

EES-STOFNANIR

SAMEIGINLEGA EES-NEFNDIN

REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (ESB) 2017/644

2017/EES/77/01

frá 5. apríl 2017

um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna eftirlits með innihaldi díoxína, díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum og um niðurfellingu reglugerðar (ESB) nr. 589/2014 (*)

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 fóður 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 ⁽²⁾ eru sett fram hámarksgildi fyrir ódíoxínlík PCB-efni, díoxín og fúrön og fyrir summu díoxína, fúrana og díoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum.
- 2) Í tilmælum framkvæmdastjórnarinnar 2013/711/ESB ⁽³⁾ eru sett aðgerðarmörk í því skyni að hvetja til markvissra aðgerða sem miða að því að draga úr tilvist PCDD-efna (fjöklóraðra díbensó-para-díoxína) og PCDF-efna (fjöklóraðra díbensófúrana) og díoxínlíkra PCB-efna í matvælum. Þessi aðgerðarmörk eru tæki sem lögbær yfirvöld og rekstraraðilar nota til að draga fram þau tilvik þar sem rétt þykir að tilgreina upptök mengunar og grípa til nauðsynlegra ráðstafana í því skyni að minnka umfang þeirra eða stemma stigu við þeim.
- 3) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 589/2014 ⁽⁴⁾ eru sett sértæk ákvæði um sýnatöku- og greiningaraðferðir sem nota skal við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína, díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna.
- 4) 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 og tilmæla 2013/711/ESB. Þau hafa ekki áhrif á áætlanir um sýnatöku, umfang hennar og hversu oft sýni eru tekin eins og sett er fram í III. og IV. viðauka við tilskipun ráðsins 96/23/EB ⁽⁵⁾. Þau hafa ekki áhrif á markviðmiðanir fyrir sýnatöku sem mælt er fyrir um í ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 98/179/EB ⁽⁶⁾.
- 5) Rétt þykir að tryggja að stjórnendur matvælafyrirtækja, sem beita eftirlitinu sem framkvæmt er innan ramma 4. gr. reglugerðar Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 852/2004 ⁽⁷⁾, noti sýnatökuaðferðir sem eru jafngildar sýnatökuaðferðunum sem kveðið er á um í þessari reglugerð til að tryggja að sýni sem tekin eru við þetta eftirlit séu dæmigerð sýni. Enn fremur hefur tilvísunarrannsóknarstofa Evrópusambandsins fyrir rannsóknir á díoxíni og PCB-efnum lagt fram sannanir fyrir því að greiningarniðurstöður séu í vissum tilvikum ekki áreiðanlegar þegar rannsóknarstofur, sem framkvæma greiningu á sýnum sem stjórnendur matvælafyrirtækja taka innan ramma 4. gr. reglugerðar (EB) nr. 852/2004, beita ekki nothæfisviðmiðunum eins og kveðið er á um í þessari reglugerð. Því er rétt að gera beitingu nothæfisviðmiðananna einnig skyldubundna við greiningu á þessum sýnum.

(*) Þessi ESB-gerð birtist í Stj. 2017, ESB L 92, 6.4.2017, bls. 9. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 127/2017 frá 7. júlí 2017 um breytingu á II viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn, biður birtingar.

⁽¹⁾ Stj. 2004, ESB L 165, 30.4.2004, bls. 1.

⁽²⁾ Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 1881/2006 frá 19. desember 2006 um hámarksgildi fyrir tiltekin aðskotaefni í matvælum (Stj. 2006, ESB L 364, 20.12.2006, bls. 5).

⁽³⁾ Tilmæli framkvæmdastjórnarinnar 2013/711/ESB frá 3. desember 2013 um að draga úr díoxínum, fúrunum og PCB-efnum í fóðri og matvælum (Stj. 2013, ESB L 323, 4.12.2013, bls. 37).

⁽⁴⁾ Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) nr. 589/2014 frá 2. júní 2014 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna eftirlits með innihaldi díoxína, díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna í tilteknum matvælum og um niðurfellingu reglugerðar (ESB) nr. 252/2012 (Stj. 2012, ESB L 164, 3.6.2014, bls. 18).

⁽⁵⁾ 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 (Stj. 1996, EB L 125, 23.5.1996, bls. 10).

⁽⁶⁾ 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 (Stj. 1998, EB L 65, 5.3.1998, bls. 31).

⁽⁷⁾ Reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 852/2004 frá 29. apríl 2004 um hollustuhætti sem varða matvæli (Stj. 2004, ESB L 139, 30.4.2004, bls. 1).

- 6) Þar eð sú nálgun að nota ákvörðunarmörk til að tryggja að greiningarniðurstöður séu fyrir ofan hámarksgildi með tilteknum líkum, eins og kveðið er á um í ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 2002/657/EB ⁽¹⁾, er ekki lengur notuð við greiningu á díoxíni og PCB-efnum í matvælum þykir rétt að fella brott þessa nálgun og halda einungis nálguninni um útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur um það bil 95% öryggisstig.
- 7) Í samræmi við kröfur um skýrslugjöf vegna lífgreiningaraðferða til skimunar þykir rétt að kveða einnig á um tilteknar kröfur um skýrslugjöf vegna eðlisefnafræðilegra aðferða til notkunar við skimun.
- 8) Þar eð greining á díoxíni, díoxínlíkum PCB-efnum og ódíoxínlíkum PCB-efnum er í flestum tilvikum framkvæmd samtímis þykir rétt að samræma nothæfisviðmiðanir fyrir ódíoxínlík PCB-efni að nothæfisviðmiðunum fyrir díoxín og díoxínlík PCB-efni. Þetta er einföldun án umtalsverðra breytinga í raun þar eð hlutfallsleg þéttni staðfestingarjóna, í samanburði við markjónir, er > 50% ef um er að ræða ódíoxínlík PCB-efni.
- 9) Enn fremur eru lagðar til nokkrar aðrar minniháttar breytingar á gildandi ákvæðum sem útheimta að reglugerð (ESB) nr. 589/2014 verði felld úr gildi og í stað hennar komi ný reglugerð til að viðhalda læsileika textans.
- 10) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um plöntur, dýr, matvæli og fóður.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

Að því er varðar þessa reglugerð gilda skilgreiningarnar og skammstafanirnar í I. viðauka.

2. gr.

Taka sýna við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína, fúrana, díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra 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 eftirlit með innihaldi díoxína, fúrana og díoxínlíkra 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 eftirlits með innihaldi ódíoxínlíkra 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 (ESB) nr. 589/2014 er felld úr gildi.

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

⁽¹⁾ Ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 2002/657/EB frá 14. ágúst 2002 um framkvæmd á tilskipun ráðsins 96/23/EB varðandi nothæfi greiningaraðferða og túlkun niðurstaðna (Stjtið EB L 221, 17.8.2002, bls. 8).

6. gr.

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

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

Gjört í Brussel 5. apríl 2017.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Jean-Claude JUNCKER

forseti.

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 2002/657/EB.

