

REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (ESB) 2017/771

2017/EES/67/55

frá 3. maí 2017

um breytingu á reglugerð (EB) nr. 152/2009 að því er varðar aðferðir til að ákvarða innihald díoxína og fjöklóraðra bífenýla (*)

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. 152/2009 ⁽²⁾ eru aðferðir til að ákvarða innihald fjöklóraðra díbensó-p-díoxína (PCDD-efna), fjöklóraðra díbensófúrana (PCDF-efna), díoxínlíkra, fjöklóraðra bífenýla (PCB-efna) og ódíoxínlíkra PCB-efna í fóðri.
- 2) Tilvísunarrannsóknarstofa Evrópusambandsins fyrir rannsóknir á díoxínum og PCB-efnum í fóðri og matvælum hefur lagt fram sannanir fyrir því að greiningarniðurstöður varðandi díoxín og PCB-efni séu í vissum tilvikum ekki áreiðanlegar þegar rannsóknarstofur, sem framkvæma greiningu á sýnum sem stjórnendur fóðurfyrirtækja taka í samræmi við reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 183/2005 ⁽³⁾, beita ekki nothæfisviðmiðunum, sem kveðið er á um í B-hluta V. viðauka við reglugerð 152/2009. Því er rétt að gera beitingu nothæfisviðmiðananna skyldubundna við greiningu á sýnum.
- 3) Þar eð sú aðferð 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 ⁽⁴⁾, er ekki lengur notuð við greiningu á díoxíni, fúrani og PCB-efnum í fóðri þykir rétt að fella brott þessa aðferð og halda einungis aðferðinni um útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur um það bil 95% öryggisstig.
- 4) Útbúin hafa verið leiðbeiningarskjöl fyrir mælióvissu og fyrir mat á greiningarmörkum og magngreiningarmörkum. Rétt þykir að vísa til þeirra.
- 5) Í samræmi við kröfur um skýrslugjöf vegna lífgreiningaraðferða til skimunar, sem kveðið er á um í B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009, þykir rétt að kveða einnig á um sértækar kröfur um skýrslugjöf í II. kafla þess hluta vegna eðlisesnafræðilegra aðferða sem á að nota til skimunar.
- 6) 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, sem kveðið er á um í lið 3.3 í III. kafla B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009, 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% fyrir ódíoxínlík PCB-efni.

(*) Þessi ESB-gerð birtist í Stjtið. ESB L 115, 4.5.2017, bls. 22. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 156/2017 frá 22. september 2017 um breytingu á I. viðauka (Heilbrigði dýra og plantna) við EES-samninginn, biður birtingar.

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

(2) Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 152/2009 frá 27. janúar 2009 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með fóðri (Stjtið. ESB L 54, 26.2.2009, bls. 1).

(3) Reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 183/2005 frá 12. janúar 2005 um kröfur varðandi hollustuhætti sem varða fóður (Stjtið. ESB L 35, 8.2.2005, bls. 1).

(4) 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).

- 7) Í ljósi fenginnar reynslu þykir rétt að aðlaga sumar tækniforskriftir, s.s. endurheimtur fyrir samsætumerkta innri staðla, sem kveðið er á um í liðum 7.3 og 7.5 í III. kafla B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009.
- 8) Til að bæta samkvæmni hugtakanotkunar eru enn fremur lagðar til nokkrar aðrar minniháttar breytingar á gildandi ákvæðum sem útheimta að öllum B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 verði skipt út til að viðhalda læsileika textans.
- 9) Því ætti að breyta reglugerð (EB) nr. 152/2009 til samræmis við það.
- 10) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferlið og heilbrigði dýra.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

Ákvæðum B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 er breytt í samræmi við viðaukann við þessa reglugerð.

2. 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 3. maí 2017.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Jean-Claude JUNCKER

forseti.

VIÐAUKI

Í stað „ÁKVÖRÐUN Á INNIHALDI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF) OG PCB-EFNA“ í B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 komi eftirfarandi:

„B. ÁKVÖRÐUN Á INNIHALDI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF) OG PCB-EFNA

I. KAFLI

Sýnatökuaðferðir og túlkun á niðurstöðum greininga

1. Gildissvið og skilgreiningar

Sýni, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með innihaldi fjöklóraðra díbensódíoxína, fjöklóraðra díbensofúrana, díoxínlíkra, fjöklóraðra bifényla⁽¹⁾ og ódíoxínlíkra PCB-efna í fódri, skulu tekin í samræmi við ákvæði I. viðauka. Megindlegum kröfum í tengslum við eftirlit með efnunum eða afurðum, sem eru jafndreifð í öllu fóðrinu, eins og kveðið er á um í lið 5.1. í I. viðauka, skal fullnægt. 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 tilskipun 2002/32/EB.

