböndin sem summu PCDD-/PCDF-efna og/eða díoxínlíkra PCB-efna. Hreinsun sýna skal miða að því að fjarlægja efnasambönd, sem gefa niðurstöður sem eru í falsósamræmi við kröfur, eða efnasambönd sem gætu minnkað svörunina og gefið þannig niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur.
- 6.3. **Mikil nákvæmni (réttleiki og samkvæmni, sýndarendurheimt í lífgreiningu)**
- Ákvörðunin skal veita fullnægjandi mat á raunverulegum styrk í sýni í gas- og massagreiningum. Mikil nákvæmni (mælinákvæmni: hversu vel niðurstöðu mælingar ber saman við rétt gildi og tilgreint gildi mæliþátarins) er nauðsynleg til að komast megi hjá því að þurfa að hafna niðurstöðum úr greiningu sýnis á grundvelli þess að ákvarðað TEQ-gildi 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 (hlutfallslegt staðalfrávik ($RSDR_R$), reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði).
 - Sýndarendurheimt í lífgreiningu skal ákvörðuð fyrir lífgreiningaraðferðir.
- 6.4. **Fullgilding á því styrkbili, sem mælingar miðast við, og almennar gæðaeftirlitsráðstafanir**
- Sýna skal á rannsóknarstofum fram á nothæfi aðferðar, innan ramma fullgildingar og/eða við reglulega greiningu, á því styrkbili sem mælingar miðast við, t.d. 0,5 sinnum, 1 sinni og 2 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við, með viðunandi fráviksstuðli við endurtekna greiningu.
 - Það skal vera liður í innra gæðaeftirliti að fram fari regluleg greining á blanksýnum og athuganir á endurheimtum með íbótum eða greining viðmiðunarsýna (einkum ef völ er á vottuðu viðmiðunarefni). Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir samanburðarblanka, athuganir á endurheimtum með íbótum eða greiningu viðmiðunarsýna og yfirfara þau til að tryggja að niðurstaðan sé í samræmi við kröfurnar.
- 6.5. **Magngreiningarmörk**
- Ekki er ófrávikjanleg krafa að sett séu magngreiningarmörk fyrir lífgreiningaraðferð til skimunar en þó skal sannað að með aðferðinni sé unnt að greina á milli blankgildisins og þröskuldsgildisins. Í tengslum við ákvörðun á BEQ-gildi skal fastsetja tilkynningarstig þegar um er að ræða sýni sem gefa svörun sem er undir því stigi. Staðfesta þarf að tilkynningarstigið greini sig frá blanksýnum aðferðarinnar, a.m.k. með stuðlinum þremur, með svörun sem er fyrir neðan mæliviðið. Því skal reikna það út frá sýnum þar sem innihald markefnasambandanna er í kringum tilskilinn lágmarksstyrk en ekki út frá hlutfalli milli merkis og suðs eða blanksýni greiningarinnar.
 - Magngreiningarmörk fyrir staðfestingaraðferð skulu vera u.þ.b. fimmtungur af þeim styrk sem mælingar miðast við.
- 6.6. **Greiningarviðmiðanir**
- Til þess að niðurstöður úr staðfestingar- eða skimargreiningum verði áreiðanlegar þarf að uppfylla eftirfarandi viðmiðanir fyrir TEQ-gildið og BEQ-gildið, eftir því sem við á, hvort sem það er ákvarðað sem samanlögð TEQ-gildi (sem summa PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna) eða fyrir PCDD-/PCDF-efni og fyrir díoxínlík PCB-efni hvert í sínu lagi.

	Skimun með lífgreiningar- eða eðlisefnafræðilegum aðferðum	Staðfestingaraðferðir.
Falssamræmishlutfall ⁽¹⁾	< 5%	
Réttleiki		- 20% til + 20%
Endurtekningarnákvæmni (RSD _T)	< 20%	
Samanburðarnákvæmni innan stofu (RSD _R)	< 25%	< 15%

(1) að því er varðar hámarksgildi

6.7. Sértekur kröfur varðandi aðferðir til skimunar

- Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningu og lífgreiningaraðferðir. Fyrir gas- og massagreiningu ber að miða við kröfurnar sem mælt er fyrir um í 7. lið þessa viðauka. Mælt er fyrir um sértekur kröfur, að því er varðar aðferðir til lífgreiningar á frumum, í 8. lið þessa viðauka.
- Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina.
- Krafist er sannprófunar á nothæfi skimunaraðferðarinnar, á meðan á reglubundinni greiningu stendur yfir, með gæðaeftirliti og viðvarandi fullgildingu aðferðarinnar. Samfelld áætlun til eftirlits með niðurstöðum, sem sýna að farið sé að ákvæðum, þarf að vera fyrir hendi.
- *Eftirlit með hugsanlegri bælingu á frumusvörum og með frumueiturhrifum*

Við reglubundna skimun skal mæla 20% sýnisútdráttanna, með og án þess að bæta 2,3,7,8-tetraklór-díbensó-p-díoxíni við í þeim styrk sem mælingar miðast við, til að sannreyna hvort truflandi efni í sýnisútdráttinum bæli hugsanlega svörumina. Mældur styrkur íbætta sýnisins er borinn saman við summuna af styrk óíbætta útdráttarins plús styrk íbótarinnar. Ef þessi mældi styrkur er meira en 25% undir reiknaða styrknum (summuni), bendir það til hugsanlegrar bælingar á mælimerki og þá þarf viðkomandi sýni að fá staðfestingargreiningu með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn. Vakta skal niðurstöður með gæðaeftirlitsskipurum.