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 2013/711/ESB, sem hrindir af stað rannsóknunum í þeim tilgangi að finna upptök efnisins þegar efnið greinist í auknum styrk.
- 1.2. „Skimunaraðferðir“: aðferðir við að velja þau sýni sem innihalda meira af PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum en hámarksgildi eða aðgerðarmörk segja til um. Þær skulu vera kostnaðarhagkvæmar og afkastamiklar og þar með auka möguleikann á að uppgötva ný atvik þar sem mikil váhrif geta leitt til heilbrigðisáhrættu fyrir neytendur. Skimunaraðferðir skulu byggjast á lífgreiningaraðferðum eða gas- og massagreiningaraðferðum. Niðurstöður úr sýnum sem fara yfir fastsett þröskuldsgildi skulu sannprófaðar með endurgreiningu að fullu á upprunalega sýninu með staðfestingaraðferð til að kanna samræmi við hámarksgildi.
- 1.3. „Staðfestingaraðferðir“: aðferðir sem veita fullnaðar- eða viðbótarupplýsingar sem gera kleift að sanngreina og magngreina PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni á ótvíræðan hátt við hámarksgildi eða, ef þörf krefur, aðgerðarmörk. Slíkar aðferðir notast við gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn eða gas- og massagreiningu/raðmassagreiningu.
- 1.4. „Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frumumiðaðar greiningar, viðtakgreiningar eða ónæmismælingar, sem byggjast á notkun líffræðilegra meginreglna. Niðurstöður úr slíkum greiningum eru ekki í efnamynd og einungis vísbending ⁽¹⁾ um eiturjafngildi (TEQ), 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*).
- 1.5. „Sýndarendurheimt í lífgreiningu“: lífgreiningarjafngildi, reiknað út frá kvörðunarferli tetraklórðibensó-p-díoxíns (TCDD) eða PCB 126 eftir leiðréttingu fyrir blanksýni og síðan er deilt með eiturjafngildi sem er ákvarðað með staðfestingaraðferðinni. Með henni er reynt að leiðrétta þætti eins og tap á PCDD-efnum (fjölklórúðum díbensóparadíoxínunum) og PCDF-efnum (fjölklórúðum díbensófurónunum) 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 viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum hámarksgildi eða aðgerðarmörk.
- 1.6. „Tvöföld greining“: aðskilin greining á greiniefnum sem eru til mælingar með því að nota annan deiliskammt af sama sýninu sem hefur verið gert einsleitt.
- 1.7. „Viðurkennd sértæk magngreiningarmörk ⁽²⁾ einstakra efnamynda í sýni“: minnsta innihald greiniefnisins sem hægt er að mæla með viðunandi tölfræðilegri vissu sem uppfyllir viðmiðanir um sanngreiningu eins og lýst er í alþjóðlega viðurkenndum stöðlum, t.d. EN 16215:2012 (Dýrafóður – Ákvörðun díoxíns og díoxínlíkra PCB efna með GC/HRMS og PCB vísa með GC/HRMS) og/eða í aðferðum Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613 og 1668, endurskoðaðar.

Magngreiningarmörk einstakra efnamynda má auðkenna sem:

- a) styrk greiniefnis í útdráttarlausn sýnis, sem kallar fram mælisvörin 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 frá öðrum gögnum,

⁽¹⁾ Lífgreiningaraðferðir eru ekki sérhæfðar fyrir þær efnamyndir sem falla undir eiturjafngildisstuðlakerfið. Í sýnisútdrættinum geta verið önnur byggingarlega skyld efnasambönd sem virkja arýlvetniskolefnaviðtakann og eiga þátt í heildarsvörininni. Af þeim sökum geta niðurstöður úr lífgreiningu ekki verið mat á eiturjafngildi í viðkomandi sýni heldur einungis vísbending um það.

⁽²⁾ Fylgja skal meginreglunum eins og þeim er lýst í „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ [tengill á heimasíðu] þegar við á.

- eða, ef útreikningur á hlutfalli milli merkis og suðs veitir ekki áreiðanlegar niðurstöður af tæknilegum ástæðum,
- b) lægsta styrkleikapunkturinn á kvörðunarferli sem gefur ásættanleg ($\leq 30\%$) og samræmd (mældur a.m.k. við upphaf og enda greiningarsýnaraða) frávik frá meðaltali hlutfallslegs svörunarstuðuls sem er reiknaður fyrir alla punkta á kvörðunarferlinum í hverri sýnaröð ⁽¹⁾.
- 1.8. „Háreiknigildi“ (e. *upper-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hværrar ómagngreindrar efnamyndar og svarar til magngreiningarmarkanna
- 1.9. „Lágreiknigildi“ (e. *lower-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hværrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og núll.
- 1.10. „Miðreiknigildi“ (e. *medium-bound*): gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hværrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.
- 1.11. „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.
- 1.12. „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.
- 1.13. „Hlutasýni“: magn efnis, tekið á sama stað í framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.
- 1.14. „Safnsýni“: sameinuð heild allra hlutasýna sem tekin eru úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.
- 1.15. „Rannsóknarsýni“: dæmigerður hluti eða magn safnsýnisins sem nota skal á rannsóknarstofu.

II. SKAMMSTAFANIR:

BEQ	Lífgreiningarjafngildi
GC	Gasgreining
HRMS	Massagreining með mikilli upplausn
LRMS	Massagreining með lítilli upplausn
MS/MS	Raðmassagreining
PCB	Fjöklórað bifényl
Ódíoxíník PCB-efni	PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180
PCDD	Fjöklóruð díbensó-p-díoxín
PCDF	Fjöklóruð díbensófúrön
QC	Gæðastjórnun
REP	Hlutfallsleg virkni
TEF	Eiturjafngildisstuðull
TEQ	Eiturjafngildi
TCDD	2,3,7,8-tetraklórdíbensó-p-díoxín
U	Útvíkkuð mælióvissa

⁽¹⁾ Magngreiningarmörkin eru reiknuð út frá lægsta styrkleikapunktinum með tilliti til endurheimtar innri staðla og sýnastærð.

II. VIÐAUKI

SÝNATÖKUADFERÐIR 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 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 rannsóknarsýnum, hvort farið er að ákvæðum um hámarksgildin sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006.

Til að tryggja að farið sé að ákvæðum 4. gr. reglugerðar (EB) nr. 852/2004 skal stjórnandi matvælafyrirtækis, þegar sýni eru tekin til að hafa eftirlit með magni díoxína (PCDD-/PCDF-efna), díoxínlíkra PCB-efna og ódíoxínlíkra PCB-efna, taka sýnin samkvæmt aðferðunum sem lýst er í III. kafla þessa viðauka eða nota jafngilda sýnatökuaðferð sem sýnt hefur verið fram á að sé jafn dæmigerð og sýnatökuaðferðin sem lýst er í III. kafla þessa viðauka.

II. ALMENN ÁKVÆÐI

1. Starfsfólk

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

5. Undirbúningur safnsýnis

Safnsýnið skal myndað með því að sameina hlutasýnin. Það skal vega 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 aðildarríkis að því er varðar réttindi stjórnanda matvælafyrirtækisins. 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 flát sem ver það nægilega gegn aðskotaefnum, tapi greiniefna vegna ásogs á innri vegg flátsins og skemmdum í flutningi. Gera skal allar nauðsynlegar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir hvers kyns breytingu á samsetningu sýnisins sem gæti átt sér stað meðan á flutningi eða geymslu stendur.

8. Innsigling og merking sýna

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsiglað á sýnatökustað og auðkennt í samræmi við reglur aðildarríkjanna.

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

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
≥ 1 500	500 tonn
> 300 og < 1 500	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).

