

EØS-ORGANER

EØS-KOMITEEN

KOMMISJONSDIREKTIV 2002/70/EF

2005/EØS/16/01

av 26. juli 2002

om fastsettelse av krav til bestemmelse av innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB i fôrvarer(*)

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE FELLESKAP HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fellesskap,

under henvisning til rådsdirektiv 70/373/EØF av 20. juli 1970 om innføring av prøvetakings- og analysemetoder i Fellesskapet i forbindelse med offentlig kontroll av fôrvarer⁽¹⁾, sist endret ved tiltredelsesakten for Østerrike, Finland og Sverige, særlig artikkel 2, og

ut fra følgende betraktninger:

- 1) Ved rådsdirektiv 1999/29/EF av 22. april 1999 om uønskede stoffer og produkter i fôrvarer⁽²⁾, sist endret ved direktiv 2001/102/EF⁽³⁾, fastsettes grenseverdier for dioksiner og furaner i en rekke fôrmidler og fôrvarer.
- 2) Det er nødvendig å fastsette krav som analysemetodene skal oppfylle for å sikre at laboratoriene bruker analysemetoder med samme ytelsesnivå.
- 3) Bestemmelsene om prøvetaking og analysemetoder er utarbeidet på grunnlag av nåværende kunnskap, og vil kunne tilpasses for å ta hensyn til den vitenskapelige og tekniske utvikling.
- 4) Bestemmelsene i dette direktiv gjelder bare analyse av dioksiner og dioksinlignende PCB med henblikk på gjennomføringen av direktiv 2001/102/EF om endring av direktiv 1999/29/EF om uønskede stoffer og produkter i fôrvarer.
- 5) Det bør brukes en aktiv strategi for å skaffe omfattende og pålitelige data om forekomsten av dioksinlignende PCB i fôrmidler og fôrvarer. Det bør derfor fastsettes krav til de analysemetodene som skal brukes til å bestemme innholdet av dioksinlignende PCB i fôrmidler og fôrvarer.
- 6) En screening-metode med dokumentert og allment anerkjent validering og høy kapasitet kan benyttes til å velge ut prøver med betydelig dioksininnhold. Dioksininnholdet i disse prøvene må deretter bestemmes

ved hjelp av en bekreftende analysemetode. Det bør derfor fastsettes krav til de bekreftende analysemetodene og til screening-metoden.

- 7) Tiltakene fastsatt i dette direktiv er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmiddelkjeden og dyrehelsen —

VEDTATT DETTE DIREKTIV:

Artikkel 1

Medlemsstatene skal sikre at prøvetaking til offentlig kontroll av innholdet av dioksiner og furaner og bestemmelse av innholdet av dioksinlignende PCB i fôrvarer, utføres i samsvar med metodene beskrevet i vedlegg I.

Artikkel 2

Medlemsstatene skal sikre at tilberedningen av prøver og analysemetodene som brukes til offentlig kontroll av innholdet av dioksiner og furaner og bestemmelsen av innholdet av dioksinlignende PCB i fôrvarer, oppfyller kriteriene beskrevet i vedlegg II.

Artikkel 3

Medlemsstatene skal innen 28. februar 2003 sette i kraft de lover og forskrifter som er nødvendige for å etterkomme dette direktiv. De skal umiddelbart underrette Kommisjonen om dette.

Disse bestemmelsene skal, når de vedtas av medlemsstatene, inneholde en henvisning til dette direktiv, eller det skal vises til direktivet når de kunngjøres. Nærmere regler for henvisningen fastsettes av medlemsstatene.

Artikkel 4

Dette direktiv trer i kraft den 20. dag etter at det er kunngjort i *De Europeiske Fellesskaps Tidende*.

(*) Denne fellesskapsrettsakten, kunngjort i EFT L 209 av 6.8.2002, s. 15, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 39/2003 av 16. mai 2003 om endring av EØS-avtalens vedlegg I (Veterinære og plantesanitære forhold), se *EØS-tillegget til Den europeiske unions tidende* nr. 39 av 31.7.2003, s. 1.