- *Gæðaeftirlit með sýnum sem samræmast kröfum*

Staðfesta skal u.þ.b. 2–10% sýna, sem eru í samræmi við ákvæði, með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn og fer fjöldi sýnanna eftir sýnaefniviði og reynslu rannsóknarstofu.

- *Greining falssamræmishlutfalls á grundvelli gæðaeftirlitsgagna*

Ákvarða skal falssamræmishlutfall niðurstaðna úr skimun sýna sem eru undir og yfir hámarksgildi eða aðgerðarmörkum. Raunveruleg falssamræmishlutföll skulu vera minni en 5%.

Þegar minnst 20 staðfestar niðurstöður fyrir hvern sýnaefnivið/sýnaefniviðarhóp eru tiltækar úr gæðaeftirliti með sýnum sem eru í samræmi við kröfur skal draga ályktanir um falssamræmishlutfallið á grundvelli þessa gagnasafns. Niðurstöður úr sýnum, sem voru greind í hringprófunum eða við mengunaratvik og ná yfir styrkbil allt að t.d. tvöföldu hámarksgildi, mega einnig vera hluti þeirra minnst 20 niðurstaðna sem lagðar eru til grundvallar mati á falssamræmishlutfallinu. Sýnin skulu ná yfir algengustu efnamyndamynstrin og koma úr mismunandi mengunarpoppsettum.

Þó að tilgangur skimunargreiningar skuli aðallega vera sá að greina sýni sem fara yfir aðgerðarmörk er hámarksgildið viðmiðunin fyrir ákvörðun falssamræmishlutfallsins, að teknu tilliti til mælióvissu staðfestingaraðferðarinnar.

- Ávallt skal sannprófa skimunarniðurstöður, sem eru hugsanlega í falsósamræmi (e. *false-non-compliant*) við kröfur, með staðfestingargreiningu (gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn). Einnig má nota má þessi sýni til að meta hlutfall niðurstaðna sem eru í falsósamræmi við kröfur. Að því er varðar aðferðir til skimunar er hlutfall „niðurstaðna sem eru í falsósamræmi við kröfur“ sá hluti niðurstaðna sem staðfest hefur verið með staðfestingargreiningu (gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn) að sé í samræmi við kröfur þótt úrskurðað hafi verið við fyrri skimun að grunur væri um að sýnið væri í ósamræmi við kröfur. Mat á hagkvæmni skimunaraðferðarinnar skal þó byggjast á samanburði á fjölda sýna, sem eru í falsósamræmi við kröfur, og heildarfjölda rannsakaðra sýna. Þetta hlutfall skal vera nógu lítið til að hagkvæmt verði að nota skimun.

- Með lífgreiningaraðferðum skal, a.m.k. við fullgildingarskilyrði, vera unnt að gefa gilda visbendingu um TEQ-gildið, reiknað og gefið upp sem lífgreiningarfjafngildi.
 - Varðandi lífgreiningaraðferðir, sem eru notaðar við endurtekningarnákvæm skilyrði, er hlutfallslegt staðalfrávik við innanstofuskilyrði (RSD_i) almennt minna en hlutfallslegt staðalfrávik við samanturðarnákvæm skilyrði (RSD_R).
7. SÉRKRÖFUR VARÐANDI AÐFERÐIR MEÐ GASGREININGU OG MASSAGREININGU MEÐ MIKILLI UPPLAUSN SEM UPPFYLLA VERÐUR Í TENGLUM VIÐ SKIMUN OG STAÐFESTINGU
- 7.1. **Almennar kröfur**
- Mismunurinn á há- og lágreiknigildi skal ekki vera meiri en 20% fyrir matvæli þar sem mengunin er um 1 µg WHO-TEQ/g fitu (á grundvelli summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna). Fyrir matvæli með litlu fituinnihaldi gilda sömu kröfur varðandi mengun sem nemur um 1 µg WHO-TEQ/g afurðar. Ef mengun er minni, t.d. 0,5 µg WHO-TEQ/g afurðar, má munurinn milli há- og lágreiknigilda vera 25–40%.
- 7.2. **Eftirlit með endurheimtum**
- Bæta verður við innri stöðlum, í formi ¹³C-merktra PCDD-/PCDF-efna, með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu, og innri stöðlum í formi ¹³C-merktra díoxínlíkra PCB-efna, strax í upphafi efnagreiningarinnar, þ.e. áður en útdráttur fer fram, til að fullgilda greiningarferlið. Bæta þarf a.m.k. einni efnamynd við fyrir hvern tetra- til oktaklóraðan, samsvarandi hóp PCDD-/PCDF-efna og a.m.k. einni efnamynd fyrir hvern samsvarandi hóp díoxínlíkra PCB-efna (að öðrum kosti má bæta við a.m.k. einni efnamynd fyrir hvern valinn jónmassa sem er notaður við massagreiningu við vöktun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum). Þegar um er að ræða staðfestingaraðferðir skal nota öll 17 ¹³C-merktu PCDD-/PCDF-efnin, með sethópi í 2,3,7,8-stöðu, og öll 12 ¹³C-merktu díoxínlíku PCB-efnin sem innri staðla.
 - Einnig skal, með því að nota viðeigandi kvörðunarlausnir, ákvarða hlutfallslega svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu ¹³C-merktu, hliðstæðu efni er bætt við.
 - Fyrir matvæli bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem innihalda minna en 10% fitu, er skylt að bæta innri stöðlunum við 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 í hlutfalli við vöru eða fituinnihald.
 - Fyrir gas- eða massagreiningu verður að bæta við einum eða tveimur endurheimtarstöðlum (staðgöngu-stöðlum).
 - Nauðsynlegt er að hafa eftirlit með endurheimtum. Að því er varðar staðfestingaraðferðir skulu endurheimtur einstakra, innri staðla vera á bilinu 60–120%. Endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir mega bæði vera minni og meiri, einkum þegar um er að ræða tiltekin hepta- og oktaklóruð díbensó-p-díoxín og díbensó-fúrón, með því skilyrði að hlutdeild þeirra í TEQ-gildinu fari ekki yfir 10% af samantöldum TEQ-gildum (á grundvelli summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna). Að því er varðar skimunaraðferðir skulu endurheimtur vera á bilinu 30–140%.
- 7.3. **Fjarlæging truflandi efna**
- Aðgreining PCDD-/PCDF-efna frá klóruðum efnasamböndum sem hafa truflandi áhrif, s.s. ódíoxínlíkum PCB-efnum og klóruðum dífenýleterum, skal gerð með heppilegum skiljunaraðferðum (helst á flórísíls-, súrál- og/eða kolefnissúlu).
 - Aðgreining hverfna með gasgreiningu skal nægja (< 25% af fjarlægð milli toppa 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- 7.4. **Kvörðun með staðalferli**
- Svið kvörðunarferils skal ná yfir viðeigandi styrkbil sem mælingar miðast við.
8. SÉRTÆKAR KRÖFUR VARÐANDI LÍFGREININGARAÐFERÐIR
- „Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frummiðaðar greiningar, viðtakagreiningar eða ónámismælingar, sem byggjast á líffræðilegum meginreglum. Í þessum 8. lið eru settar fram kröfur varðandi lífgreiningaraðferðir.

