

**KOMMISJONSFORORDNING (EF) nr. 1883/2006****2011/EØS/71/91**

av 19. desember 2006

**om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder ved offentlig kontroll av innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB i visse næringsmidler(\*)**

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE FELLESKAP  
HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fellesskap,

under henvisning til europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 882/2004 av 29. april 2004 om offentlig kontroll for å sikre at føvare- og næringsmiddelregelverket samt bestemmelsene om dyrs helse og velferd overholdes<sup>(1)</sup>, særlig artikkel 11 nr. 4, og

ut fra følgende betraktninger:

- 1) Ved kommisjonsforordning (EF) nr. 1881/2006 av 19. desember 2006 om fastsettelse av grenseverdier for visse forurensende stoffer i næringsmidler<sup>(2)</sup> fastsettes grenseverdier for dioksiner og furaner samt for summen av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i visse næringsmidler.
- 2) Ved kommisjonsdirektiv 2002/69/EF av 26. juli 2002 om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder til offentlig kontroll av dioksiner og bestemmelse av dioksinlignende PCB i næringsmidler<sup>(3)</sup> fastsettes særlige bestemmelser om de prøvetakings- og analysemetoder som skal anvendes ved offentlig kontroll.
- 3) Innføring av nye grenseverdier for summen av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB gjør at direktiv 2002/69/EF må endres. Av klarhetshensyn bør direktiv 2002/69/EF erstattes med denne forordning.
- 4) Bestemmelsene i denne forordning gjelder bare prøvetaking og analyse av dioksiner og dioksinlignende PCB med henblikk på gjennomføringen av forordning (EF) nr. 1881/2006, og berører ikke prøvetakingsstrategien eller prøvetakingens omfang og hyppighet som fastsatt i

vedlegg III og IV til rådsdirektiv 96/23/EF av 29. april 1996 om kontrolltiltak som skal iverksettes med hensyn til visse stoffer og deres restmengder i levende dyr og animalske produkter, og om oppheving av direktiv 85/358/EØF og 86/469/EØF samt vedtak 89/187/EØF og 91/664/EØF<sup>(4)</sup>. Bestemmelsene berører heller ikke kriteriene for målretting av prøvetakingen fastsatt i kommisjonsvedtak 98/179/EF av 23. februar 1998 om fastsettelse av nærmere regler for offisiell prøvetaking for overvåking av visse stoffer og deres restmengder i levende dyr og animalske produkter<sup>(5)</sup>.

- 5) En analyse med screening-metode med dokumentert og allment anerkjent validering og høy kapasitet bør benyttes til å velge ut prøver med et betydelig innhold av dioksin og dioksinlignende PCB. Innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB i disse prøvene må deretter bestemmes ved hjelp av en bekreftende analysemetode. Det bør derfor fastsettes strenge krav til de bekreftende analysemetodene og minstekrav til screening-metoden.
- 6) Når det gjelder prøvetaking av svært store fisker, bør det fastsettes nærmere bestemmelser om prøvetakingen for å sikre en harmonisert metode i hele Fellesskapet.
- 7) For fisker av samme art og fra samme område kan innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB variere avhengig av fiskens størrelse og alder. Dessuten er ikke innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB alltid det samme i alle deler av fisken. Når det gjelder prøvetaking av fisker, bør det derfor fastsettes nærmere bestemmelser om prøvetakingen for å sikre en harmonisert metode i hele Fellesskapet.
- 8) Det er av stor betydning at analyseresultatene rapporteres og tolkes på en ensartet måte for å sikre ensartet håndheving i hele Fellesskapet.
- 9) Tiltakene fastsatt i denne forordning er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmiddelkjeden og dyrehelsen —

(\*) Denne fellesskapsrettsakten, kunngjort i EUT L 364 av 20.12.2006, s. 32, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 139/2007 av 26. oktober 2007 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til Den europeiske unions tidende nr. 19, 10.4.2008, s. 67.

<sup>(1)</sup> EUT L 165 av 30.4.2004, s. 1, rettet i EUT L 191 av 28.5.2004, s. 1. Forordningen endret ved kommisjonsforordning (EF) nr. 776/2006 (EUT L 136 av 24.5.2006, s. 3).

<sup>(2)</sup> Se EUT L 364 av 20.12.2006, s. 5.

<sup>(3)</sup> EFT L 209 av 6.8.2002, s. 5. Direktivet sist endret ved direktiv 2004/44/EF (EUT L 113 av 20.4.2004, s. 17).