⁽¹⁾ EFT L 170 av 3.8.1970, s. 2.

⁽²⁾ EFT L 115 av 4.5.1999, s. 32.

⁽³⁾ EFT L 6 av 10.1.2002, s. 45.

Artikkel 5

Dette direktiv er rettet til medlemsstatene.

Utferdiget i Brussel, 26. juli 2002.

For Kommisjonen

David Byrne

Medlem av Kommisjonen

VEDLEGG I

PRØVETAKINGSMETODER FOR OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG BESTEMMELSE AV INNHOLDET AV DIOKSINLIGNENDE PCB I VISSE FØRVARER**1. Formål og virkeområde**

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner (PCDD/PCDF) i førvarer samt bestemmelse av innholdet av dioksinlignende PCB⁽¹⁾ i førvarer, skal tas i samsvar med bestemmelsene i kommisjonsdirektiv 76/371/EØF av 1. mars 1976 om fastsettelse av prøvetakingsmetoder i Fellesskapet i forbindelse med offentlig kontroll av førvarer⁽²⁾. Samleprøvene som da oppnås, skal anses som representative for de partiene eller delpartiene de er tatt fra. På grunnlag av innholdet som er funnet i laboratorieprøvene, skal det fastslås om grenseverdiene fastsatt i direktiv 1999/29/EF er oppfylt.

2. Partiets eller delpartiets samsvar med spesifikasjonen

Kontrolllaboratoriet skal analysere laboratorieprøven for håndhevingsformål ved en ny analyse dersom resultatet av den første analysen ligger mindre enn 20 % under grenseverdien eller overskrider den, og beregne gjennomsnittet av resultatene. Partiet godkjennes dersom resultatet av den første analysen ligger mer enn 20 % under grenseverdien, eller i tilfeller der det har vært nødvendig med to analyser, dersom gjennomsnittsverdien ikke overskrider grenseverdien fastsatt i direktiv 1999/29/EF.

⁽¹⁾ Tabell over WHO's toksisitetsekvivalensfaktorer (TEF) for vurdering av risikoen for mennesker på grunnlag av konklusjonene fra Verdens helseorganisasjons møte i Stockholm, Sverige, 15.-18. juni 1997 (Van den Berg et al., (1998): Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775).

Forbindelse	TEF-verdi	Forbindelse	TEF-verdi
Dibenzo-p-dioksiner (PCDD)		«Dioksinlignende» PCB: Non-orto PCB + Mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDD	1	Non-orto PCB	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibenzofuraner (PCDF)		Mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Forkortelser som er brukt: T = tetra; Pe = penta; Hx = heksa; Hp = hepta; O = okta; CDD = klordibenzo-p-dioksin; CDF = klordibenzofuran; CB = klorbifenyli.

⁽²⁾ EFT L 102 av 15.4.1976, s. 1.

VEDLEGG II

TILBEREDNING AV PRØVER OG KRAV TIL ANALYSEMETODER TIL BRUK VED OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG BESTEMMELSE AV INNHOLDET AV DIOKSINLIGNENDE PCB I VISSE FØRVARER**1. Formål og virkeområde**

Disse kravene skal anvendes ved analyse av føremidler og førvarer med sikte på å bestemme innholdet av dioksiner (polyklorerte dibenzo-p-dioksiner (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF)) samt dioksinlignende polyklorerte bifenyler (PCB).

Forekomsten av dioksiner i førvarer kan overvåkes ved hjelp av en strategi der det brukes en screening-metode til å velge ut prøver med et innhold av dioksiner og dioksinlignende PCB som enten ligger mindre enn 30-40 % under det aktuelle nivå, eller som overskrider det. Dioksininnholdet i disse prøvene må bestemmes og/eller bekrefte ved en bekreftelsesmetode.