Í þessum B-hluta gilda skilgreiningarnar sem mælt er fyrir um í I. viðauka við tilskipun 2002/657/EB⁽²⁾.

⁽¹⁾ Tafla yfir eiturjafngildisstuðla (TEF) fyrir PCDD-efni, PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni: 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 | TEF-gildi | Efnamynd | TEF-gildi |
|---|-----------|---|-----------|
| Fjöklórúð díbensódíoxín (PCDD-efni) og fjöklórúð díbensofúrón (PCDF-efni) | | „Díoxínlík“ 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 | 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“ = klórdíbensofúrón, „CB“ = klórbifényl.

⁽²⁾ Ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 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).

Til viðbótar við þessar skilgreiningar gilda eftirfarandi skilgreiningar í þessum B-hluta:

„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 með miklum váhrifum og heilbrigðisáhættu fyrir neytendur. Skimunaraðferðir skulu byggjast á lífgreiningaraðferðum eða gas- og massagreiningaraðferðum. Niðurstöður úr sýnum sem fara yfir þröskuldsgildi, sem er notað til að kanna hvort kröfur um hámarksgildi séu uppfylltar, skulu sannprófaðar með endurgreiningu að fullu á upprunalega sýninu með staðfestingaraðferð.

„Staðfestingaraðferðir“: aðferðir sem veita fullnaðar- eða viðbótarupplýsingar sem gera kleift að sanngreina og mægngreina 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.

2. Samræmi framleiðslueiningar eða framleiðsluhluta við hámarksgildi

2.1. Að því er varðar ódíoxínlík PCB-efni

Framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn er í samræmi við hámarksgildið ef niðurstöður greininga fyrir summu PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180 (hér á eftir nefnd ódíoxínlík PCB-efni) eru ekki hærra en hámarksgildið sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu ⁽¹⁾. Framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn er ekki í samræmi við hámarksgildið, sem mælt er fyrir í tilskipun 2002/32/EB, ef meðaltal tveggja háreiknigilda ⁽²⁾ úr greiningarniðurstöðum, sem fást með tvöfaldri greiningu ⁽³⁾, fer án vafa yfir hámarksgildi, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu, þ.e. greindi styrkurinn, eftir að útvíkkuð mælióvissa hefur verið dregin frá, er notaður til að meta samræmi.

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

2.2. Að því er varðar PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni

Framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn er í samræmi við hámarksgildi ef niðurstöður einnar greiningar,

- sem er framkvæmd með skimunaraðferð þar sem hlutfall sýna, sem er í falssamræmi við kröfur, er undir 5%, sýna 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 tilskipun 2002/32/EB,
- 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 tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu.

(1) 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“ (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en) þegar við á.

(2) Háreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og svarar til mægngreiningarmarkanna. Lágreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og núll. Miðreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og helmingur mægngreiningarmarkanna.

(3) Tvöföld greining: Aðskilin greining á greiniefnum sem eru til mælingar með því að nota annan deiliskammt af sama sýninu sem hefur verið gert einsleitt. Almennt gilda kröfurnar fyrir tvöfalda greiningu sem kveðið er á um í 3. lið kafla C í II. viðauka. Tvöföld greining er hins vegar eingöngu nauðsynleg, að því er varðar aðferðir þar sem ¹³C-merktum innri staðli er beitt fyrir viðkomandi greiniefni, ef niðurstaða fyrstu ákvörðunar uppfyllir ekki tilskildar 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.

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

Framleiðslueiningin eða framleiðsluhlutinn er ekki í samræmi við hámarksgildið, sem mælt er fyrir í tilskipun 2002/32/EB, ef meðaltal tveggja háreiknigilda ⁽¹⁾ úr greiningarniðurstöðum, sem fást með tvöfaldri greiningu ⁽²⁾ með staðfestingaraðferð, fer án vafa yfir hámarksgildi, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu, þ.e. greindi styrkurinn, eftir að útvíkkuð mælióvissa hefur verið dregin frá, er notaður til að meta samræmi.

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

Summan af áætlaðri, útvíkkaðri mælióvissu fyrir einstakar niðurstöður greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum skal notuð 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.

3. Niðurstöður yfir aðgerðarmörkum eins og mælt er fyrir um í II. viðauka við tilskipun 2002/32/EB

Nota má aðgerðarmörk sem tæki til að velja sýni í tilvikum þar sem nauðsynlegt er 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 er viðeigandi að staðfesta að farið hefur verið yfir aðgerðarmörkin með tvöfaldri greiningu með staðfestingaraðferð og að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu ⁽³⁾.