Með aðferð til skimunar er sýni að jafnaði flokkað eftir því hvort það samræmist kröfum eða hvort grunur sé um að það sé í ósamræmi við kröfur. Til þess er reiknaða lífgreiningarjafngildið borið saman við þröskuldsgildið (sbr. 8.3) Sé sýni undir þröskuldsgildinu telst það í samræmi við kröfur, sé sýni við eða yfir þröskuldsgildinu er grunur um að það sé í ósamræmi við kröfur og þarfnist greiningar með staðfestingaraðferð. Í raun getur lífgreiningarjafngildi, sem samsvarar 2/3 af hámarksgildi, nýst sem hentugasta þröskuldsgildið sem tryggir að falssamræmishlutfall haldist undir 5% og að hlutfall niðurstaðna, sem eru í falsósamræmi við kröfur, sé viðunandi. Þar eð hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni og fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna eru mismunandi þá útheimtir eftirlit, án þættingar, með samræmi sýnanna viðeigandi lífgreiningarþröskuldsgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni. Við eftirlit með sýnum, sem fara yfir aðgerðarmörk, hentar að nota viðeigandi hlutfall viðkomandi styrks, sem mælingar miðast við, sem þröskuldsgildi.

Ef um er að ræða tilteknar lífgreiningaraðferðir má þar að auki tilgreina leiðbeinandi gildi, gefið upp sem lífgreiningarjafngildi, fyrir sýni sem eru á mælisviðinu og fara yfir tilkynningarstigið (sbr. 8.1.1 og 8.1.6)

8.1. Mat á svörum úr prófun

8.1.1. Almennar kröfur

- Þegar styrkgildi eru reiknuð út frá kvörðunarferli tetraklórðibensó-p-díoxíns sýna gildin á neðri og efri hluta ferilsins mikil frávik frá ferlinum (hár fráviksstuðull (CV)). Mælisviðið er sviðið þar sem þessi fráviksstuðull er undir 15%. Neðri endi mælisviðs (tilkynningarstig) þarf enn fremur að vera fastsettur talsvert yfir blanksýnum aðferðarinnar (a.m.k. með stuðlinum þremur). Efri hluti mælisviðs er venjulega gefinn upp með EC₇₀-gildi (70% hámarksþrífstyrks) en lægra gildi ef fráviksstuðullinn er hærri en 15% á því styrkbili. Mælisviðið skal fastsett við fullgildingu. Þröskuldsgildi (8.3) þurfa að liggja vel innan mælisviðsins.
- Staðallausnir og sýnisútdrætti skal prófa a.m.k. tvisvar. Þegar prófað er tvöfalt skal staðallausn eða viðmiðunarútdráttaausn, sem er prófuð í 4–6 holum sem eru dreifðar um bakkann, gefa svörum eða styrk (einungis hægt á mælisviðinu) sem grundvallast á fráviksstuðli sem er < 15%.

8.1.2. Kvörðun

8.1.2.1. Kvörðun með staðalferli

- Áætla má innihald í sýnum með samanburði á svörum úr prófun við kvörðunarferil fyrir 2,3,7,8-tetraklórðibensó-p-díoxín (TCDD) (eða PCB 126 eða staðlaða blöndu úr PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum) til að reikna út lífgreiningarjafngildið í útdráttaausninni og því næst í sýninu.
- Kvörðunarferlar skulu ná yfir 8–12 styrkgildi (a.m.k. í tvöföldum prófunum) og vera með nægilega mörg styrkgildi á neðri hluta ferilsins (mælisvið). Gefa skal sérstakan gaum að gæðum ferilaðlögunar á mælisviðinu. Þegar mátgæði í ólínulegu aðhvarfi eru metin nýttist R²-gildið sem slíkt lítið sem ekkert. Betri aðlögun næst með því að lágmarka muninn á milli reiknaðra og mældra gilda á mælisviði ferilsins (t.d. með því að lágmarka summu kvaðratsleifa).
- Metinn styrkur í sýnisútdrættinum er því næst leiðréttur fyrir lífgreiningarjafngildið, sem er reiknað fyrir sýnaefnivíðar-/leysiblanksýni (til að taka tillit til óhreininda frá leysum og iðefnum sem eru notuð), og sýndarendurheimt (reiknuð út frá lífgreiningarjafngildi í hentugum viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum það styrkbil sem mælingar miðast við). Til að framkvæma leiðréttingu fyrir endurheimt þarf sýndarendurheimt ávallt að vera innan tilskilins sviðs (sjá lið 8.1.4). Viðmiðunarsýni, sem eru notuð til að leiðrétta fyrir endurheimt, skulu vera í samræmi við kröfur sem eru skilgreindar í lið 8.2.