<sup>(4)</sup> EFT L 125 av 23.5.1996, s. 10. Direktivet sist endret ved europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 882/2004 (EUT L 165 av 30.4.2004, s. 1, rettet i EUT L 191 av 28.5.2004, s. 1).

<sup>(5)</sup> EFT L 65 av 5.3.1998, s. 31. Direktivet endret ved tiltredelsesakten av 2003.

VEDTATT DENNE FORORDNING:

*Artikkel 1*

Prøvetaking beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i næringsmidler oppført i avsnitt 5 i vedlegget til forordning (EF) nr. 1881/2006 skal gjennomføres i samsvar med metodene angitt i vedlegg I til denne forordning.

*Artikkel 2*

Tillaging av prøver samt analyser beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i næringsmidlene oppført i avsnitt 5 i vedlegget til forordning

(EF) nr. 1881/2006 skal gjennomføres i samsvar med metodene angitt i vedlegg II til denne forordning.

*Artikkel 3*

Direktiv 2002/69/EF oppheves. Henvisninger til det opphevede direktivet skal forstås som henvisninger til denne forordning.

*Artikkel 4*

Denne forordning trer i kraft den 20. dag etter at den er kunngjort i *Den europeiske unions tidende*.

Den får anvendelse fra 1. mars 2007.

Denne forordning er bindende i alle deler og kommer direkte til anvendelse i alle medlemsstater.

Utferdiget i Brussel, 19. desember 2006.

*For Kommisjonen*

Markos KYPRIANOU

*Medlem av Kommisjonen*

---

## VEDLEGG I

**PRØVETAKINGSMETODER VED OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG DIOKSINLIGNENDE PCB I VISSE NÆRINGSMIDLER**

## 1. Virkeområde

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende PCB i næringsmidler skal tas i samsvar med metodene fastsatt i dette vedlegg. Samleprøvene som da oppnås, skal anses som representative for partiene eller delpartiene de er tatt fra. På grunnlag av innholdet som er funnet i laboratorieprøvene, skal det fastslås om grenseverdiene fastsatt i kommisjonsforordning (EF) nr. 1881/2006 om fastsettelse av grenseverdier for visse forurensende stoffer i næringsmidler, er overholdt.

## 2. DEFINISJONER

Parti: En identifiserbar mengde av et næringsmiddel, levert under ett, der det ved offentlig kontroll er fastslått felles kjennetegn som f.eks. opprinnelse, art, emballasjetype, emballeringsbedrift, avsender eller merking. Når det gjelder fisk og fiskerivarer, skal dessuten størrelsen på fiskene være tilnærmet lik. Dersom fiskenes størrelse og/eller vekt ikke er tilnærmet lik i en sending, kan sendingen fortsatt regnes som ett parti, men det må benyttes en særskilt prøvetakingsmetode.

- Delparti: Del av et stort parti som er valgt ut med sikte på bruk av prøvetakingsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk atskilt og identifiserbart.
- Enkeltprove: En materialmengde som er tatt ut på ett enkelt sted i partiet eller delpartiet.
- Samleprobe: Summen av enkeltprovne fra et parti eller delparti.
- Laboratorieprobe: Representativ del eller mengde av samleproven bestemt for laboratoriet.

## 3. ALMINNELIGE BESTEMMELSER

3.1. **Personale**

Prøvetakingen skal utføres av en person som er utpekt for dette formål av medlemsstaten.

3.2. **Materiale til prøvetaking**

Prøvetakingen skal foretas atskilt for hvert parti eller delparti som skal undersøkes.

3.3. **Forholdsregler**

Under prøvetakingen og tillagingen av prøvene skal det tas forholdsregler for å unngå forandringer som kan ha innvirkning på innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB, ha skadelig innvirkning på den analytiske bestemmelsen eller forårsake at samleprøvene ikke er representative.

3.4. **Enkeltprover**

Enkeltprover skal så vidt mulig tas fra forskjellige steder i hele partiet eller delpartiet. Avvik fra denne framgangsmåten skal registreres i rapporten omhandlet i nr. 3.8 i dette vedlegg.

3.5. **Tillaging av samleproven**

Samleproven skal oppnås ved å samle alle enkeltprovne. Den skal veie minst 1 kg, med mindre dette er upraktisk, f.eks. ved prøvetaking av en enkeltpakning.

3.6. **Parallellprover**

Parallellprøvene som tas for håndhevings-, klageadgangs- eller referanseformål, skal tas fra den homogeniserte samleproven, med mindre en slik framgangsmåte er i strid med medlemsstatenes bestemmelser om rettighetene til den driftsansvarlige for næringsmiddelforetaket. Laboratorieprøvene for håndhevingsformål skal være så store at de rekker til minst to analyser.