Screening-metoder er metoder som brukes til å påvise forekomst av dioksiner og dioksinlignende PCB på det aktuelle nivå. Metodene har høy kapasitet for behandling av prøver, og brukes til å undersøke store mengder prøver for å skille ut dem som kan vise seg å være positive. De er utformet spesielt for å unngå falske negative resultater.

Bekreftelsesmetoder er metoder som gir fullstendige opplysninger eller tilleggsopplysninger, slik at dioksiner og dioksinlignende PCB kan identifiseres og mengdebestemmes på det aktuelle nivå på en entydig måte.

2. Bakgrunn

Siden prøver fra miljøet og biologisk prøvemateriale (herunder prøver av føremidler/førvarer) vanligvis inneholder komplekse blandinger av forskjellige dioksinforbindelser, er begrepet «toksisitetsekvivalensfaktorer» (TEF) blitt utviklet for å forenkle risikovurderingen. Disse toksisitetsekvivalensfaktorene er blitt utarbeidet for å uttrykke konsentrasjoner av blandinger av 2,3,7,8-substituerte PCDD-er og PCDF-er, og i den senere tid noen non-orto- og mono-orto-klorsubstituerte PCB-er med dioksinlignende virkning, i toksisitetsekvivalenter (TEQ) av 2,3,7,8-TCDD (se fotnote 1 i vedlegg I).

Konsentrasjonene av de enkelte stoffene i en gitt prøve multipliseres med sine respektive TEF-er, og summen av disse verdiene gir den samlede konsentrasjon av dioksinlignende forbindelser, uttrykt i TEQ.

Begrepet «øvre konsentrasjon» innebærer at bidraget til TEQ fra hver forbindelse som ligger under bestemmelsesgrensen, settes lik verdien for bestemmelsesgrensen.

Begrepet «nedre konsentrasjon» innebærer at bidraget til TEQ fra hver forbindelse som ligger under bestemmelsesgrensen, settes lik null.

Begrepet «mellomkonsentrasjon» innebærer at bidraget til TEQ fra hver forbindelse som ligger under bestemmelsesgrensen, settes lik halvparten av verdien for bestemmelsesgrensen.

3. Krav til kvalitetssikring ved tilberedning av prøver

De alminnelige bestemmelsene om tilberedning av prøver for analyse som fastsatt i vedlegget til kommisjons direktiv 81/680/EØF av 30. juli 1981 om endring av direktiv 71/250/EØF, 71/393/EØF, 72/199/EØF, 73/46/EØF, 74/203/EØF, 75/84/EØF, 76/372/EØF og 78/633/EØF om fastsettelse av analysemetoder i Fellesskapet i forbindelse med offentlig kontroll av førvarer⁽¹⁾, får anvendelse.

Dessuten må følgende krav oppfylles:

- Prøvene må oppbevares og transporteres i beholdere av glass, aluminium, polypropylen eller polyetylen. Spor av papirstøv må fjernes fra prøvebeholderen. Glassvarer bør skylles med løsemidler som på forhånd er kontrollert for forekomst av dioksiner.
- Det skal utføres et blindforsøk ved at hele analysemetoden følges og bare prøven utelates.
- Vekten av prøven som ekstraheres, må være tilstrekkelig til å oppfylle kravene til følsomhet.

4. Krav til laboratoriene

- Laboratoriene skal dokumentere en metodes yteevne innenfor området for det aktuelle nivå, for eksempel 0,5, 1 og 2 ganger det aktuelle nivå, med en akseptabel variasjonskoeffisient for gjentatte analyser. Se nr. 5 for nærmere opplysninger om godkjenningskriterier.
- Bestemmelsesgrensen for en bekreftelsesmetode skal ligge innenfor cirka en femdel av det aktuelle nivå, for å sikre akseptable variasjonskoeffisienter innenfor området for det aktuelle nivå.

⁽¹⁾ EFT L 246 av 29.8.1981, s. 32.