II. KAFLI

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

1. Gildissvið

Kröfurnar, sem eru settar fram í þessum kafla, gilda þegar fóður er efnagreint í tengslum við opinbert eftirlit með innihaldi 2,3,7,8-útskiptra PCDD/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna, og að því er varðar undirbúning sýna og greiningarkröfur í öðru eftirlitsskyni, þ.m.t. eftirlit sem stjórnandi fóðurfyrirtækis framkvæmir til að tryggja að farið sé að ákvæðum reglugerðar Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 183/2005 ⁽⁴⁾.

⁽¹⁾ Háreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvernar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og svarar til magngreiningarmarkanna. Lágreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvernar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og núll. Miðreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvernar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.

⁽²⁾ Almennt gilda kröfurnar fyrir tvöfalda greiningu sem kveðið er á um í 2. lið kafla C í II. viðauka. Tvöföld greining er hins vegar eingöngu nauðsynleg, að því er varðar staðfestingaraðferðir þar sem ¹³C-merktum innri staðli er beitt fyrir viðkomandi greiniefni, ef niðurstaða fyrstu ákvörðunar uppfyllir ekki tilskildar kröfur. Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slysi. Ef greining er gerð vegna mengunartviks má sleppa staðfestingu með tvöfaldri greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunartvikið og ef greint magn er umtalsvert yfir hámarksgildi.

⁽³⁾ Fyrir tvöfalda greiningu til eftirlits með aðgerðarmörkum gildir sama skýring og sömu kröfur og um hámarksgildi í 2. nmgr. hér að ofan.

⁽⁴⁾ Reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 183/2005 frá 12. janúar 2005 um kröfur varðandi hollustuhætti sem varða fóður (Stjtíð. ESB L 35, 8.2.2005, bls. 1).

Vakta má tilvist PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í fóðri 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 tryggja kostnaðarhagkvæmni og mikil afköst og þar með auka möguleikann á að uppgötva ný atvik með miklum váhrifum og 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, skal ákvarða eða staðfesta með staðfestingaraðferð.

Að auki geta skimunaraðferðir gefið vísbandingu um magn PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýninu. Ef notast er við lífgreiningaraðferðir til skimunar eru niðurstöðurnar gefnar sem lífgreiningarfjngildi (BEQ) en ef notast er við eðlisefnafraðilegar 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 vísbandingu 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 fóðureftirlit, eftirlit með tímaleitni, mat á váhrifum 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 (sjá neðanmálsgrein 1 í I. kafla), og síðan eru gildin lögð saman til að finna heildarstyrk díoxínlíkra efnasambanda sem er gefinn upp sem eiturjafngildi.

Að því er varðar þennan B-hluta eru viðurkennd sértæk magngreiningarmörk einstakra efnamynda 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 díoxín s 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 mælisvörun 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 óunnum gögnum, eða

- b) ef útreikningur á hlutfalli milli merkis og suðs veitir ekki áreiðanlegar niðurstöður af tæknilegum ástæðum, 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. Magngreiningarmörkin eru reiknuð út frá lægsta styrkleikapunktinum með tilliti til endurheimtar innri staðla og sýnastærð.

Niðurstöður lífgreiningaraðferða til skimunar eru ekki í efnamynd og einungis vísbending ⁽¹⁾ um eiturfjafngildi, gefið upp sem lífgreiningarfjafngildi, til að staðfesta að hugsanlega eru það ekki öll efnasamböndin í sýnisútdrætti sem gefa svörun í prófun sem uppfylla forsendur meginreglunnar um eiturfjafngildi.

Skimunar- og staðfestingaraðferðum má einungis beita til eftirlits með tilteknum sýnaefnivið svo fremi að næmi aðferðanna sé nægilegt til þess að greina með áreiðanlegum hætti innihald við aðgerðarmörk eða hámarksgildi.

3. Kröfur varðandi gæðatryggingu

- 3.1. Gera verður ráðstafanir til að varna því að víxlmengun eigi sér stað á sérhverju stigi við sýnatöku og greiningu.
- 3.2. Sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólýprópýlen- eða pólýetýlenílátum 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 sýnislátinu.
- 3.3. Geymsla og flutningur sýnisins skal vera þannig að fódursýnið haldist óbreytt.
- 3.4. 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.
- 3.5. Hafa skal eftirlit með prófefnum, glervöru og búnaði sem gætu hugsanlega haft áhrif á niðurstöður sem byggjast á eiturfjafngildi og lífgreiningarfjafngildi.
- 3.6. Greining á blanksýni skal gerð með því að láta allt greiningarferlið fara fram en sleppa sýninu einu.
- 3.7. Þegar um lífgreiningaraðferðir er að ræða skal 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 eða hitameðhöndla hana á því hitastigi sem hentar til að fjarlægja snefilmagn PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra efnasambanda og truflandi efnasambanda af yfirborði hennar.
- 3.8. 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 aðgerðarmark.
- 3.9. Þær sértæku verklagsreglur um undirbúning sýna, sem eru notaðar vegna varanna sem hér er um að ræða, skulu fylgja alþjóðlega viðurkenndum viðmiðunarreglum.