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 eins vandlega og unnt er, annaðhvort handvirkt eða vélvirkt, rétt áður en sýni er tekið. 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 ⁽¹⁾ skal stærð safnsýna með hænueggjum vera a.m.k. 12 egg (töflur 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 til 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.

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 til 25	a.m.k. 1 pakki eða eining
26 til 100	u.þ.b. 5%, a.m.k. 2 pakkningar eða einingar
> 100	u.þ.b. 5%, að hámarki 10 pakkningar eða einingar

3. Sértek 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 veга 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 er a.m.k. 100 gr 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 (há 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 þyngri 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.

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

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 „Guidance document on sampling of whole fishes of different size and/or weight“⁽²⁾.

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.

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

IV. SAMRÆMI FRAMLEIÐSLUEININGAR VIÐ FORSKRIFTIR

1. Að því er varðar ódíoxínlík PCB-efni

Framleiðslueiningin uppfyllir kröfur ef niðurstöður greininga fyrir summu ódíoxínlíkra PCB-efna eru ekki hærra en viðkomandi hámarksgildi, sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu⁽³⁾.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við það hámarksgildi sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006 ef meðaltal tveggja háreiknigilda úr greiningarniðurstöðum, sem fást með tvöfaldri greiningu⁽⁴⁾, fer án vafa yfir hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Útvíkkaða mælióvissan er reiknuð með því að nota þekjustuðulinn 2 sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslulota er ekki í samræmi við kröfur ef meðaltal mældra gilda, að frádreginni útvíkkaðri mælióvissu meðaltalsins, er hærra en fastsett hámarksgildi.

Reglurnar, sem getið er í málsgreinunum hér á undan í þessum lið, 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 díoxínlík PCB-efni

Framleiðslueiningin er í samræmi við kröfur 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 díoxínlíkra PCB-efna sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006,

⁽²⁾ https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_catalogue_dioxins_guidance-sampling_exemples-dec2006_en.pdf

⁽³⁾ Fylgja skal meginreglunum eins og þeim er lýst í „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry“ [tengill á heimasíðu] þegar við á.

⁽⁴⁾ Tvöföld greining er nauðsynleg ef niðurstöður úr fyrstu ákvörðun eru ekki í samræmi við kröfur. Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slýsni. Ef greining er gerð vegna mengunaratviks má sleppa staðfestingu með tvöfaldri greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunaratvikið og ef greint magn er umtalsvert yfir hámarksgildi.

- sem er framkvæmd með staðfestingaraðferð, er ekki yfir viðkomandi hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna sem mælt er fyrir um í reglugerð EB nr. 1881/2006, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu ⁽⁵⁾.

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

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við það hámarksgildi sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006 ef meðaltal tveggja háreiknigilda úr greiningarniðurstöðum (tvöföld greining) ⁽⁶⁾ sem fást með staðfestingaraðferð, fer án vafa yfir hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Útvíkkaða mælióvissan er reiknuð með því að nota þekjustuðulinn 2 sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslulota er ekki í samræmi við kröfur ef meðaltal mældra gilda, að fráreginni útvíkkaðri mælióvissu meðaltalsins, er hærra en fastsett hámarksgildi.

Summan af áætlaðri, útvíkkaðri mælióvissu fyrir einstakar niðurstöður þessara greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum skal notuð til að reikna áætlaða, útvíkkaða mælióvissu fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.

Reglurnar, sem getið er í málsgreinunum hér á undan í þessum lið, gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð vegna ágreinings eða úrskurðarmála.

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. Ef umtalsverð viðleitni er nauðsynleg til að sanngreina uppsprettu og draga úr eða stemma stigu við menguninni getur verið viðeigandi að staðfesta að farið hefur verið yfir aðgerðarmörkin með tvöfaldri greiningu með staðfestingaraðferð og að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu ⁽⁷⁾.

⁽⁵⁾ „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry“ [tengill á vefsetur], „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ [tengill á vefsetur].

⁽⁶⁾ Tvöföld greining er nauðsynleg ef niðurstaða fyrstu ákvörðunarinnar, þar sem staðfestingaraðferðum er beitt með því að nota ¹³C-merktan innri staðal fyrir viðkomandi greiniefni, er ekki í samræmi við kröfur. Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slysi. Ef greining er gerð vegna mengunaratviks má sleppa staðfestingu með tvöfaldri greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunaratvikið og ef greint magn er umtalsvert yfir hámarksgildi.

⁽⁷⁾ Fyrir tvöfalda greiningu til eftirlits með aðgerðarmörkum gildir sama skýring og sömu kröfur og um hámarksinnihald í 6. nmgr.

III. VIÐAUKI

UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG KRÖFUR VARÐANDI GREININGARAÐFERÐIR SEM ERU NOTAÐAR VIÐ EFTIRLIT MEÐ INNIHALDI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF-EFNA) OG DÍOXÍNLÍKRA PCB-EFNA Í TILTEKNUM MATVÆLUM

1. GILDISSVIÐ

Kröfurnar, 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 díbensófúrana (PCDD-/PCDF-efna) og fjöklóraðra bifényla, sem líkjast díoxíni (díoxínlíkra PCB-efna), og að því er varðar undirbúning sýna og greiningarkröfur í öðru eftirlitsskyni, þ.m.t. eftirlit sem stjórnandi matvælafyrirtækis framkvæmir til að tryggja að farið sé að ákvæðum í 4. gr. reglugerðar (EB) nr. 852/2004.

Vakta má tilvist PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í matvælum með tveimur ólíkum greiningaraðferðum:

a) *Skimunaraðferðir*

Markmið skimunaraðferða er að velja þau sýni sem innihalda meira af PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum en hámarksgildi eða aðgerðarmörk segja til um. Skimunaraðferðirnar skulu vera kostnaðarhagkvæmar og afkastamiklar og þar með auka möguleikann á að uppgötva ný atvik þar sem mikil váhrif geta leitt til heilbrigðisáhættu fyrir neytendur. Notkun þeirra skal miða að því að koma í veg fyrir niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur. Þær geta verið lífgreiningaraðferðir og gas- og massagreiningaraðferðir.

Skimunaraðferðir bera saman greiningarniðurstöður og þröskuldsgildi og svara því hvort hugsanlega sé farið yfir hámarksgildi eða aðgerðarmörk eða ekki. Styrk PCDD-/PCDF-efna og summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýnum, þar sem grunur leikur á að þau séu ekki í samræmi við hámarksgildi, þarf að ákvarða eða staðfesta með staðfestingaraðferð.