8.1.2.2. Kvörðun með viðmiðunarsýnum

Annar kostur er að nota kvörðunarferil sem er búinn til úr a.m.k. fjórum viðmiðunarsýnum (sbr. lið 8.2: eitt sýnaefnivíðarblanksýni plús þrjú viðmiðunarsýni sem eru 0,5 sinnum, 1,0 sinni og 2,0 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við) í kringum styrkinn sem mælingar miðast við og þar með er leiðrétting fyrir blanksýni og endurheimt orðin óþörf. Í því tilviki má reikna prófunarsvörunina, sem samsvarar 2/3 af hámarksgildinu (sbr. 8.3), beint út frá þessum sýnum og nota hana sem þröskuldsgildi. Við eftirlit með sýnum, sem fara yfir aðgerðarmörk, hentar að nota viðeigandi hlutfall þessara aðgerðarmarka sem þröskuldsgildi.

8.1.3. PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni ákvörðuð hvert í sínu lagi

Skipta má útdrættum í hluta sem innihalda PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni, sem gerir kleift að tilgreina TEQ-gildi (gefin upp sem lífgreiningarjafngildi) fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni hvert í sínu lagi. Helst skal nota PCB 126 staðlaðan kvörðunarferil til að meta niðurstöður fyrir þann hluta sem inniheldur díoxínlík PCB-efni.

8.1.4. *Sýndarendurheimtur í lífgreiningu*

„Sýndarendurheimt í lífgreiningu“ skal reiknuð frá viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum þann styrk, sem mælingar miðast við, og gefin upp sem hlutfall BEQ-gildis í samanburði við TEQ-gildið. Eftir því hvaða tegund magngreiningar eða eiturjafngildisstuðla ⁽¹⁴⁾ er notuð getur munurinn á milli gilda fyrir eiturjafngildisstuðul og hlutfallslegan virknistuðul (e. *REP factor*) fyrir díoxínlik PCB-efni valdið lágum sýndarendurheimtum fyrir díoxínlik PCB-efni í samanburði við PCDD-/PCDF-efni. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skulu því sýndarendurheimtur í lífgreiningu vera: 25–60% fyrir díoxínlik PCB-efni og 50–130% fyrir PCDD-/PCDF-efni (þessi styrkbil gilda fyrir kvörðunarferil 2,3,7,8-tetraklórðibensó-p-díoxíns). Þar eð hlutdeild díoxínlikra PCB-efna í summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna getur verið mismunandi eftir sýnaefniviði og sýnum þá endurspeglar sýndarendurheimtur í lífgreiningu á summu mælípáttanna þennan breytileik og skulu vera á bilinu 30–130%.

8.1.5. *Viðmiðanir fyrir eftirlit með endurheimtum eftir hreinsun*

- Á meðan á fullgildingu stendur skal kanna tap á efnasamböndum við hreinsun. Blanksýni, íbætt með blöndu mismunandi efnamynda, skal hreinsað (a.m.k. $n = 3$) og endurheimtin og breytileikinn prófuð með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn. Endurheimt skal vera á bilinu 60–120%, sérstaklega fyrir efnamyndir með meira en 10% hlutdeild í TEQ-gildinu í mismunandi blöndum.

8.1.6. *Tilkynningarmörk*

- Þegar tilkynna á lífgreiningarjafngildi skal nota viðeigandi sýnaefnivið með dæmigerðum efnamyndamynstrum til að ákvarða tilkynningarmörk en ekki kvörðunarferil staðlanna þar eð nákvæmi er lítil fyrir neðri hluta ferilsins. Taka þarf tillit til áhrifa útdáttar og hreinsunar. Tilkynningarmörk þurfa að vera fastsett talsvert yfir blanksýnum aðferðarinnar (a.m.k. með stuðlinum þremur).

8.2. **Notkun viðmiðunarsýna**

- Viðmiðunarsýni skulu endurspeglar sýnaefniviði, efnamyndamynstur og styrkbil fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni í kringum þau gildi eða mörk sem mælingar miðast við (hámarksgildi eða aðgerðarmörk).
- Í hverri prófunarröð skulu vera blanksýni aðferðarinnar, eða helst blanksýni sýnaefniviðar, og viðmiðunarsýni í þeim styrk sem mælingar miðast við. Þessi sýni skulu dregin út og prófuð samtímis við sömu skilyrði. Viðmiðunarsýnið verður að sýna greinilega hækkaða svörun í samanburði við blanksýnið og þar með tryggja hæfi prófunarinnar. Nota má þessi sýni fyrir blanksýnis- og endurheimtaleyðréttingu.
- Viðmiðunarsýni, sem hafa verið valin fyrir framkvæmd endurheimtaleyðréttingar, skulu vera dæmigerð fyrir prófunarsýnin, sem þýðir að efnamyndamynstur mega ekki leiða til þess að innihaldið sé vanmetið.
- Bæta skal við viðmiðunarsýnum sem eru t.d. 0,5 sinnum og 2 sinnum styrkurinn, sem mælingarnar miðast við, til að sýna fram á nothæfi prófunarinnar á því styrkbili, sem mælingar miðast við, vegna eftirlits með styrknum sem mælingar miðast við. Þessi sýni má nota í sameiningu til að reikna lífgreiningarjafngildin í prófunarsýnum (8.1.2.2)