4. Kröfur sem varða rannsóknarstofur

- 4.1. 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 ⁽²⁾.

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

⁽²⁾ „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry“ (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en), „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food“ (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en).

- 4.2. Hæfni rannsóknarstofa er staðfest hafi þær tekið samfelldan og árangursríkan þátt í fjölsetra rannsóknum við ákvörðun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnaefnivið fóðurs og á viðkomandi styrkbilum.
- 4.3. Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina, hvort tveggja til gæðaeftirlits og til staðfestingar á niðurstöðum úr greiningu grunsamlegra sýna.
5. **Grunnkröfur, sem uppfylla skal við efnagreiningar á díoxínnum (PCDD-/PCDF-efnum) og díoxínlíkum 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 eitruðri efnamyndum díoxínlíkra PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal neðri hluti mælisviðsins ná lágum styrkbilum á stærðarþrepinu píkógramm (10^{-12} g). Fyrir allar aðrar efnamyndir PCB-efna nægir að magngreiningarmörkin séu á stærðarþrepinu nanógramm (10^{-9} g).

- 5.2. *Mikil valvísi (sérvirkni)*

- 5.2.1 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 hærri en styrkur greiniefnanna sem eru til mælinga. Fyrir gas-/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.
- 5.2.2 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.

- 5.3. *Mikil nákvæmni (réttleiki og samkvæmni, sýndarendurheimt í lífgreiningu)*

- 5.3.1 Ákvörðunin skal veita fullnægjandi mat á raunverulegum styrk í sýni í gas- og massagreiningum. Mikil nákvæmni 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).
- 5.3.2 Sýndarendurheimt í lífgreiningu skal ákvörðuð fyrir lífgreiningaraðferðir. Sýndarendurheimt í lífgreiningu er 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 og PCDF-efnum og díoxínlíkum efnasamböndum á útdráttar- og hreinsunarstigi, efnasambönd sem eru dregin út með þeim og auka eða minnka svörun (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 þann styrk sem mælingar miðast við.

- 5.4. *Fullgilding á styrkbili hámarksgildis og almennar gæðaeftirlitsráðstafanir*

- 5.4.1 Sýna skal á rannsóknarstofum fram á nothæfi aðferðar, innan ramma fullgildingar og við reglulega greiningu, við hámarksgildi, t.d. 0,5 sinnum, 1 sinni og 2 sinnum hámarksgildi með viðunandi fráviksstuðli við endurtekna greiningu.

5.4.2 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.

5.5. *Magngreiningarmörk*

5.5.1 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. 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 markefnasambandanna er í kringum tilskilinn lágmarksstyrk en ekki út frá hlutfalli milli merkis og suðs eða blanksýni greiningarinnar.

5.5.2 Magngreiningarmörk fyrir staðfestingaraðferð skulu vera u.þ.b. fimmtungur af hámarksgildi.

5.6. *Greiningarviðmiðanir*

Til þess að niðurstöður úr staðfestingar- eða skimunaraðferðum verði áreiðanlegar skal uppfylla eftirfarandi viðmiðanir fyrir eiturjafngildi eða lífgreiningarjafngildi við hámarksgildi, eftir því sem við á, hvort sem það er ákvarðað sem samanlögð eiturjafngildi eða samanlögð 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 eðlisefnafræðilegum aðferðum | Staðfestingaraðferðir |
|---|--|-----------------------|
| Falssamræmishlutfall (*) | < 5% | |
| Réttleiki | | – 20% til + 20% |
| Endurtekningarnákvæmni (RSD _r) | < 20% | |
| Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i>) (RSD _R) | < 25% | < 15% |

(*) Að því er varðar hámarksgildi.

5.7. *Sértækar kröfur varðandi aðferðir til skimunar*

5.7.1 Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningu og lífgreiningaraðferðir. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðirnar skal uppfylla kröfurnar sem mælt er fyrir um í 6. lið. Mælt er fyrir um sértækar kröfur, að því er varðar aðferðir til lífgreiningar á frumum, í 7. lið.

5.7.2 Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina.

5.7.3 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.