Að auki geta skimunaraðferðir gefið vísbendingu um magn PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýninu. Ef notast er við lífgreiningaraðferðir til skimunar eru niðurstöðurnar gefnar sem lífgreiningarjafngildi (BEQ) en ef notast er við eðlisefnafræðilegar gas- og massagreiningaraðferðir eru þær gefnar sem eiturjafngildi (TEQ). Tölulegar niðurstöður skimunaraðferða henta til að sýna fram á að aðgerðarmörkum sé fylgt eða að grunur leiki á að svo sé ekki eða þegar farið er yfir aðgerðarmörk og gefa vísbendingu um styrkbil ef um er að ræða eftirfylgni með staðfestingaraðferðum. Þær eru til dæmis ekki hentugar til að meta bakgrunnsgildi, meta inntekið magn, fylgjast með tímaleitni að því er varðar gildi eða endurmeta aðgerðarmörk og hámarksgildi.

b) *Staðfestingaraðferðir*

Staðfestingaraðferðir gefa kost á ótvíræðri sanngreiningu og magngreiningu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýni og gefa allar upplýsingar á grundvelli efnamynda. Þessar aðferðir gefa því kost á eftirliti með hámarksgildum og aðgerðarmörkum, þ.m.t. staðfesting á niðurstöðum sem eru fengnar með skimunaraðferðum. Enn fremur má nota niðurstöður í öðrum tilgangi, s.s. til að ákvarða lág bakgrunnsgildi við matvælaeftirlit, eftirlit með tímaleitni, mat á váhrifum á menn og til að byggja upp gagnagrunn fyrir hugsanlegt endurmat á aðgerðarmörkum og hámarksgildum. Þær skipta einnig máli við ákvörðun efnamyndamynstra svo að unnt sé að ákvarða uppsprettu hugsanlegrar mengunar. Slíkar aðferðir notast við gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn. Einnig er hægt að nota gas- og massagreiningu/raðmassagreiningu til að staðfesta hvort farið sé að ákvæðum varðandi hámarksgildi eða ekki.

2. 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 díoxínlíkra 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 við hámarksgildi eða aðgerðarmörk.

3. KRÖFUR VARDANDI GÆDATRYGGINGU

- Gera verður ráðstafanir til að varna því að víxlmengun eigi sér stað á hverju stigi við sýnatöku og greiningu.
- Sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólyprópylen- eða pólyetylenflátum sem henta til geymslu og hafa ekki áhrif á styrk PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýnunum. Fjarlægja verður allan vott af pappírstryki úr sýnisflátinu.
- Geymsla og flutningur sýnisins skal vera þannig að matvælasýnið haldist óbreytt.
- Hvert rannsóknarsýni er fín malað og blandað vandlega saman, eftir því sem við á, með aðferð sem sannað þykir að tryggi fullkomna einsleitni (t.d. malað þannig að það fari í gegnum síu með 1 mm möskva); 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, díoxínlíkra efnasambanda og truflandi efnasambanda af yfirborði hennar.
- Stærð sýnisins, sem er notað við útdráttinn, skal nægja til að uppfylla kröfurnar að því er varðar nógu lágt mælisvið, þ.m.t. styrkgildi hámarksgildis eða aðgerðarmarka.
- 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.

4. 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. Fylgja skal meginreglunum eins og þeim er lýst í „Technical Guidelines for the estimation of measurement uncertainty and limits of quantification for PCDD/F and PCB analysis“ þegar við á ⁽¹⁾.
- Hæfni rannsóknarstofa er staðfest hafi þær tekið samfelldan og árangursríkan þátt í fjölsetra rannsóknnum við ákvörðun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnaefnivið 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.

5. GRUNNKRÖFUR, SEM UPPFYLLA SKAL VIÐ EFNAGREININGAR Á DÍOXÍNUM (PCDD-/PCDF-EFNUM) OG DÍOXÍNÍKUM PCB-EFNUM

5.1. Lágt mælisvið og magngreiningarmörk

- Sökum þess að sum þessara efnasambanda eru mjög eitruð skal greinanlegt magn PCDD-/PCDF-efna vera í efra styrkbili á stærðarþrepinu femtógramm (10^{-15} g). Fyrir flestar efnamyndir PCB-efna nægir að magngreiningarmörkin séu á stærðarþrepinu nanógramm (10^{-9} g). Við mælingar á enn eittraðri efnamyndum díoxínlíkra PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal neðri hluti mælisviðsins hins vegar ná lágum styrkbilum á stærðarþrepinu píkógramm (10^{-12} g).

⁽¹⁾ „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry“ [tengill á vefsetur], „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ [tengill á vefsetur].

5.2. Mikil valvísi (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 stærðarþrepum hærrí en styrkur greiniefnanna sem eru til mælinga. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðir er nauðsynlegt að greina milli mismunandi efnamynda, s.s. milli eitradra 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 merkefnasamböndin 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 falsásamræmi við kröfur, eða efnasambönd sem gætu minnkað svörunina og gefið þannig niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur.

5.3. 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 mæliþáttarins) er nauðsynleg til að komast megi hjá því að þurfa að hafna niðurstöðum úr greiningu sýnis á grundvelli þess að ákvarðað 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 (hlutfallslegt staðalfrávik RSD_R , reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði).
- Sýndarendurheimt í lífgreiningu skal ákvörðuð fyrir lífgreiningaraðferðir.

5.4. Fullgilding á styrkbili hámarksgildis og almennar gæðaeftirlitsráðstafanir

- Sýna skal á rannsóknarstofum fram á nothæfi aðferðar, innan ramma fullgildingar og/eða við reglulega greiningu, við hámarksgildi, t.d. 0,5 sinnum, 1 sinni og 2 sinnum hámarksgildi 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 greiningu samanburðarsýna (einkum ef völ er á vottuðu viðmiðunarefni). Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir samanburðarblanka, athuganir á endurheimtum með íbótum eða greiningu samanburðarsýna og yfirfara þau til að tryggja að niðurstaðan sé í samræmi við kröfurnar.

5.5. Magngreiningarmörk

- Ekki er órávíkjanleg 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 lífgreiningarjafngildi 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 mælisviðið. Því skal reikna það út frá sýnum þar sem innihald merkefnasambandanna 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 hámarksgildi.

5.6. Greiningarviðmiðanir

- Til þess að niðurstöður úr staðfestingar- eða skimunaraðferðum verði áreiðanlegar þarf að uppfylla eftirfarandi viðmiðanir fyrir eiturjafngildi og lífgreiningarjafngildi við hámarksgildi, eftir því sem við á, hvort sem það er ákvarðað sem samhlöð eiturjafngildi eða lífgreiningarjafngildi (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 eðlisefnafraðilegum aðferðum	Staðfestingaraðferðir
Falssamræmishlutfall (*)	< 5%	
Réttleiki		– 20% til + 20%

	Skimun með lífgreiningar- eða eðlisefnatræðilegum aðferðum	Staðfestingaraðferðir
Endurtekningarnákvæmni (RSD _r)	< 20%	
Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i>) (RSD _R)	< 25%	< 15%

(*) Að því er varðar hámarksgildi

5.7. Sértekur kröfur varðandi aðferðir til skimunar

- Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningu og lífgreiningaraðferðir. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðirnar ber að miða við kröfurnar sem mælt er fyrir um í 6. lið. Mælt er fyrir um sértekur kröfur, að því er varðar aðferðir til lífgreiningar á frumum, í 7. lið.
- Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina.
- Kraftist er sannprófunar á nothæfi skimunaraðferðarinnar, á meðan á reglubundinni greiningu stendur yfir, með gæðaeftirliti og viðvarandi fullgildingum aðferðarinnar. Samfelld áætlun til eftirlits með niðurstöðum, sem sýna að farið sé að ákvæðum, þarf að vera fyrir hendi.
- Eftirlit með hugsanlegri bælingu á frumusvörun og með frumueiturhrifum.