8.3. **Ákvörðun þröskuldsgilda**

Ákvarða skal tengslin á milli niðurstaðna úr lífgreiningu, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), og niðurstaðna úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, gefnar upp sem eiturjafngildi (TEQ), (t.d. með kvörðunartilraunum, miðuðum að sýnaefniviði, þar sem íbætt prófunarsýni eru 0, 0,5 sinni, 1 sinni og 2 sinnum hámarksgildið, með sex endurtekningum fyrir hvert gildi ($n = 24$)). Áætla má leyðréttingarstuðla (blanksýni og endurheimt) út frá þeim tengslum en þeir skulu athugaðir í hverri prófunarsýrpu með því að bæta við blanksýnum aðferðar/sýnaefniviðar og endurheimtusýnum (8.2).

Fastsetja skal þröskuldsgildi til að unnt sé að skera úr um hvort sýni sé í samræmi við hámarksgildi eða ef sannreyna á hvort sýni sé í samræmi við aðgerðarmörk, ef mælingar miðast við þau, og skulu þau taka mið af þeim gildum og mörkum sem sett eru fyrir annaðhvort PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni ein og sér eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna. Þau koma fram sem neðri mörkin á dreifingu lífgreiningarniðurstaðna (leiðrétt fyrir blanksýni og endurheimt), sem samsvara ákvörðunarmörkum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér falssamræmishlutfall sem er $< 5\%$, og $RSD_R < 25\%$. Ákvörðunarmörk fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn eru hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Í raun má reikna þröskuldsgildið (gefið upp sem lífgreiningarjafngildi) með eftirfarandi aðferðum (sbr. mynd 1):

⁽¹⁴⁾ Gildandi kröfur byggjast á eiturjafngildisstuðlunum sem eru birtir í: M. Van den Berg et al, *Toxicol. Sci.* 93(2), 223–241 (2006).

8.3.1. Notkun neðri hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörk fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn:

$$\text{Þröskuldsgildi} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - s_{y,x} * t_{\alpha, f=m-2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

þar sem:

BEQ_{DL} lífgreiningarjafngildi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, sem er hámarks-gildið að teknu tilliti til mælióvissu.

$s_{y,x}$ staðalfrávik leifar

$t_{\alpha, f=m-2}$ t-dreifing ($\alpha = 5\%$, $f =$ frítölur, einsíða)

m heildarfjöldi kvörðunarpunkta (stuðull j)

n fjöldi endurtekninga fyrir hvert gildi

\bar{x}_i styrkur sýnis, úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn (gefinn upp sem eiturjafngildi), fyrir kvörðunarpunkt i

x meðalstyrkgildi (gefið upp sem eiturjafngildi) allra kvörðunarsýna

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2 \text{ breyta kvaðratsummu, } i = \text{stuðull fyrir kvörðunarpunkt } i$$

8.3.2. Reiknað út frá lífgreiningarniðurstöðum (leiðréttum fyrir blanksýni og endurheimt) úr mörgum greiningum á sýnum ($n \geq 6$) sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, sem eru neðri mörkin á gagnadreifingunni við samsvarandi BEQ -meðalgildi:

$$\text{Þröskuldsgildi} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

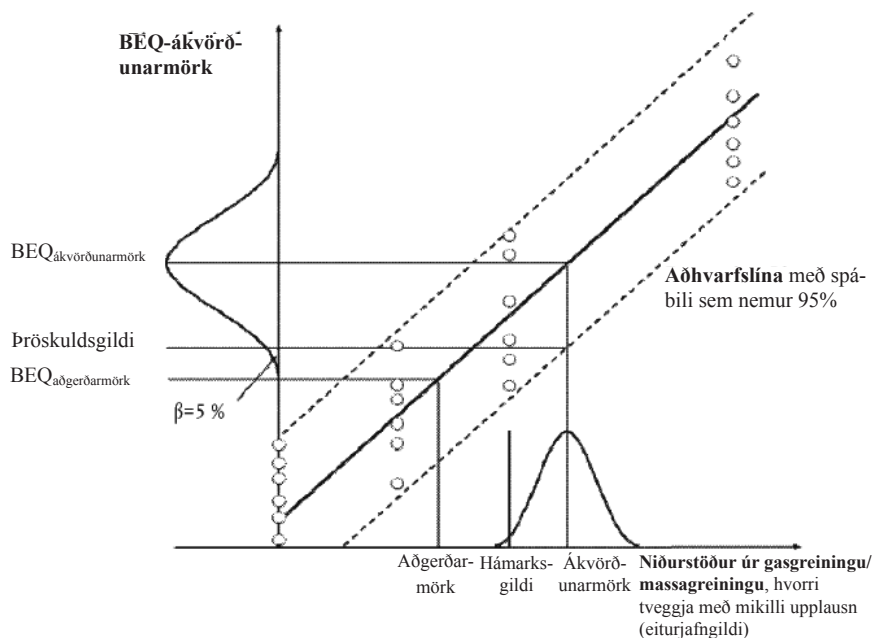
þar sem:

SD_R staðalfrávik niðurstaðna úr lífgreiningu við BEQ_{DL} , mælt við samanburðarnákvæm innanstofuskilyrði

8.3.3. Reiknað sem meðalgildi lífgreiningarniðurstaðna (gefið upp sem lífgreiningarjafngildi, leiðrétt fyrir blanksýni og endurheimt) úr mörgum greiningum á sýnum ($n \geq 6$) sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar 2/3 af styrknum sem mælingar miðast við. Til grundvallar þessu liggur sú athugun að gildi þetta er oftast í kringum þröskuldsgildi, sem er ákvarðað samkvæmt liðum 8.3.1 og 8.3.2.