5.7.4 Eftirlit með hugsanlegri bælingu á frumusvörun og með frumueiturhrifum:

Við reglubundna skimun skal mæla 20% sýnisútdráttanna, með og án þess að bæta 2,3,7,8-tetraklórðibensó-p-díoxíni við sem samsvarar hámarksgildi eða aðgerðarmörkum, til að sannreyna hvort truflandi efni í sýnisútdráttinum bæli hugsanlega svörunina. Mældur styrkur íbætta sýnisins skal borinn saman við summuna af styrk óbætta 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.

5.7.5 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.

5.7.6 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 sýnaefniviði/sýnaefnivíðarhóp 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 efnamyndamynstur 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.

5.7.7 Ávallt skal sannprófa sýni úr skimun, sem eru hugsanlega ekki í samræmi við kröfur, með endurgreiningu að fullu á upprunalega sýninu með staðfestingargreiningu Einnig má nota má þessi sýni til að meta hlutfall niðurstaðna sem eru í falsósamræmi við kröfur. Að því er varðar skimunaraðferðir 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 sýnið væri hugsanlega ekki í samræmi við kröfur. Mat á hagkvæmni skimunaraðferðarinnar skal 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.

5.7.8 Með lífgreiningaraðferðum skal við fullgildingarskilyrði vera unnt að gefa gilda vísbendingu um eiturfjafngildið, reiknað og gefið upp sem lífgreiningarfjafngildi.

Varðandi lífgreiningaraðferðir, sem eru notaðar við endurtekin skilyrði, er hlutfallslegt staðalfrávik við innanstofuskilyrði (RSD_r) almennt minna en hlutfallslegt staðalfrávik við samanburðarnákvæm skilyrði (RSD_R).

6. **SÉRKRÖFUR varðandi aðferðir með gas- og massagreiningu með mikilli upplausn sem uppfylla verður í tengslum við skimun og staðfestingu**

6.1. *Ásættanlegur mismunur milli niðurstaðna er varða há- og lágreiknigildi eiturfjafngilda Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar (WHO-TEQ)*

Mismunurinn á há- og lágreiknigildi skal ekki vera meiri en 20% fyrir staðfestingu á því hvort farið hafi verið yfir hámarksgildi eða, ef þörf krefur, aðgerðarmörk.

6.2. Eftirlit með endurheimtum

- 6.2.1 Bæta skal 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 skal 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 sautján ¹³C-merktu PCDD-/PCDF-efnin, með sethópi í 2,3,7,8-stöðu, og öll tólf ¹³C-merktu díoxínlíku PCB-efnin sem innri staðla.
- 6.2.2 Einnig skal, með því að nota viðeigandi kvörðunarlausnir, ákvarða hlutfallslega svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu ¹³C-merktu, hliðstæðu efni er bætt við.
- 6.2.3 Fyrir fóður bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem inniheldur minna en 10% fitu, er skylt að bæta innri stöðlunum við áður en útdráttur fer fram. Fyrir fóður úr dýraríkinu, sem inniheldur meira en 10% fitu, skal bæta innri stöðlunum við, annaðhvort áður eða eftir að fita hefur verið dregin út. Skilvirkni útdrattarins skal staðfest á viðeigandi hátt eftir því á hvaða stigi innri stöðlum er bætt við.
- 6.2.4 Fyrir gas- eða massagreiningu verður að bæta við einum eða tveimur endurheimtarstöðlum (staðgöngustöðlum).
- 6.2.5 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 díbensófúrön, með því skilyrði að hlutfeld þeirra í eiturjafngildinu fari ekki yfir 10% af samanlögðum eiturjafngildum (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 vera < 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. Sértaekar 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 dótturjón, að því er varðar öll merkt og ómerkt greiniefni sem rannsóknin nær yfir.

Hæstu leyfilegu vikmörk fyrir hlutfallsstyrk jóna sem er $\pm 15\%$ fyrir valdar umskiptadótturjónir í samburði 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 stillt þannig að hún sé jöfn eða meiri en massaeiningarupplausn (e. *unit mass resolution*) (massaeiningarupplausn: nægileg upplausn til að aðskilja tvö toppgildi með einni massaeiningu) 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. Sértekur kröfur varðandi lífgreiningaraðferðir

„Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frumumiðaðar greiningar, viðtakagreiningar eða ónæmismælingar, sem byggjast á líffræðilegum meginreglum. Í þessum 7. 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 viðkomandi aðgerðarmarka sem þröskuldsgildi.

Ef leiðbeinandi gildi er gefið upp sem lífgreiningarjafngildi skulu niðurstöður fyrir sýni vera 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 (tilkynningarmörk) skal fastsettur 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 hærra en 15% á því styrkbili. Mælisviðið skal fastsett við fullgildingu. Þröskuldsgildi (sbr. lið 7.3) þurfa að liggja vel innan mælisviðsins.