- Som interne kvalitetskontrolltiltak bør det foretas jevnlige blindkontroller og tilsetningseksperimenter eller analyser av kontrollprøver (om mulig helst med sertifisert referansemateriale).
- Vellykket deltakelse i undersøkelser foretatt ved flere laboratorier der laboratorienes egnethet vurderes, er den beste måten å bevise laboratoriets kompetanse med hensyn til bestemte analyser på. Vellykket deltakelse i slike undersøkelser, f.eks. av jord eller avløpsvann, beviser ikke nødvendigvis at laboratoriet også har kompetanse når det gjelder prøver av næringsmidler eller fôrvarer, som har et lavere forurensningsnivå. Derfor er det obligatorisk med løpende deltakelse i undersøkelser foretatt ved flere laboratorier for bestemmelse av dioksiner og dioksinlignende PCB i relevant prøvemateriale av fôrvarer og næringsmidler.
- Laboratoriene skal være akkreditert av et godkjent organ som fungerer i samsvar med ISO Guide 58, for å sikre at de anvender metoder for kvalitetssikring av sine analyser. Laboratoriene bør være akkreditert i henhold til ISO/IEC-standarden 17025:1999.

5. Krav til analysemetoder for dioksiner og dioksinlignende PCB

Grunnleggende krav for godkjenning av analysemetoder:

- *Høy følsomhet og lav påvisningsgrense.* På grunn av den ekstremt høye giftigheten noen av PCDD- og PCDF-forbindelsene har, må påvisningsgrensen for disse ligge innenfor størrelsesordenen pikogram TEQ (10^{-12} g). Det er kjent at PCB opptrer i høyere konsentrasjoner enn PCDD og PCDF. For de fleste PCB-forbindelser er det tilstrekkelig med en følsomhet i størrelsesordenen nanogram (10^{-9} g). For måling av de giftigere dioksinlignende PCB-forbindelsene (særlig non-orto-substituerte forbindelser) kreves imidlertid samme følsomhet som for PCDD og PCDF.
- *Høy selektivitet (spesifisitet).* PCDD-, PCDF- og dioksinlignende PCB-forbindelser må kunne skjernes fra en lang rekke andre forbindelser som ekstraheres samtidig, og som kan påvirke analysen. De forekommer i konsentrasjoner som kan være flere ganger høyere enn for de aktuelle analyttene. For metoder med gasskromatografi/massespektrometri (GC/MS) må det kunne skjernes mellom ulike PCDD/F- og dioksinlignende PCB-forbindelser, f.eks. mellom giftige (som de sytten 2,3,7,8-substituerte PCDD-ene og PCDF-ene og dioksinlignende PCB-ene) og andre PCDD/F- og dioksinlignende PCB-forbindelser. Med biologiske prøver bør det være mulig å bestemme TEQ-verdier selektivt som summen av PCDD, PCDF og dioksinlignende PCB.
- *Høy nøyaktighet (riktighet og presisjon).* Bestemmelsen bør gi et gyldig og pålitelig anslag over den faktiske konsentrasjonen i en prøve. Høy nøyaktighet (målingens nøyaktighet: graden av samsvar mellom måleresultatet og målingens sanne eller tildelte verdi) er nødvendig for å unngå at resultatet av en analyse avvikes på grunn av lav pålitelighet når det gjelder den anslåtte TEQ. Nøyaktighet uttrykkes som riktighet (differansen mellom den gjennomsnittlige måleverdien for en analytt i et sertifisert materiale og dens sertifiserte verdi, uttrykt i prosent av denne verdien) og presisjon (presisjon beregnes normalt som et standardavvik, som bl.a. omfatter repeterbarhet og reproduserbarhet, og angir graden av samsvar mellom resultater oppnådd ved gjentatte analyser under de fastsatte vilkår).