### 3.7. Emballering og transport av prøver

Hver prøve skal plasseres i en ren beholder av inert materiale som gir tilstrekkelig beskyttelse mot forurensning, tap av analytter ved adsorpsjon til innersiden av beholderen og mot skader under transport. Alle nødvendige forholdsregler skal tas for å unngå endringer av prøvens sammensetning som kan oppstå under transport eller oppbevaring.

### 3.8. Forsegling og merking av prøver

Alle prøver som tas til offentlig bruk, skal forsegles på prøvetakingsstedet og identifiseres i samsvar med gjeldende regler i medlemsstaten.

For hver prøvetaking skal det utarbeides en rapport, slik at hvert parti entydig kan identifiseres, med angivelse av dato og prøvetakingssted og ytterligere opplysninger som kan være til hjelp for den som foretar analysen.

### 4. Prøvetakingsplaner

Den anvendte prøvetakingsmetoden skal sikre at samleprøven er representativ for (del)partiet som skal kontrolleres.

#### 4.1. Inndeling av partier i delpartier

Store partier skal inndeles i delpartier, forutsatt at delpartiet fysisk kan utskilles. For produkter som omsettes i store bulksendinger (f.eks. vegetabiliske oljer), får tabell 1 anvendelse. For andre produkter får tabell 2 anvendelse. Ettersom vekten til et parti ikke alltid vil være et eksakt multiplum av vekten til delpartiene, kan vekten til delpartiene overskride den angitte vekten med opptil 20 %.

Tabell 1

#### Inndeling av partier i delpartier for produkter som omsettes i bulksendinger

Partiets vekt (tonn)	Delpartienes vekt eller antall
≥ 1500	500 tonn
> 300 og < 1500	3 delpartier
≥ 50 og ≤ 300	100 tonn
< 50	—

Tabell 2

#### Inndeling av partier i delpartier for andre produkter

Partiets vekt (tonn)	Delpartienes vekt eller antall
≥ 15	15-30 tonn
< 15	—

#### 4.2. Antall enkeltprøver

Samleprøven som er en samling av alle enkeltprøvene, skal veie minst 1 kg (se nr. 3.5 i dette vedlegg).

Det minste antallet enkeltprøver som skal tas fra partiet eller delpartiet, skal være som angitt i tabell 3 og 4.

For flytende produkter i bulk skal partiet eller delpartiet blandes så grundig som mulig uten at det påvirker kvaliteten på produktet, enten manuelt eller mekanisk, rett før prøvetaking. I så fall antas det at forurensende stoffer er homogent fordelt i et gitt parti eller delparti. Det er derfor tilstrekkelig å ta tre enkeltprøver fra et parti eller delparti som skal utgjøre samleprøven.

Enkeltprøvene skal ha tilnærmet samme vekt. Enkeltprøvens vekt skal være minst 100 gram.

Avvik fra denne framgangsmåten må registreres i rapporten omhandlet i nr. 3.8 i dette vedlegg. I samsvar med bestemmelsene i kommisjonsvedtak 97/747/EF av 27. oktober 1997 om fastsettelse av omfang og hyppighet av prøvetakingen omhandlet i rådsdirektiv 96/23/EF med sikte på overvåking av visse stoffer og deres restmengder i levende dyr og animalske produkter<sup>(1)</sup> skal størrelsen på samleprøven for hønseegg være minst tolv egg (både for bulkpartier og for partier som består av enkeltpakninger, tabell 3 og 4).

<sup>(1)</sup> EFT L 303 av 6.11.1997, s. 12.

Tabell 3

**Minste antall enkeltprøver som skal tas fra partiet eller delpartiet**

Partiets/delpartiets volum eller vekt (i kilo eller liter)	Minste antall enkeltprøver som skal tas
< 50	3
50-500	5
> 500	10

Dersom partiet eller delpartiet består av enkeltpakninger eller enkeltenheter, er antallet pakninger eller enheter som skal utgjøre en samleprøve, angitt i tabell 4.

Tabell 4

**Antall pakninger eller enheter (enkeltp prøver) som skal utgjøre samleprøven dersom partiet eller delpartiet består av enkeltpakninger eller enkeltenheter**

Antall pakninger eller enheter i partiet/delpartiet	Antall pakninger eller enheter som skal tas
1-25	minst 1 pakning eller enhet
26-100	ca. 5 %, minst 2 pakninger eller enheter
> 100	ca. 5 %, høyst 10 pakninger eller enheter

**4.3. Særlige bestemmelser om prøvetaking av partier som inneholder hele fisker med tilnærmet lik størrelse og vekt**

Fisker anses for å ha tilnærmet lik størrelse og vekt dersom forskjellen i størrelse og vekt ikke er mer enn ca. 50 %.