— Staðallausnir og sýnisútdrætti skal prófa þrisvar eða a.m.k. tvisvar. Þegar prófað er tvöfalt skal staðallausn eða viðmiðunarútdrættarlausn, 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 skal innihald í sýnum með samanburði á svörun úr prófun við kvörðunarferil fyrir 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 R^2 -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 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 mælt er fyrir um 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 7.2.4): eitt sýnaefniviðarblanksýni plús þrjú viðmiðunarsýni sem eru 0,5 sinnum, 1,0 sinni og 2,0 sinnum hámarksgildi eða aðgerðarmörk og þar með er leiðréttungu 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 aðgerðarmarkna 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 í kringum 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 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 PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna þennan breytileik og skulu vera á bilinu 30–130%. Ef verulegar breytingar eru gerðar á TEF-gildum fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni í löggjöf Sambandsins er nauðsynlegt að endurskoða þessi styrkbil.

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

7.1.5 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.

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 skal tillit til áhrifa útdráttar og hreinsunar. Tilkynningarmörk þurfa að vera fastsett yfir blanksýnum aðferðarinnar, a.m.k. með stuðlinum þremur.

7.2. Notkun viðmiðunarsýna

7.2.1 Viðmiðunarsýni skulu endurspegla sýnaefnivið, efnamyndamynstur og styrkbil fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni í kringum hámarksgildi eða aðgerðarmörk.

7.2.2 Í hverri prófunarröð skulu vera blanksýni sýnaefniviðar og, ef það er ekki mögulegt, blanksýni aðferðarinnar, og viðmiðunarsýni við hámarksgildi eða aðgerðarmörk. 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.

7.2.3 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.

7.2.4 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 sinnum, 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 samræmi við lið 7.2.2.

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 við á, 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.

Reikna má þröskuldsgildið (gefið upp sem lífgreiningarjafngildi) með einni af aðferðunum sem settar eru fram í liðum 7.3.1, 7.3.2 og 7.3.3 (sjá mynd 1). $1/n$

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 ($\alpha = 5\%$, $f = \text{frítölur}$, 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 |

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

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:

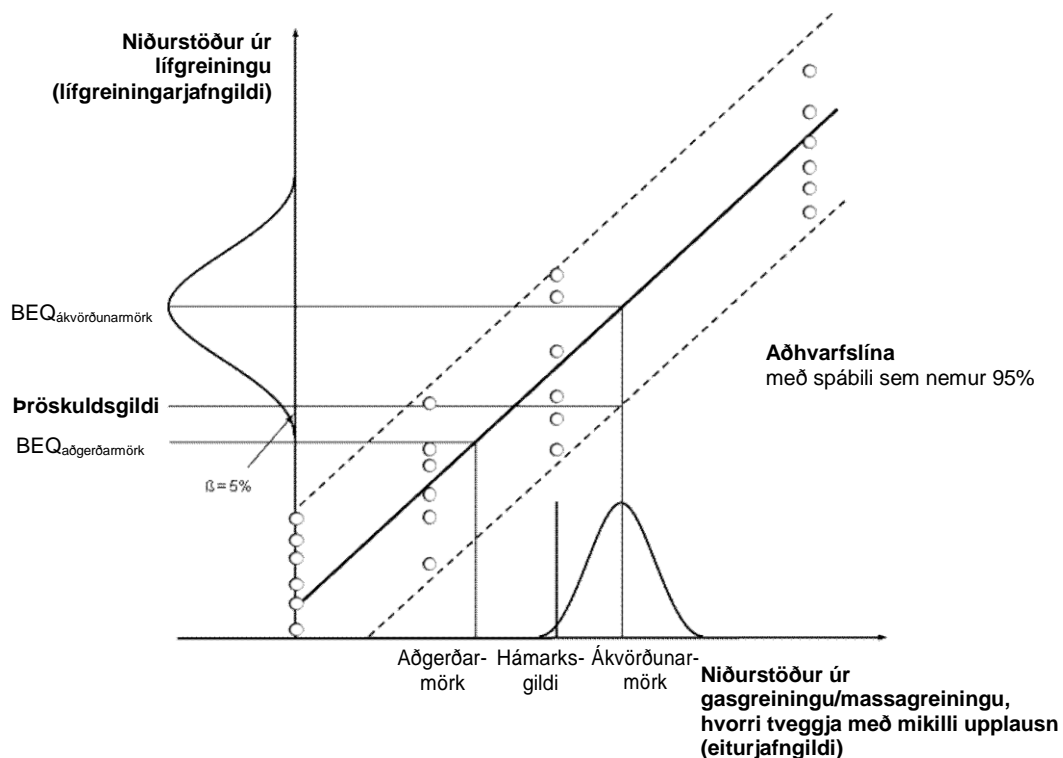
SD_R staðalfrávik niðurstaðna úr lífgreiningu við BEQ_{DL} , mælt við samanburðarnákvæm innanstofuskilyrði