Screening-metodene kan omfatte biologiske prøver og GC/MS-metoder, mens bekreftelsesmetodene er metoder med gasskromatografi/massespektrometri med høy oppløsning (HRGC/HRMS). Følgende kriterier må oppfylles for den samlede TEQ-verdien:

	Screening-metoder	Bekreftelsesmetoder
Falske negative resultater	< 1 %	
Riktighet		- 20 % til + 20 %
Variasjonskoeffisient	< 30 %	< 15 %

6. Særlige krav til GC/MS-metoder i forbindelse med screening eller bekreftelse

- For å validere analysemetoden må det tilsettes ^{13}C -merkede 2,3,7,8-klorsubstituerte interne PCDD/F-standarder (og ^{13}C -merkede interne dioksinlignende PCB-standarder, dersom dioksinlignende PCB skal bestemmes) helt i begynnelsen av analysemetoden, f.eks. før ekstraksjonen. Det skal tilsettes minst én forbindelse for hver av de tetra- til okta-klorerte homologe gruppene av PCDD/F (og minst én forbindelse for hver av de homologe gruppene av dioksinlignende PCB, dersom dioksinlignende PCB skal bestemmes). (Alternativt tilsettes minst én forbindelse for hver valgte massespektrometriske ioneregistreringsfunksjon, som brukes til kontroll av PCDD/F og dioksinlignende PCB). Det beste er likevel, særlig for bekreftelsesmetoder, å bruke alle de sytten ^{13}C -merkede 2,3,7,8-substituerte interne PCDD/F-standardene og alle de tolv ^{13}C -merkede interne dioksinlignende PCB-standardene (dersom dioksinlignende PCB skal bestemmes).

Ved hjelp av relevante kalibreringsløsninger bør dessuten relative responsfaktorer bestemmes for de forbindelser som det ikke tilsettes en ^{13}C -merket analog for.

- For fôrvarer av vegetabilsk og animalsk opprinnelse som inneholder mindre enn 10 % fett, skal interne standarder tilsettes for ekstraksjonen. For fôrvarer av animalsk opprinnelse som inneholder mer enn 10 % fett, kan de interne standardene tilsettes enten før ekstraksjonen eller etter fettekstraksjonen. Det bør foretas en hensiktsmessig validering av ekstraksjonseffektiviteten, avhengig av i hvilken fase de interne standardene ble tilsatt, og om resultatene angis på grunnlag av produkt eller fett.
- Før GC/MS-analysen må det tilsettes én eller to gjenfinningsstandard(er) (surrogatstandarder).
- Det er nødvendig å kontrollere gjenfinningen. For bekreftelsesmetoder skal gjenfinningen av de enkelte interne standardene ligge i området 60-120 %. For enkelte forbindelser, særlig visse hepta- og okta-klorerte dibenzodioxiner og dibenzofuraner, kan lavere eller høyere gjenfinningsprosent godtas forutsatt at deres bidrag til TEQ-verdien ikke utgjør mer enn 10 % av den samlede TEQ-verdien (basert bare på PCDD/F). Gjenfinningsprosenten ved screening-metoder bør ligge i området 30-140 %.
- Separasjon av dioksiner fra forstyrrende klorerte forbindelser som PCB og klorerte difenyletere skal utføres ved hjelp av egnede kromatografiteknikker (fortrinnsvis med Florisil-, aluminiumoksid- og/eller karbonkolonne).
- Isomerer bør være tilstrekkelig separert i gasskromatogrammet (< 25 % fra topp til topp mellom 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Bestemmelsen bør utføres i samsvar med EPAs metode 1613 revisjon B «Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS», eller en annen metode oppfyller tilsvarende krav til yteevne.
- Differansen mellom øvre og nedre konsentrasjon av forbindelsene bør ikke overstige 20 % for fôrvarer med en dioksinforurensning som ligger i området for eller over grenseverdien. For fôrvarer med en dioksinforurensning som ligger godt under grenseverdien, kan det være en differanse på 25-40 %.

7. Screeninganalysemetoder

7.1 Innledning

Screening kan benyttes i analyse på forskjellige måter: en ren screening-metode eller en kvantitativ metode.