Við reglubundna skimun skal mæla 20% sýnisútdráttanna, með og án þess að bæta tetraklórðibensó-p-díoxíni við sem samsvarar hámarksgildi eða aðgerðarmörkum, til að sannreyna hvort truflandi efni í sýnisútdráttinum bæli hugsanlega svörunina. 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. Vakta skal niðurstöður með gæðaeftirlitsskipurinum.

- Gæðaeftirlit með sýnum sem samræmast kröfum

Staðfesta skal u.þ.b. 2–10% sýna, sem eru í samræmi við ákvæði, 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 efnamyndamyntur úr ólíkum uppsprettum.

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 útvíkkaðrar mælióvissu staðfestingaraðferðarinnar.

- Ávallt skal sannprófa skimunarniðurstöður sem eru mögulega ekki í samræmi við kröfur með endurgreiningu að fullu á upprunalega sýninu með staðfestingaraðferð. 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 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 skimun verði hagkvæm.

- Með lífgreiningaraðferðum skal, a.m.k. við fullgildingarskilyrði, vera unnt að gefa gilda vísbendingu um eiturfjafngildið, reiknað og gefið upp sem lífgreiningarfjafngildi.
 - Varðandi lífgreiningaraðferðir, sem eru notaðar við endurtekningarnákvæm skilyrði, er hlutfallslegt staðalfrávik við innanstofuskilyrði (RSD_r) almennt minna en hlutfallslegt staðalfrávik við samanburðarnákvæm skilyrði (RSD_R).
6. SÉRKRÖFUR VARÐANDI AÐFERÐIR MEÐ GASGREININGU OG MASSAGREININGU SEM UPPFYLLA VERÐUR Í TENGLUM VIÐ SKIMUN OG STAÐFESTINGU
- 6.1. **Ásættanlegur mismunur milli há- og lágreiknigilda eiturfjafngilda Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar (WHO-TEQ)**
- Mismunurinn á há- og lágreiknigildi skal ekki vera meiri en 20% við staðfestingu á því hvort farið hafi verið yfir hámarksgildi eða, ef þörf krefur, aðgerðarmörk.
- 6.2. **Eftirlit með endurheimtum**
- Bæta verður við innri stöðlum, í formi ^{13}C -merktra PCDD-/PCDF-efna, með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu, og innri stöðlum í formi ^{13}C -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 oktaflóraðan, 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 sautján ^{13}C -merktu PCDD-/PCDF-efnin, með sethópi í 2,3,7,8-stöðu, og öll tólf ^{13}C -merktu díoxínlíku PCB-efnin sem innri staðla.
 - Einnig skal, með því að nota viðeigandi kvörðunarlausnir, ákvarða hlutfallslega svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu ^{13}C -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 (staðgöngustöðlum).
 - 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 oktaflórúð díbensó-p-díoxín og díbensófúrön, með því skilyrði að hlutdeild þeirra í eiturfjafngildinu fari ekki yfir 10% af samanlögðum eigurfjafngildum (á grundvelli summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna). Að því er varðar gas- og massagreiningaraðferðir til skimunar skulu heimtur vera á bilinu 30 til 140%.
- 6.3. **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).
- 6.4. **Kvörðun með staðalferli**
- Svið kvörðunarferils skal ná yfir viðeigandi styrkbil hámarksgildis eða aðgerðarmarka.
- 6.5. **Sértækar viðmiðanir fyrir staðfestingaraðferðir**
- Fyrir gas- og massagreiningu með mikilli upplausn:

Við massagreiningu með mikilli upplausn skal upplausnin alla jafna vera 10 000 eða meiri fyrir allt massasviðið við 10% hlutfall öldudals.

Uppfylling frekari viðmiðana um sanngreiningu og staðfestingu eins og lýst er í alþjóðlega viðurkenndum stöðlum, t.d. EN 16215:2012 (Dýrafóður – Ákvörðun díoxíns og díoxínlíkra PCB efna með GC/HRMS og PCB vísa með GC/HRMS) og/eða í aðferðum Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613 og 1668, endurskoðaðar.

— Fyrir gas- og massagreiningu/massagreiningu:

Vöktun á a.m.k. tveimur tilteknum móðurjónum, sem hvor um sig er með eina tiltekna, samsvarandi umskiptadótturjón, að því er varðar öll merkt og ómerkt greiniefni sem greiningin nær yfir.

Hæstu leyfilegu vikmörk fyrir hlutfallsstyrk jóna sem er $\pm 15\%$ fyrir valdar umskiptadótturjónir í samanburði við reiknuð eða mæld gildi (meðaltal frá kvörðunarstöðlum), þar sem sömu tvöföldu massagreiningarskilyrðunum er beitt, einkum árekstrarorku (e. *collision energy*) og árekstrarloftþrýstingi (e. *collision gas pressure*), fyrir hver umskipti greiniefnis.

Upplausn fyrir hvert fjórskaut skal stíllt þannig að hún sé jöfn eða meiri en massaeyningarupplausn (e. *unit mass resolution*) (massaeyningarupplausn: nægileg upplausn til að aðskilja tvö toppgildi með einni massaeyningu) til að draga úr hugsanlegum truflunum er varða greiniefnin sem eru til mælingar.

Uppfylling frekari viðmiðana eins og lýst er í alþjóðlega viðurkenndum stöðlum, t.d. EN 16215:2012 (Dýrafóður – Ákvörðun díoxíns og díoxínlíkra PCB efna með GC/HRMS og PCB vísa með GC/HRMS) og/eða í aðferðum Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613 og 1668, endurskoðaðar, að undanskilinni þeirri skyldu að nota gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn.

7. SÉRTÆKAR KRÖFUR VARÐANDI LÍFGREININGARAÐFERÐIR

„Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frummiðaðar greiningar, viðtakagreiningar eða ónæmismælingar, sem byggjast á líffræðilegum meginreglum. Í þessum 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. lið 7.3). 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 tveim þriðju af hámarksgildi, nýst sem þröskuldsgildi að því tilskildu að falssamræmishlutfall haldist undir 5% og að hlutfall niðurstaðna, sem eru í falsósamræmi við kröfur, sé viðundandi. 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 aðgerðarmarka sem þröskuldsgildi.

Ef leiðbeinandi gildi er gefið upp sem lífgreiningarjafngildi verður að tilgreina niðurstöður fyrir sýni innan mælisviðsins og umfram tilkynningarmörkin (sjá liði 7.1.1 og 7.1.6).

7.1. Mat á svörum úr prófun

7.1.1. Almennar kröfur

— Þegar styrkgildi eru reiknuð út frá kvörðunarferli tetraklórdíbensó-p-díoxíns sýna gildin á 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% hámarkshrifstyrks) en lægra gildi ef fráviksstuðullinn er hærri en 15% á því styrkbili. Mælisviðið skal fastsett við fullgildingu. Þröskuldsgildi (sbr. lið 7.3) verða að liggja innan mælisviðsins.

— Staðallausnir og sýnisútdrætti skal prófa þrisvar eða a.m.k. tvisvar. Þegar prófað er tvöfalt skal staðallausn eða viðmiðunarútdrattarlausn, sem er prófuð í fjórum til sex holum sem eru dreifðar um bakkann, gefa svörum eða styrk (einungis hægt á mælisviðinu) sem grundvallast á fráviksstuðli sem er < 15%.