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, á grundvelli þeirrar athugunar að gildi þetta er oftast í kringum þröskuldsgildi, sem er ákvarðað samkvæmt lið 7.3.1 eða 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 fullgildinguna 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 óþekktri 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

- 7.4.1 Þar eð ekki er unnt að nota innri staðla í lífgreiningaraðferðum skal gera prófanir á endurtekningarnákvæmni lífgreiningaraðferða 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.
- 7.4.2 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).
- 7.4.3 Skilgreina skal markefnasambönd, hugsanlegar truflanir og viðunandi hámarksgildi fyrir blanksýni.
- 7.4.4 Hundradshlutfall staðalfráviks í svörum eða styrk, sem reiknast út frá svöruninni (eingöngu hægt á mælisviði) í þrefaldri ákvörðun sýnisútdráttar, skal ekki vera yfir 15%.
- 7.4.5 Nota skal óleiðrættar niðurstöður úr viðmiðunarsýninu eða -sýnunum, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (blanksýni og við hámarksgildi eða aðgerðarmörk), til að meta nothæfi lífgreiningaraðferðarinnar á föstu tímabili.
- 7.4.6 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 eftirlit með blanksýnum aðferðarinnar til að koma í veg fyrir niðurstöður, sem eru í falssamræmi við kröfur, þegar blanksýnin eru dregin frá.

- 7.4.7 Niðurstöðum staðfestingaraðferða 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 lífgreiningar- og eiturjafngilda. Gagnasafn þetta má nota til að endurmeta þröskuldsgildi sem gilda fyrir reglubundin sýni úr fullgiltum sýnaefniviði.
- 7.4.8 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.
- 7.4.9 Í mengunaratvikum má endurmeta þröskuldsgildin til að endurspeglar tiltekinn sýnaefnivið og efnamyndamynstur viðkomandi atviks.

8. Skýrslur um niðurstöður

8.1. Staðfestingaraðferðir

- 8.1.1 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.
- 8.1.2 Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.
- 8.1.3 Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í lið 6.2.5, ef þær eru hærrí en hámarksgildið (í því tilviki endurheimt einnar af tveimur tvöföldum greiningum), svo og ef eftir því er leitað.
- 8.1.4 Þar eð taka skal tillit til útvíkkaðrar mælióvissu þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal 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.
- 8.1.5 Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með a.m.k. sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB.

8.2. Lífgreiningaraðferðir til skimunar

- 8.2.1 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 (séu „grunsamlegar“).
- 8.2.2 Þar að auki má tilgreina leiðbeinandi niðurstöðu fyrir PCDD-/PCDF-efni og/eða díoxínlík PCB-efni, gefin upp sem lífgreiningarjafngildi en ekki eiturjafngildi.
- 8.2.3 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.
- 8.2.4 Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni hámarksgildið eða aðgerðarmörkin sem matið grundvallast á.
- 8.2.5 Í skýrslunni skal koma fram gerð prófunar sem notuð var, grundvallarregla hennar og tegund kvörðunar.

- 8.2.6 Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.
- 8.2.7 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.
- 8.2.8 Niðurstöður sem ekki eru í samræmi við kröfur skulu aðeins gefnar upp eftir staðfestingargreiningu.
- 8.3. *Eðlisefnafræðilegar skimunaraðferðir*
- 8.3.1 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“).
- 8.3.2 Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni hámarksgildið eða aðgerðarmörkin sem matið grundvallast á.
- 8.3.3 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 tilskipun 2002/32/EB.
- 8.3.4 Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í lið 6.2.5, ef þær eru hærri en hámarksgildið (í því tilviki endurheimt einnar af tveimur tvöföldum greiningum), svo og ef eftir því er leitað.
- 8.3.5 Gas- og massagreiningaraðferð, sem notuð er, skal koma fram í skýrslunni.
- 8.3.6 Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.
- 8.3.7 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.
- 8.3.8 Einungis er hægt að ákvarða ósamræmi við kröfur eftir staðfestingargreiningu.

III. KAFLI

Undirbúningur sýna og kröfur varðandi greiningaraðferðir sem eru notaðar við opinbert eftirlit með innihaldi díoxínlíkra PCB-efna í fóðri

1. **Gildissvið**

Kröfurnar, sem eru settar fram í þessum kafla, gilda þegar fóður er efnagreint 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 fóðurfyrirtækis framkvæmir til að tryggja að farið sé að ákvæðum í reglugerð (EB) nr. 183/2005.