Mynd 1

Niðurstöður úr lífgreiningu (BEQ)



Útreikningur á þröskuldsgildum miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér að falssamræmishlutfall sé $< 5\%$ og $RSD_R < 25\%$: 1. úr *neðri* hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörkin fyrir gasgreiningu/massagreiningu, hvor tveggja með mikilli upplausn, 2. úr mörgum greiningum á sýnum ($n \geq 6$), sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu, hvor tveggja með mikilli upplausn, sem *neðri* mörk gagnadreifingar (sýnd í myndinni með normalferli) við samsvarandi BEQ-meðalgildi.

8.3.4. Takmarkanir varðandi þröskuldsgildi:

Þröskuldsgildi, byggð á lífgreiningarjafngildi og reiknuð út frá RSD_R sem fæst við fullgildingu með því að nota takmarkaðan fjölda sýna með mismunandi sýnaefniviðar-/efnamyndamynstrum, geta verið hærri en gildin, sem mælingar miðast við og byggjast á eiturjafngildi, vegna meiri nákvæmni en næst við reglubundnar greiningar við eftirlit með óþekktri breidd hugsanlegra efnamyndamynstra. Í þeim tilvikum skal reikna þröskuldsgildi út frá RSD_R sem samsvarar 25% eða helst tveimur þriðju hlutum þess styrks sem mælingar miðast við.

8.4. Gæðakröfur

- Þar eð ekki er unntað nota innri staðla í lífgreiningaraðferðum skal gera prófanir á endurtekningarnákvæmni svo að fá megi upplýsingar um staðalfrávik innan einnar prófunarsyrpu og á milli prófunarsyrpna. Endurtekningarnákvæmni skal vera undir 20%, samanburðarnákvæmni innan stofu undir 25%. Því til grundvallar skulu liggja gildi, reiknuð sem lífgreiningarjafngildi, eftir leiðréttingu fyrir blanksýni og endurheimt.
- Tilskilinn liður í fullgildingarferlinu er að sýna fram á að með prófuninni sé unnt að greina á milli blanksýnis og styrks við þröskuldsgildi en það gerir kleift að sanngreina sýni fyrir ofan samsvarandi þröskuldsgildi (sbr. 8.1.2).
- Skilgreina skal markefnasambönd, hugsanlegar truflanir og viðunandi hámarksgildi fyrir blanksýni.
- Hundraðshlutfall staðalfráviks í svörum eða styrk, sem reiknast út frá svöruninni (eingöngu hægt á mælisviði) í þrefaldri ákvörðun sýnisútdráttar, skal ekki vera yfir 15%.
- Notaskal óleiðréttar niðurstöður úr viðmiðunarsýninu eða sýnunum, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (blanksýni og styrkur sem mælingar miðast við), til að meta nothæfi lífgreiningaraðferðarinnar á föstu tímabili.
- Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir blanksýni aðferðarinnar og fyrir hverja gerð viðmiðunarsýnis og yfirfara það til að tryggja að nothæfi greiningarinnar sé í samræmi við kröfur, einkum varðandi blanksýni aðferðarinnar, þegar um er að ræða kröfur um lágmarksmun miðað við neðri hluta mælisviðsins, og fyrir viðmiðunarsýni þegar um er að ræða samanburðarnákvæmni innan stofu. Hafa skal gott eftirlit með blanksýnum aðferðarinnar til að koma í veg fyrir niðurstöður, sem eru í falssamræmi við kröfur, þegar blanksýnin eru dregin frá.
- Niðurstöðum úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn á grunsamlegum sýnum og 2–10% sýnanna, sem eru í samræmi við kröfur (lágmark 20 sýni fyrir hvern sýnaefnivið), skal safnað saman og þær notaðar til að meta nothæfi skimunaraðferðarinnar og tengslin á milli BEQ- og TEQ-gilda. Gagnasafn þetta má nota til að endurmeta þröskuldsgildi sem gilda fyrir reglubundin sýni úr fullgiltum sýnaefniviði.
- Einnig má sýna fram á nothæfi aðferðarinnar með hringprófunum. Geti rannsóknarstofa sýnt fram á góðan árangur má, þegar falssamræmishlutfallið er metið, bæta við niðurstöðum úr sýnum sem voru greind í hringprófunum og ná yfir styrkbil sem er allt að t.d. $2 \times$ hámarksgildi. Sýnin skulu ná yfir algengustu efnamyndamynstur úr ólíkum uppsprettum.
- Í mengunaratvikum má endurmeta þröskuldsgildin til að endurspegla tiltekinn sýnaefnivið og efnamyndamynstur viðkomandi atviks.

9. SKÝRSLUR UM NIÐURSTÖÐUR

Staðfestingaraðferðir

- Að því marki sem greiningaraðferðin leyfir skal styrkur einstakra PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efnamynda koma fram í greiningarniðurstöðum sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi til þess að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður svo að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.
- Í skýrslunni skal einnig koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra PCB-efna og fituefna. Fituefnainnihald sýnisins skal ákvarðað og tilgreint þegar um er að ræða matvælasýni þar sem hámarksgildi eða aðgerðarmörk eru gefin upp í hlutfalli við fituinnihald og þar sem væntur fitustyrkur er á bilinu 0–2% (í samræmi við gildandi löggjöf) en fyrir önnur sýni er ákvörðun fituefnainnihalds valkvæð.

- Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í lið 7.2, ef þær eru hærri en hámarksgildið, svo og ef eftir því er leitað.
- Þar eð taka skal tillit til óvissu í mælingum þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal einnig gerð grein fyrir þessum þætti. Þess vegna skal gefa niðurstöður úr greiningum upp sem $x \pm U$ þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er útvíkkaða mælióvissan, reiknuð með þekjustuðlinum 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skal nota summu áætlaðrar, útvíkkaðrar mælióvissu fyrir mismunandi niðurstöður greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum PCB-efnum þegar áætluð, útvíkkuð mælióvissa er tilgreind fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna.
- Ef tekið er tillit til óvissu í mælingum með því að beita ákvörðunarmörkunum ($CC\alpha$) (eins og lýst er í lið IV.2 í II. viðauka) skal greina frá þessum þætti.
- Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með (a.m.k.) sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006.

Lífgreiningaraðferðir til skimunar

- Þegar niðurstöður skimunar eru gefnar upp skal tilgreina hvort þær séu í samræmi við kröfur eða hvort grunur sé um að þær séu í ósamræmi við kröfur (sáu „grunsamlegar“).
- Þar að auki má tilgreina niðurstöðu fyrir PCDD-/PCDF-efni og/eða díoxínlik PCB-efni, gefin upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ) (ekki eiturjafngildi (TEQ)) (sbr. 2. lið III. viðauka).
- Sé mælióvissa varðandi reiknað BEQ-gildi tilgreind, t.d. sem staðalfrávik, þarf að liggja því til grundvallar a.m.k. þreföld greining sýnisins (þ.m.t. útdráttur, hreinsun og ákvörðun prófunarniðurstöðu).
- Sé sýni með svörun undir tilkynningarmörkum skal það gefið upp sem undir tilkynningarmörkunum.
- Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni styrkurinn sem mælingar miðast við (hámarksgildi, aðgerðarmörk) og sem matið grundvallast á.
- Í skýrslunni skal koma fram gerð prófunar sem notuð var, grundvallarregla hennar og tegund kvörðunar.
- Í skýrslunni skal einnig koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna, díoxínlikra PCB-efna og fituefna. Fituefnainnihald sýnisins skal ákvarðað og tilgreint þegar um er að ræða matvælasýni þar sem hámarksgildi eða aðgerðarmörk eru gefin upp í hlutfalli við fituinnihald og þar sem væntur fitustyrkur er á bilinu 0–2% (í samræmi við gildandi löggjöf) en fyrir önnur sýni er ákvörðun fituefnainnihalds valkvæð.

VIÐBÆTUR VIÐ III. VIÐAUKA

Eiturjafngildisstuðlar Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar (WHO-TEFs), til nota við áhættumat fyrir menn, grundvallast á niðurstöðum fundar sérfræðinga Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar, sem var haldinn í Genf í júní 2005, um alþjóðaáætlunina um öryggi íðefna (Martin van den Berg et al., „The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds.“) *Toxicological Sciences* 93(2), 223–241 (2006)

Efnamynd		Efnamynd	TEF-gildi
Díbensó-p-díoxín („PCDD-efni“)		„Díoxínlik PCB-efni“, PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni, og einortó-PCB-efni	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni</i>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
Díbensófúrön („PCDF-efni“)		<i>Einortó-PCB-efni</i>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

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

IV. VIÐAUKI

Undirbúningur sýna og kröfur varðandi greiningaraðferðir sem eru notaðar við opinbert effirlit með innihaldi ódíoxínlíkra PCB-efna (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180) í tilteknum matvælum**1. Gildandi greiningaraðferðir**

Gasgreining/greining með rafeindahremmingu (GC/ECD), gasgreining/massagreining með litilli upplausn (GC/LRMS), gasgreining með tvöfaldri massagreiningu (GC/MS-MS), gasgreining/massagreining með mikilli upplausn (GC/HRMS) eða jafngildar aðferðir.

2. Sanngreining og staðfesting greiniefna sem eru til mælinga

- Hlutfallslegur endurnýjunartími með tilliti til innri staðla eða viðmiðunarstaðla (leyfilegt frávik sem nemur +/- 0,25%).
- Aðgreining, með gasgreiningu, á öllum PCB-efnavísunum sex (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180) frá truflandi efnunum, sérstaklega PCB-efnunum sem skolest út samtímis, einkum þegar innihald sýnanna er í námunda við lögfest mörk og staðfesta verður að þau séu í ósamræmi við mörkin.

Athugasemd: Efnamyndir, sem skolest oft út samtímis, eru t.d. PCB 28/31, PCB 52/69 og PCB 138/163/164. Við gasgreiningu/massagreiningu þarf einnig að taka til athugunar hugsanlegar truflanir frá brotum efnamynda með herra klórhlutfalli.