Ren screening-metode

Responsen for prøvene sammenholdes med responsen for en referanseprøve på det aktuelle nivå. Prøvene med en respons som ligger under responsen for referanseprøven, erklæres negative, mens de med høyere respons antas å være positive. Krav:

- Hver analyseserie må omfatte en blindprøve og en eller flere referanseprøver, som ekstraheres og analyseres samtidig under identiske forhold. Referanseprøven må vise en klart høyere respons enn blindprøven.
- Det bør tas med ekstra referanseprøver med en konsentrasjon på 0,5 og 2 ganger det aktuelle nivå for å påvise analysens effektivitet innenfor det området som er relevant for kontrollen av det aktuelle nivå.
- Når annet prøvemateriale undersøkes, skal referanseprøven(e)s egnethet påvises, fortrinnsvis ved å ta med prøver som ved bestemmelse med HRGC/HRMS har vist seg å ha omtrent samme TEQ-innhold som referanseprøven, eller en blindprøve tilsatt standard opp til det aktuelle nivå.
- Siden det ikke kan brukes interne standarder ved biologiske prøver, er gjentatte analyser svært viktig når det gjelder å framskaffe opplysninger om standardavviket innenfor en analyseserie. Variasjonskoeffisienten bør ligge på under 30 %.
- For biologiske prøver bør målforbindelser, mulige forstyrrelser samt toleransegrenser for nivået i blindprøven defineres.

Kvantitativ metode

Til den kvantitative metoden kreves det standardfortynningsserier, en eller to ganger gjentatt rensing og måling samt kontroll av blindprøve og gjenfinning. Resultatet kan uttrykkes som en TEQ-verdi, og det antas at forbindelsene som gir opphav til utslaget, samsvarer med TEQ-prinsippet. For dette formål brukes TCDD (eller en dioksin/furan-standardblanding) til å frambringe en kalibreringskurve for beregning av TEQ-verdien i ekstraktet og dermed også i prøven. Deretter korrigeres denne verdien for TEQ-verdien beregnet for en blindprøve (for å ta hensyn til urenheter fra anvendte løsemidler og kjemikalier), og for en gjenfinning (som beregnes ut fra TEQ-verdien i en kvalitetskontrollprøve der konsentrasjonen ligger omtrent på det aktuelle nivå). Det er viktig å bemerke at noe av årsaken til det tilsynelatende gjenfinningstapet kan være virkninger som skyldes prøvematerialet og/eller forskjeller mellom TEF-verdiene i de biologiske prøvene og de offisielle TEF-verdiene som WHO har fastsatt.

7.2 Krav til screeninganalysemetoder

- GC/MS-analysemetoder og biologiske prøver kan brukes til screening. Ved bruk av GC/MS-metoder skal kravene fastsatt i nr. 6 gjelde. Det er fastsatt særskilte krav til cellebaserte biologiske prøver i nr. 7.3 og til prøvesettbaserte biologiske prøver i nr. 7.4.

- Det er nødvendig med opplysninger om antall falske positive og falske negative resultater for et stort antall prøver som ligger under eller over grenseverdien eller tiltaksgrensen, sammenlignet med TEQ-verdiene som er bestemt med en bekreftende analysemetode. Den faktiske andel av falske negative prøver bør ligge på under 1 %. Andelen av falske positive prøver bør være tilstrekkelig lav til at det lønner seg å bruke en screening-metode.
- Positive resultater må alltid bekreftes ved hjelp av en bekreftende analysemetode (HRGC/HRMS). I tillegg bør prøver innenfor et stort TEQ-intervall bekreftes med HRGC/HRMS (cirka 2-10 % av de negative prøvene). Det bør opplyses om graden av samsvar mellom resultatene fra biologiske prøver og resultatene fra HRGC/HRMS.