Antallet enkeltprøver som skal tas fra partiet, er angitt i tabell 3. Samleprøven som er en samling av alle enkeltprøvene, skal veie minst 1 kg (se nr. 3.5).

- Dersom partiet som det skal tas prøver fra, inneholder små fisker (der hver fisk veier < ca. 1 kg), skal hele fisken utgjøre en enkeltprøve som skal inngå i samleprøven. Dersom samleprøven da veier mer enn 3 kg, kan enkeltprøvene bestå av midtpartiet av fiskene som utgjør samleprøven, og da skal enkeltprøvene veie minst 100 gram hver. Hele partiet som grenseverdien gjelder for, brukes til homogenisering av prøven.

Fiskens midtparti er der hvor tyngdepunktet er. I de fleste tilfeller vil dette være ved ryggfinnen (for fisker med ryggfinne) eller midt mellom gjelleåpningen og gattåpningen.

- Dersom partiet som det skal tas prøver fra, inneholder store fisker (der hver fisk veier mer enn ca. 1 kg), skal enkeltprøven bestå av fiskens midtparti. Hver enkeltprøve skal veie minst 100 gram.

For middels store fisker (ca. 1-6 kg) skal enkeltprøven være et stykke av fisken som tas som et tverrsnitt fra ryggbeinet til buken i fiskens midtparti.

For ekstra store fisker (dvs. > ca. 6 kg) skal enkeltprøven tas fra kjøttet i ryggmuskelen på høyre side (sett forfra) i fiskens midtparti. Dersom uttak av et slikt stykke av fiskens midtparti innebærer et betydelig økonomisk tap, kan det anses som tilstrekkelig å ta tre enkeltprøver à minst 350 gram, uavhengig av partiets størrelse, eller eventuelt en like stor del muskelkjøtt nær haledelen og muskelkjøtt nær hodedelen fra en og samme fisk, som så utgjør den enkeltprøven som er representativ for dioksininnholdet i hele fisken.

**4.4. Prøvetaking av fiskepartier som inneholder hele fisker med ulik størrelse og/eller vekt**

- Bestemmelsene i nr. 4.3 om prøvenes sammensetning får anvendelse.
- Dersom en viss størrelse eller vektklasse/vektkategori dominerer (ca. 80 % eller mer av partiet), skal prøven tas fra fisker med dominerende størrelse eller vekt. Denne prøven skal anses som representativ for hele partiet.
- Dersom ingen bestemt størrelse eller vektklasse/vektkategori dominerer, skal det sikres at fiskene som velges til prøven, er representative for sendingen. Nærmere retningslinjer for slike tilfeller finnes i «Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight»<sup>(1)</sup>.

**4.5. Prøvetaking i detaljstledet**

Prøvetaking av næringsmidler i detaljstledet skal om mulig skje i samsvar med bestemmelsene om prøvetaking fastsatt nr. 4.2 i dette vedlegg.

Dersom dette ikke er mulig, kan en annen framgangsmåte for prøvetaking i detaljstledet følges, forutsatt at den sikrer en tilstrekkelig representativ prøvetaking av partiet eller delpartiet.

**5. PARTIETS ELLER DELPARTIETS SAMSVAR MED SPESIFIKASJONENE**

Partiet godkjennes dersom resultatet av en enkeltanalyse ikke overskrider grenseverdiene for henholdsvis dioksiner og dioksinlignende PCB fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006, idet det tas hensyn til måleusikkerheten.

Partiet er ikke i samsvar med grenseverdien fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006 dersom det er hevet over enhver rimelig tvil at den øvre konsentrasjonen<sup>(2)</sup> som analyseresultatet viser, bekreftet ved en analyse nummer to<sup>(3)</sup>, overskrider grenseverdien, idet det tas hensyn til måleusikkerheten.