2. **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.

3. **Sanngreining og staðfesting greiniefna sem eru til mælinga**

- 3.1. Hlutfallslegur endurnýjunartími með tilliti til innri staðla eða viðmiðunarstaðla (leyfilegt frávik sem nemur +/- 0,25%).
- 3.2. Aðgreining, með gasgreiningu, á ódíoxínlíkum PCB-efnum frá truflandi efnum, sérstaklega PCB-efnum sem skolest út samtímis, einkum þegar innihald sýnanna er í námunda við lögfest mörk og staðfesta verður að þau séu í ósamræmi við mörkin ⁽¹⁾.
- 3.3. Kröfur varðandi gas- og massagreiningu:

Vöktun á a.m.k. eftirtöldum fjölda sameindajóna eða einkennandi jóna úr sameindaklasanum:

- a) tveimur tilteknum jónum fyrir massagreiningu með mikilli upplausn,
- b) þremur tilteknum jónum fyrir massagreiningu með lítilli upplausn,
- c) 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: $\pm 15\%$

- 3.4. Kröfur varðandi gasgreiningu/greiningu með rafeindahremmingu

Staðfesta skal niðurstöður, sem fara yfir hámarksgildi, með tveimur GC-súlum með stöðufösum með mismunandi skautun.

4. **Sýnt fram á nothæfi aðferðarinnar**

Nothæfi aðferðarinnar skal fullgilt við hámarksgildi (0,5 til 2 sinnum hámarksgildi), með viðunandi fráviksstuðli fyrir endurtekna greiningu (sjá kröfur varðandi samkvæmni innan stofu (e. *intermediate precision*) í 9. lið).

5. **Magngreiningarmörk**

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

6. **Gæðastjórnun**

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

7. **Eftirlit með endurheimtum**

- 7.1. Nota skal viðeigandi innri staðla með eðlisefnafræðilegum eiginleikum sem eru sambærilegir við greiniefnin sem eru til mælinga.

⁽¹⁾ Efnamyndir, sem skolest 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“ (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en) 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.

7.2. Viðbót innri staðla:

Viðbót við vörur (á undan útdrætti og hreinsunarferli),

7.3. Kröfur varðandi aðferðir þar sem allar samsætumerktu ódfoxínlíku PCB-efnamyndirnar sex eru notaðar:

- a) niðurstöður skulu leiðréttar fyrir endurheimtur innri staðla,
- b) endurheimtur fyrir samsætumerkta innri staðla skulu vera á bilinu 60–120%,
- c) Minni eða meiri endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir með minna en 10% hlutdeild í summu ódfoxínlíkra PCB-efna eru viðunandi.

7.4. Kröfur varðandi aðferðir sem ekki nota alla sex samsætumerktu innri staðlana eða aðra innri staðla:

- a) hafa skal eftirlit með endurheimt innri staðals eða staðla fyrir hvert sýni,
- b) endurheimtur innri staðals eða staðla skulu vera á bilinu 60–120%,
- c) niðurstöður skulu leiðréttar fyrir endurheimtur innri staðla.

7.5. Endurheimtur ómerktra efnamynda skal prófa með íbættum sýnum eða gæðaeftirlitssýnum við hámarksgildi. Endurheimtur fyrir þessar efnamyndir skulu teljast ásættanlegar á bilinu 60–120%.

8. **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⁾.

9. **Nothæfiseiginleikar: viðmiðanir fyrir summu ódfoxínlíkra PCB-efna við hámarksgildi**

| | Samsætubýrning og massagreining ⁽¹⁾ | Önnur tækni |
|---|--|----------------|
| Réttleiki | – 20 til + 20% | – 30 til + 30% |
| Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i>) (RSD %) | ≤ 15% | ≤ 20% |
| Munur á milli útreiknings á há- og lágreiknigildi | ≤ 20% | ≤ 20% |

⁽¹⁾ Notkun allra sex ¹³C-merkta, hliðstæðu efnanna eins og krafist er í innri stöðlum.

10. **Skýrslur um niðurstöður**

10.1. Styrkur einstakra ódfoxínlíkra PCB-efna og summu þeirra PCB-efnamynda 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⁾ Gildandi kröfur byggjast á eiturjafngildisstuðlunum sem eru birtir í: M. Van den Berg et al., Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).

- 10.2. Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCB-efna.
 - 10.3. Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í 7. lið, ef þær eru hærrí en hámarksgildið, svo og ef eftir því er leitað.
 - 10.4. 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.
 - 10.5. Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með a.m.k. sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB.“
-