- Fyrir aðferðir með gas- og massagreiningu:
 - Vöktun a.m.k.:
 - tveggja tiltekinna jóna fyrir massagreiningu með mikilli upplausn
 - tveggja tiltekinna jóna með $m/z > 200$ eða þriggja tiltekinna jóna með $m/z > 100$ fyrir massagreiningu með litilli upplausn
 - einnar móðurjónar og tveggja dótturjóna fyrir tvöfalda massagreiningu
 - Hæstu leyfilegu vikmörk fyrir samsætuhlutfallið (e. *abundance ratio*) fyrir valdar niðurbrotsjónir:

Hlutfallslegt frávik fyrir samsætuhlutfallið fyrir valdar niðurbrotsjónir frá tilgetnu samsætuhlutfalli (e. *theoretical abundance*) eða kvörðunarstaðli fyrir markjón (sem er útbreiddasta jónin sem er vöktuð) og staðfestingarjón eða -jónum:

Hlutfallsleg þéttni staðfestingarjón(a) í samanburði við markjón	GC-EI-MS (hlutfallslegt frávik)	GC-CI-MS, GC-MS ^a (hlutfallslegt frávik)
> 50%	± 10%	± 20%
> 20% til 50%	± 15%	± 25%
> 10% til 20%	± 20%	± 30%
≤ 10%	± 50% ⁽¹⁾	± 50% ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Þar eð nægilegur fjöldi niðurbrotsjóna finnst með hlutfallslegri þéttni sem er > 10%, er ekki ráðlagt að nota staðfestingarjón eða -jónir með hlutfallslegri þéttni sem er minni en 10% í samanburði við markjónina.

- Fyrir gasgreiningu/greiningu með rafeindahremmingu (GC/ECD):

Staðfesting niðurstaðna, sem fara yfir vikmörk, með tveimur GC-súlum með stöðufösom með mismunandi skautun.

3. Sýnt fram á nothæfi aðferðarinnar

Fullgilding innan þess styrkbils sem mælingar miðast við (0,5 til 2 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við), með viðunandi fráviksstuðli fyrir endurtekna greiningu (sjá kröfur varðandi samkvæmni innan stofu (e. *intermediate precision*) í 8. lið).

4. Magngreiningarmörk

Blankgildin skulu ekki fara yfir 30% þess mengunarstyrks sem samsvarar hámarksgildinu ⁽¹⁵⁾.

5. Gæðastjórnun

Reglulegt eftirlit með blanksýnum, greining íbættra sýna, gæðaeftirlitssýni, þátttaka í fjölsetra rannsóknunum á viðkomandi sýnaefniviði.

⁽¹⁵⁾ Mælt er eindregið með því að hlutdeild prófefnisblanksýnis í innihaldi aðskotaefnis í sýni sé minni en það. Rannsóknarstofunni ber að hafa eftirlit með breytileika í gildum blanksýna, einkum ef gildi blanksýna eru dregin frá.

6. Eftirlit með endurheimtum

- Notkun viðeigandi innri staðla með eðlisefnafræðilegum eiginleikum sem eru sambærilegir við greiniefnin sem eru til mælinga.
- Viðbót innri staðla:
 - Viðbót við vörur (á undan útdrætti og hreinsunarferli),
 - Einnig er hægt að bæta innri stöðlum við útdregna fitu (á undan hreinsunarferlinu) ef hámarksgildi er gefið upp í hlutfalli við fituinnihald.
- Kröfur varðandi aðferðir þar sem allir samsætumerktu PCB-efnamyndavísarnir sex eru notaðir:
 - Leiðrétting niðurstaðna fyrir endurheimtur innri staðla,
 - Að jafnaði telst endurheimtuhlutfall á bilinu 50–120% ásætlanlegt fyrir samsætumerkta innri staðla.
 - Minni eða meiri endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir með minna en 10% hlutdeild í summu PCB-efnavísanna sex eru viðunandi.
- Kröfur varðandi aðferðir sem ekki nota alla sex samsætumerktu innri staðlana eða aðra innri staðla:
 - Eftirlit með endurheimt innri staðals eða staðla fyrir hvert sýni,
 - Ásætlanlegar endurheimtur innri staðals eða staðla er á bilinu 60–120%,
 - Leiðrétting niðurstaðna fyrir endurheimtur innri staðla,
- Endurheimtur ómerktra efnamynda skal prófa með íbættum sýnum eða gæðaeftirlitssýnum á styrkbilinu sem mælingar miðast við. Ásætlanlegar endurheimtur fyrir þessar efnamyndir eru á bilinu 70–120%.

7. Kröfur sem varða rannsóknarstofur

Í samræmi við ákvæði reglugerðar (EB) nr. 882/2004 skal viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við ISO-leiðbeiningar 58, faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við greiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum EN ISO/IEC 17025.

8. Nothæfiseiginleikar Viðmiðanir fyrir summu PCB-efnavísanna sex í þeim styrk sem mælingar miðast við

Réttleiki	– 20% til + 30%
Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i>) (RSD %)	≤ 20%
Munur á milli útreiknings á lág- og háreiknigildi	≤ 20%

9. Skýrslur um niðurstöður

- Að því marki sem greiningaraðferðin leyfir skal styrkur einstakra PCB-efnamynda koma fram í greiningarniðurstöðum og skal tilgreindur sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi til þess að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður svo að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.
- Í skýrslunni skal einnig koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCB-efna og fituefna. Fituefnainnihald sýnisins skal ákvarðað og tilkynnt þegar um er að ræða matvælasýni þar sem hámarksgildi eru gefin upp í hlutfalli við fituinnihald og þar sem væntur fitustyrkur er á bilinu 0–2% (í samræmi við gildandi löggjöf) en fyrir önnur sýni er ákvörðun fituefnainnihalds valkvæð.
- Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í 6. lið, ef þær eru hærrí en hámarksgildið, svo og ef eftir því er leitað.
- Þar eð taka skal tillit til óvissu í mælingum þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal einnig gerð grein fyrir þessum þætti. Þess vegna skal gefa niðurstöður úr greiningum upp sem x +/- U þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er útvíkkaða mælióvissan, reiknuð með þekjustuðlinum 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig.
- Ef tekið er tillit til óvissu í mælingum með því að beita ákvörðunarmörkunum (CC α) (eins og lýst er í lið IV.1 í II. viðauka) skal greina frá þessum þætti.
- Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með (a.m.k.) sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006.