7.3 Særlige krav til cellebaserte biologiske prøver

- Når det gjennomføres biologiske prøver, kreves det for hver analyse en serie referansekonsentrasjoner av TCDD eller av en dioksin/furanblanding (fullstendig dose/responskurve med $R^2 > 0,95$). For screening-formål kan imidlertid en utvidet lavnivåkurve benyttes ved analyse av prøver med lavt innhold.
- En TCDD-referansekonsentrasjon (på omkring tre ganger bestemmelsesgrensen) på et kvalitetskontrollskjema bør brukes til å vise resultatene av den biologiske prøven over et konstant tidsrom. Et alternativ kunne være å basere seg på den relative responsen for en referanseprøve sammenholdt med TCDD-kalibreringskurven, siden cellenes respons kan påvirkes av mange faktorer.
- For hver type referansmateriale bør kvalitetskontrolldiagrammer framstilles og kontrolleres for å sikre at resultatet er i samsvar med de fastsatte retningslinjer.
- Særlig for kvantitative målinger må det induserte signalet av den fortynnede prøveløsningen som brukes, ligge innenfor den lineære delen av responskurven. Prøver som ligger over den lineære delen av responskurven, må fortynnes og analyseres på nytt. Det anbefales derfor å analysere minst tre fortynninger om gangen.
- Standardavviket bør ikke overstige 15 % ved tredobbel bestemmelse av hver fortynnede prøve, og heller ikke overstige 30 % mellom tre innbyrdes uavhengige forsøk.
- Påvisningsgrensen kan settes til tre ganger standardavviket for blindprøveløsningen eller bakgrunnsresponsen. Det er også mulig å bruke en respons som ligger over bakgrunnsresponsen (indusert signal 5 ganger høyere enn for blindprøveløsningen), beregnet ut fra dagens kalibreringskurve. Bestemmelsesgrensen kan settes til fem-seks ganger standardavviket for blindprøveløsningen eller bakgrunnsresponsen, eller det kan brukes en respons som ligger klart over bakgrunnsresponsen (indusert signal 10 ganger høyere enn for blindprøveløsningen), beregnet ut fra dagens kalibreringskurve.

7.4 Særlige krav for prøvesettbaserte biologiske prøver⁽¹⁾

- Produsentens anvisninger for tilberedning og analyse av prøver må følges.
- Prøvesett der holdbarhetsdatoen er utløpt, skal ikke brukes.
- Materialer eller komponenter som er beregnet brukt med andre prøvesett, skal ikke brukes.
- Prøvesett skal oppbevares innenfor det angitte temperaturområde for oppbevaring, og brukes ved den angitte brukstemperatur.
- Påvisningsgrensen for immunologiske analyser fastsettes som summen av gjennomsnittet og tre ganger standardavviket ved 10 gjentatte analyser av blindprøven, dividert med helningsverdien for den lineære regresjonslikningen.
- Det bør brukes referansestandarder ved laboratorieanalyser for å sikre at responsen for standarden ligger innenfor et akseptabelt område.

8. Rapportering av resultater

I den grad den benyttede analysemetode gjør det mulig, bør analyseresultatene omfatte verdiene for de enkelte PCDD/F- og PCB-forbindelser og registreres som nedre konsentrasjoner, øvre konsentrasjoner og mellomkonsentrasjoner, slik at registreringen av resultater omfatter flest mulig opplysninger og resultatene dermed kan tolkes i henhold til bestemte krav.

Rapporten bør også opplyse om prøvens fettinnhold og om hvilken metode som er brukt til å ekstrahere fett.

Gjenfinningsprosenten for de enkelte interne standarder skal angis dersom den ligger utenfor området angitt i nr. 6, eller dersom grenseverdien er overskredet. I alle andre tilfeller skal disse opplysningene oppgis på anmodning.

⁽¹⁾ Det er hittil ikke framlagt dokumentasjon for at biologiske prøver basert på ferdigkjøpte prøvesett er tilstrekkelig følsomme og pålitelige til at de kan brukes ved screening for forekomst av dioksiner på de nødvendige nivåer i prøver av næringsmidler og fôrvarer.