7.1.2. Kvörðun

7.1.2.1. Kvörðun með staðalferli

- Áætla má innihald í sýnum með samanburði á svörum úr prófun við kvörðunarferil fyrir 2,3,7,8-tetraklórdíbensó-p-díoxín (TCDD) (eða PCB 126 eða staðlaða blöndu úr PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum) til að reikna út lífgreiningarjafngildið í útdráttarlausninni 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 nýtist 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 sýnaefniviðar- eða leysiblanksýni (til að taka tillit til óhreininda frá leysum og íðefnum sem eru notuð), og sýndarendurheimt (reiknuð út frá lífgreiningarjafngildi í hentugum viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum hámarksgildi eða aðgerðarmörk). Til að framkvæma leiðréttingu fyrir endurheimt þarf sýndarendurheimt ávallt að vera innan tilskilins sviðs (sjá lið 7.1.4). Viðmiðunarsýni, sem eru notuð til að leiðrétta fyrir endurheimt, skulu vera í samræmi við kröfur sem eru skilgreindar í lið 7.2.

7.1.2.2. Kvörðun með viðmiðunarsýnum

Annar kostur er að nota kvörðunarferil sem er búinn til úr a.m.k. fjórum viðmiðunarsýnum (sbr. lið 7.2): eitt sýnaefniviðarblanksýni plús þrjú viðmiðunarsýni sem eru 0,5 sinnum, 1,0 sinni og 2,0 sinnum hámarksgildi eða aðgerðarmörk og þar með er leiðrétting fyrir blanksýni og endurheimt orðin óþörf ef eiginleikar sýniefniviðar viðmiðunarsýnanna samsvara eiginleikum óþekktu sýnanna. Í því tilviki má reikna prófunarsvörunina, sem samsvarar tveimur þriðju af hámarksgildinu (sbr. lið 7.3), 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.

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

Skipta má útdráttum í hluta sem innihalda PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni, sem gerir kleift að tilgreina eiturjafngildi (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.

7.1.4. Sýndarendurheimtur í lífgreiningu

„Sýndarendurheimt í lífgreiningu“ skal reiknuð frá viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum við hámarksgildi eða aðgerðarmörk og gefin upp sem hlutfall lífgreiningarjafngildis í samanburði við eiturjafngildið. Eftir því hvaða tegund magngreiningar eða eiturjafngildisstuðla⁽¹⁾ er notuð getur munurinn á milli gilda fyrir eiturjafngildisstuðul og hlutfallslegan virknistuðul (e. *REP factor*) fyrir díoxínlík PCB-efni valdið lágum sýndarendurheimtum fyrir díoxínlík PCB-efni í samanburði við PCDD-/PCDF-efni. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skulu því sýndarendurheimtur í lífgreiningu vera: 20–60% fyrir díoxínlík PCB-efni og 50–130% fyrir PCDD-/PCDF-efni (þessi styrkbil gilda fyrir kvörðunarferil 2,3,7,8-tetraklórdíbensó-p-díoxíns). Þar eð hlutdeild díoxínlíkra PCB-efna í summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna getur verið mismunandi eftir sýnaefniviði og sýnum þá endurspeglar sýndarendurheimtur í lífgreiningu á summu mælipáttanna þennan breytileik og skulu vera á bilinu 30–130%.

7.1.5. 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 staðfestingaraðferð. Endurheimt skal vera á bilinu 60–120%, sérstaklega fyrir efnamyndir með meira en 10% hlutdeild í eiturjafngildinu í mismunandi blöndum.

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

7.1.6. *Tilkynningarmörk*

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

7.2. **Notkun viðmiðunarsýna**

- Viðmiðunarsýni skulu endurspegla sýnaefnivið, efnamyndamynstur og styrkbil fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni í kringum hámarksgildi eða aðgerðarmörk.
- Í hverri prófunarröð skulu vera blanksýni aðferðarinnar, eða helst blanksýni sýnaefniviðar, og viðmiðunarsýni við hámarksgildi eða aðgerðarmörk. Þessi sýni skulu dregin út og prófuð samtímis við sömu skilyrði. Viðmiðunarsýnið verður að sýna greinilega hækkaða svörin 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 má við viðmiðunarsýnum sem eru t.d. 0,5 sinnum og 2 sinnum hámarksgildi eða aðgerðarmörk til að sýna fram á nothæfi prófunarinnar á því styrkbili, sem mælingar miðast við, vegna eftirlits með hámarksgildi eða aðgerðarmörkum. Þessi sýni má nota í sameiningu til að reikna lífgreiningarjafngildin í prófunarsýnum (sbr. lið 7.1.2.2).

7.3. **Ákvörðun þröskuldsgilda**

Ákvarða skal tengslin á milli niðurstaðna úr lífgreiningu, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi, og niðurstaðna staðfestingaraðferða, gefnar upp sem eiturjafngildi, (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 leiðréttingarstuðla (blanksýni og endurheimt) út frá þeim tengslum en þeir skulu athugaðir í hverri prófunarsýrpu með því að bæta við blanksýnum aðferðar/sýnaefniviðar og endurheimtusýnum (sjá lið 7.2).

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 hámarksgildum eða aðgerðarmörkum sem sett eru fyrir annaðhvort PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni ein og sér eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna. Þau koma fram sem *neðri* mörkin á dreifingu lífgreiningarniðurstaðna (leiðrétt fyrir blanksýni og endurheimt), sem samsvara ákvörðunarmörkum staðfestingaraðferðarinnar miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér falssamræmishlutfall sem er $< 5\%$, og $RSD_R < 25\%$. Ákvörðunarmörkin fyrir staðfestingaraðferðina eru hámarksgildið, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu.

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

7.3.1. *Notkun neðri hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörk fyrir staðfestingaraðferðina*

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

þar sem:

BEQ_{DL}	lífgreiningarjafngildi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir staðfestingaraðferðina, sem er hámarksgildið að teknu tilliti til útvíkkaðrar 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

- x_i styrkur sýnis (gefinn upp sem eiturjafngildi) kvörðunarpunkts I ákvarðaður með staðfestingaraðferð
- \bar{x} meðalstyrkgildi (gefið upp sem eiturjafngildi) allra kvörðunarsýna

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

i = stuðull fyrir kvörðunarpunkt i

- 7.3.2. Reiknað út frá lífgreiningarniðurstöðum (leiðréttum fyrir blanksýni og endurheimt) úr mörgum greiningum á sýnum ($n \geq 6$) sem hafa verið menguð við ákvörðunarmörk staðfestingaraðferðarinnar, sem eru *neðri* mörkin á gagnadreifingunni samsvarandi BEQ-meðalgildi:

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

þar sem

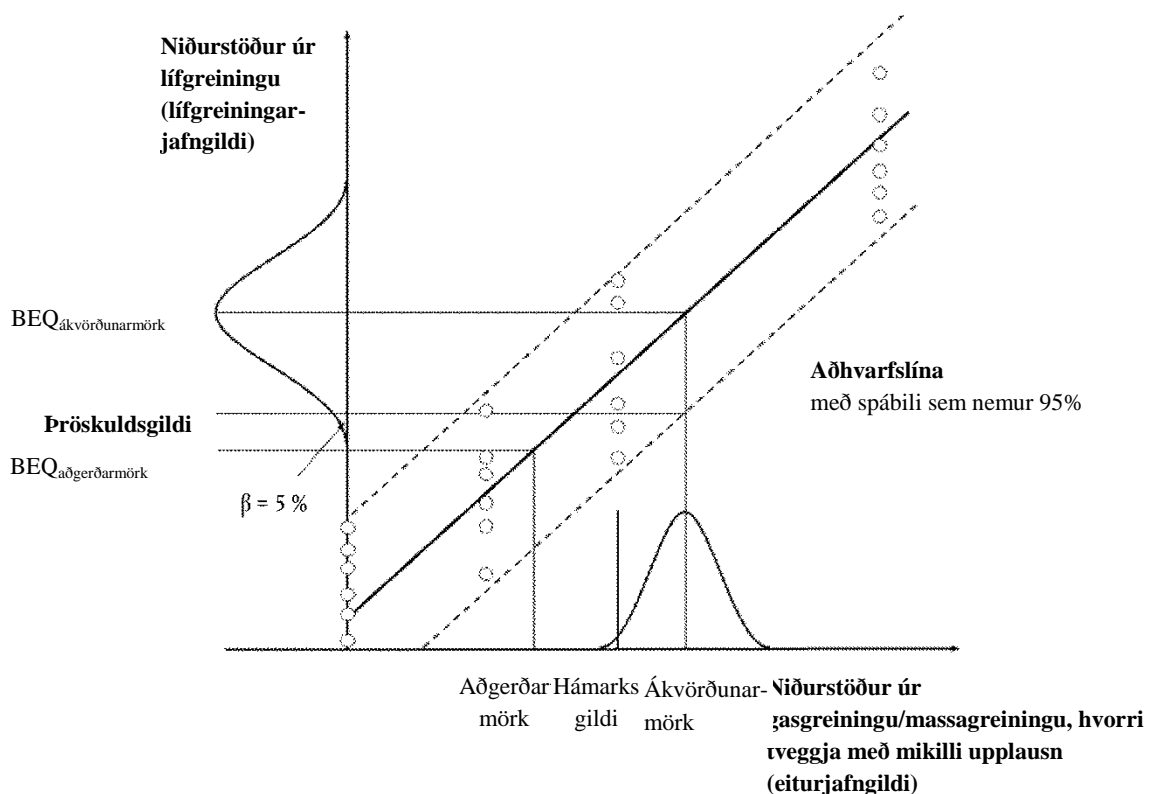
SD_R staðalfrávik niðurstaðna úr lífgreiningu við BEQ_{DL} , mælt við samanburðarnákvæm innanstofuskilyrði

- 7.3.3. 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 tveimur þriðju af hámarksgildi eða aðgerðarmörkum. Til grundvallar þessu liggur sú athugun að gildi þetta er oftast í kringum þröskuldsgildi, sem er ákvarðað samkvæmt liðum 7.3.1 og 7.3.2.

Útreikningur á þröskuldsgildum miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér að falssamræmishlutfall sé $< 5\%$ og $\text{RSD}_R < 25\%$:

1. úr neðri hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörk fyrir staðfestingaraðferðina,
2. úr mörgum greiningum á sýnum ($n \geq 6$), sem hafa verið menguð við ákvörðunarmörk staðfestingaraðferðarinnar, sem *neðri* mörk gagnadreifingar (sýnd í myndinni með normalferli) við samsvarandi BEQ-meðalgildi.

Mynd 1



7.3.4. 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 sýnaefnivíðar-/efnamyndamynstrum, geta verið hærri en hámarksgildin eða aðgerðarmörkin sem byggjast á eiturjafngildi, vegna meiri nákvæmni en næst við reglubundnar greiningar við eftirlit með óþektri breidd hugsanlegra efnamyndamynstra. Í þeim tilvikum skal reikna þröskuldsgildi út frá RSD_R sem samsvarar 25% eða helst tveimur þriðju hlutum hámarksgildis eða aðgerðarmarka.

7.4. Nothæfiseiginleikar

- Þar eð ekki er unnt að nota innri staðla í lífgreiningaraðferðum skal gera prófanir á endurtekningarnákvæmni svo að fá megi upplýsingar um staðalfrávik innan einnar prófunarsýrpu og á milli prófunarsýrpa. Endurtekningarnákvæmni skal vera undir 20% og 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. lið 7.1.2).
- Skilgreina skal markefnasambönd, hugsanlegar truflanir og viðunandi hámarksgildi fyrir blanksýni.
- Hundradshlutfall staðalfráviks í svörun eða styrk, sem reiknast út frá svöruninni (eingöngu hægt á mælisviði) í þrefaldri ákvörðun sýnisútdráttar, skal ekki vera yfir 15%.
- Nota skal óleiðréttar niðurstöður úr viðmiðunarsýninu eða -sýnunum, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (blanksýni og við hámarksgildi eða aðgerðarmörk), 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 staðfestingaraðferða á grunsamlegum sýnum og 2–10% sýnanna, sem eru í samræmi við kröfur (lágmark 20 sýni fyrir hvern sýnaefnivíð), skal safnað saman og þær notaðar til að meta nothæfi skimunaraðferðarinnar og tengslin á milli lífgreiningar- og eiturjafngilda. Gagnasafn þetta má nota til að endurmeta þröskuldsgildi sem gilda fyrir reglubundin sýni úr fullgiltum sýnaefnivíðum.
- 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 endurspeglar tiltekinn sýnaefnivíð og efnamyndamynstur viðkomandi atviks.

8. SKÝRSLUR UM NIÐURSTÖÐUR

Staðfestingaraðferðir

- Styrkur einstakra PCDD/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efnamynda og eiturjafngildi skal koma fram í greiningarniðurstöðum sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi til þess 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 aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra PCB-efna og fituefna. Fituefnainnihald sýnisins skal ákvarðað og tilkynnt þegar um er að ræða efnivíð matvæla 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). Að því er varðar 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 6.2, ef þær eru hærri en hámarksgildið (í því tilviki endurheimt einnar af tveimur tvöföldum greiningum), svo og ef eftir því er leitað.
- Þar eð taka skal tillit til útvíkkaðrar mælióvissu 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 díoxínlík PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skal nota summu áætlaðrar, útvíkkaðrar mælióvissu fyrir mismunandi niðurstöður greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum þegar áætluð, útvíkkuð mælióvissa er tilgreind fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.
- Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með 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 (sú „grunsamlegar“).
- Þar að auki má tilgreina leiðbeinandi niðurstöðu fyrir PCDD-/PCDF-efni og/eða díoxínlík PCB-efni, gefin upp sem lífgreiningarjafngildi (ekki eiturjafngildi) (sbr. 1. lið). Sé sýni með svörun undir tilkynningarmörkum skal það gefið upp sem undir tilkynningarmörkunum. Sé sýni með svörun yfir mælisviði skal það gefið upp sem yfir mælisviði og gildið sem samsvarar efri hluta mælisviðsins skal gefið upp sem lífgreiningarjafngildi.
- Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni hámarksgildið eða aðgerðarmörkin 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, díoxínlíkra PCB-efna og fituefna. Fituefnainnihald sýnisins skal ákvarðað og tilkynnt þegar um er að ræða efnivið matvæla 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). Að því er varðar önnur sýni er ákvörðun fituefnainnihalds valkvæð.
- Ef grunur leikur á að sýni séu ekki í samræmi við kröfur þarf að tilgreina í skýrslunni þær aðgerðir sem ber að grípa til. Styrk PCDD-/PCDF-efna og summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýnum með auknum styrk þessara efna þarf að ákvarða/staðfesta með staðfestingaraðferð.
- Niðurstöður sem ekki eru í samræmi við kröfur skulu aðeins gefnar upp eftir staðfestingargreiningu.

Eðlisefnafræðilegar skimunaraðferðir

- 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 (sú „grunsamlegar“).
- Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni hámarksgildið eða aðgerðarmörkin sem matið grundvallast á.
- Að auki má gefa upp gildi fyrir einstaka PCDD-/PCDF-efnamyndir og/eða díoxínlíkar PCB-efnamyndir og eiturjafngildi sem gefin eru upp sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi. 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.
- Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í lið 6.2 og ef eftir því er leitað.
- Gas- og massagreiningaraðferð, sem notuð er, skal koma fram í skýrslunni.
- 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 tilkynnt þegar um er að ræða efnivið matvæla 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). Að því er varðar önnur sýni er ákvörðun fituefnainnihalds valkvæð.

- Ef grunur leikur á að sýni séu ekki í samræmi við kröfur þarf að tilgreina í skýrslunni þær aðgerðir sem ber að grípa til. Styrk PCDD-/PCDF-efna og summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýnum með auknum styrk þessara efna þarf að ákvarða/staðfesta með staðfestingaraðferð.
 - Einungis er hægt að ákvarða ósamræmi við kröfur eftir staðfestingargreiningu.
-

Viðbætur

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 ⁽¹⁾

Efnamynd	TEF-gildi	Efnamynd	TEF-gildi
Díbensó-p-díoxín („PCDD-efni“)		„Díoxínlik“ PCB-efni	
		PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni + einortó-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	0,0003
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“)		Einortó-PCB-efni	
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“ = klórdíbensódíoxín, „CDF“ = klórdíbensófúrön, „CB“ = klórbífenýl.			

⁽¹⁾ Martin van den Berg o.fl., „The 2005 World Health Organisation Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds.“ Toxicological Sciences 93(2), 223–241 (2006).

IV. VIÐAUKI

UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG KRÖFUR VARÐANDI GREININGARAÐFERÐIR SEM ERU NOTADAR VIÐ EFTIRLIT MED
INNIHALDI ÓDÍOXÍNLÍKRA PCB-EFNA Í TILTEKNUM MATVÆLUM

Kröfurnar, sem eru settar fram í þessum viðauka, gilda þegar matvæli eru efnagreind í tengslum við opinbert eftirlit með innihaldi ódíoxínlíkra PCB-efna, og að því er varðar undirbúning sýna og greiningarkröfur í öðru eftirlitsskyni, þ.m.t. eftirlit sem stjórnandi matvælafyrirtækis framkvæmir til að tryggja að farið sé að ákvæðum í 4. gr. reglugerðar (EB) nr. 852/2004.

Ákvæði um undirbúning sýna, sem kveðið er á um í 3. lið III. viðauka við þessa reglugerð, skulu einnig gilda um eftirlit með innihaldi ódíoxínlíkra PCB-efna í matvælum.

1. Gildandi greiningaraðferðir

Gasgreining/greining með rafeindahremmingu (GC/ECD), gasgreining/massagreining með lítilli upplausn (GC/LRMS), gas- og massagreining/massagreining (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 $\pm 0,25\%$).
- Aðgreining, með gasgreiningu, á ódíoxínlíkum PCB-efnum (frá truflandi efnum, sérstaklega PCB-efnum sem skolast út samtímis, einkum þegar innihald sýnanna er í námunda við lögfest mörk og staðfesta verður að þau séu í ósamræmi við mörkin ⁽¹⁾).
- Fyrir gas- og massagreiningu:
 - Vöktun á a.m.k. eftirtöldum fjölda sameindajóna eða einkennandi jóna úr sameindaklasanum:
 - tveimur tilteknum jónum fyrir massagreiningu með mikilli upplausn,
 - þremur tilteknum jónum fyrir massagreiningu með lítilli upplausn,
 - tveimur tilteknum móðurjónum sem hvor um sig er með eina tiltekna samsvarandi umskiptadótturjón 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: $\pm 15\%$.
- Fyrir gasgreiningu/greiningu með rafeindahremmingu:

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

3. Sýnt fram á nothæfi aðferðarinnar:

Fullgilding innan hámarksgildis (0,5 til 2 sinnum hámarksgildið), með viðunandi fráviksstuðli fyrir endurtekna greiningu (sjá kröfur varðandi samkvæmni innan stofu (e. *intermediate precision*) í 8. lið).

4. Magngreiningarmörk:

Summa magngreiningarmarkna fyrir ⁽²⁾ ódíoxínlík PCB-efni skal ekki vera hærri en einn þriðji af hámarksgildinu ⁽³⁾.

5. Gæðastjórnun:

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

(1) Efnamyndir, sem skolast oft út samtímis, eru t.d. PCB 28/31, PCB 52/69 og PCB 138/163/164. Við gas- og massagreiningu þarf einnig að taka til athugunar hugsanlegar truflanir frá brotum efnamynda með herra klórhlutfalli.

(2) Fylgja skal meginreglunum eins og þeim er lýst í „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ [tengill á heimasíðu] þegar við á.

(3) Mælt er eindregið með því að hluteild 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 eðlislefnafræðilegum 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 allar samsætumerktu ódíoxínlíku PCB-efnamyndirnar sex eru notaðar:
 - Leiðrétting niðurstaðna fyrir endurheimtur innri staðla.
 - Að jafnaði telst endurheimtuhlutfall á bilinu 60–120% ásættanlegt fyrir samsætumerkta innri staðla.
 - Minni eða meiri endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir með minna en 10% hlutdeild í summu ódíoxínlíkra PCB-efna 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.
 - Ásættanlegar 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 gæðæftirlitssýnum við hámarksgildi. Ásættanlegar endurheimtur fyrir þessar efnamyndir eru á bilinu 60–120%.

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. Að auki skal fylgja meginreglunum eins og þeim er lýst í „Technical Guidelines for the estimation of measurement uncertainty and limits of quantification for PCB analysis“ þegar við á ⁽¹⁾.

8. Nothæfiseiginleikar: Viðmiðanir fyrir summu ódíoxínlíkra PCB-efna við hámarksgildi

	Samsætubýrning og massagreining (*)	Önnur tækni
Réttleiki	– 20 til + 20%	– 30 til + 30%
Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i>) (RSD_R)	≤ 15%	≤ 20%
Munur á milli útreiknings á lág- og háreiknigildi	≤ 20%	≤ 20%

(*) Notkun allra sex ¹³C-merkta, hliðstæðu efnanna eins og krafist er í innri stöðlum

9. Skýrslur um niðurstöður

- Styrkur einstakra ódíoxínlíkra PCB-efnamynda og summu ódíoxínlíkra PCB-efna skal koma fram í greiningarniðurstöðum, gefinn upp sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi, til þess að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður þannig að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.

⁽¹⁾ „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry“ [tengill á vefsetur], „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ [tengill á vefsetur].

- 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 efnivið matvæla 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). Að því er varðar 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 útvíkkaðrar mælióvissu þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal einnig gerð grein fyrir þeim 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.
- Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 1881/2006.