Det kan tas hensyn til måleusikkerheten på en av følgende måter:

- Ved å beregne utvidet usikkerhet, ved hjelp av en dekningsfaktor på 2 som gir et konfidensnivå på ca. 95 %. Et parti eller delparti oppfyller ikke kravene dersom den målte verdien minus U overskrider den fastsatte tillatte grensen. Dersom dioksiner og dioksinlignende PCB bestemmes hver for seg, skal summen av beregnet utvidet usikkerhet for de atskilte analyseresultatene for dioksiner og dioksinlignende PCB brukes som summen av dioksiner og dioksinlignende PCB.
- Ved å fastsette beslutningsgrensen (CC $\alpha$ ) i samsvar med bestemmelsene i kommisjonsvedtak 2002/657/EF av 12. august 2002 om gjennomføring av rådsdirektiv 96/23/EF med hensyn til analysemetodens ytelse og tolking av resultater<sup>(4)</sup> (nr. 3.1.2.5 i vedlegget — for stoffer som det er fastsatt en tillatt grense for). Et parti eller delparti oppfyller ikke kravene dersom den målte verdien er lik eller høyere enn CC $\alpha$ .

Disse fortolkningsreglene skal gjelde for analyseresultater fra prøver som tas ved offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- eller referanseformål gjelder nasjonale regler.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)

<sup>(2)</sup> Begrepet «øvre konsentrasjon» innebærer at bidraget til toksisitetsekvivalenten fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik grenseverdien for mengdebestemmelse. Begrepet «nedre konsentrasjon» innebærer at bidraget til toksisitetsekvivalenten fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik null. Begrepet «mellomkonsentrasjon» innebærer at bidraget til toksisitetsekvivalenten fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik halvparten av grenseverdien for mengdebestemmelse.

<sup>(3)</sup> Det er nødvendig med to analyser for å utelukke muligheten for intern krysskontaminering eller utilsiktet forveksling av prøver. Den første analysen, idet det tas hensyn til måleusikkerheten, skal bekrefte at kravene er oppfylt. Dersom analysen utføres i forbindelse med et tilfelle av dioksinforurensning, kan bekreftelse ved en analyse nummer to sløyfes dersom prøvene som er tatt til analyse, ved hjelp av sporbarhet kan knyttes til dioksinforurensningen.

<sup>(4)</sup> EFT L 221 av 17.8.2002, s. 8. Vedtaket endret ved vedtak 2004/25/EF (EUT L 6 av 10.1.2004, s. 38).

## VEDLEGG II

**TILLAGING AV PRØVER OG KRAV TIL ANALYSEMETODER VED OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG DIOKSINLIGNENDE PCB I VISSE NÆRINGSMIDLER**

## 1. BRUKSOMRÅDE

Kravene fastsatt i dette vedlegg får anvendelse når næringsmidler analyseres med henblikk på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner (polyklorerte dibenzo-p-dioksiner (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF)) samt dioksinlignende PCB.

Forekomsten av dioksiner i næringsmidler 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 ligger mindre enn 25 % under grenseverdien, eller som overskrider den. Dioksininnholdet og summen av dioksiner og dioksinlignende PCB i prøvene med et betydelig innhold skal bestemmes/bekreftes med en bekreftelsesmetode.

Screening-metoder er metoder som brukes til å påvise forekomst av dioksiner og dioksinlignende PCB på det aktuelle nivå. Metodene skal ha 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 skal være utformet spesielt med sikte på å unngå falske negative resultater.

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

## 2. BAKGRUNN

Konsentrasjonene av de enkelte stoffene i en gitt prøve skal multipliseres med sine respektive toksisitetsekvivalensfaktorer (TEF), som fastsatt av Verdens helseorganisasjon og oppført i tillegget til dette vedlegg, og deretter summeres for å gi den samlede konsentrasjonen av dioksinlignende forbindelser uttrykt i toksisitetsekvivalenter.

For formålene med denne forordning skal den godkjente særskilte grensen for mengdebestemmelse for en enkelt forbindelse være konsentrasjonen av en analytt i et ekstrakt av en prøve som gir et instrumentutslag for de to forskjellige ionene som skal overvåkes, med et signal/støy-forhold på 3:1 for det minst følsomme signalet, og som oppfyller de grunnleggende kravene, f.eks. retensjonstid og isotopforhold etter framgangsmåten for bestemmelse som beskrevet i EPA-metode 1613 revisjon B.

## 3. KRAV TIL KVALITETSSIKRING VED TILLAGING AV PRØVER

- Det skal treffes tiltak for å unngå krysskontaminering i alle trinn av prøvetakings- og analysemetoden.
- Prøvene skal oppbevares og transporteres i beholdere av glass, aluminium, polypropylen eller polyetylen. Spor av papirstøv skal fjernes fra prøvebeholderen. Glassvarer skal skylles med løsemidler som er dokumentert dioksinfrie eller som på forhånd er kontrollert for forekomst av dioksiner.
- Oppbevaring og transport skal foregå på en slik måte at næringsmiddelprøven bevares i uendret stand.
- Om nødvendig skal hver laboratorieprøve finmales og blandes grundig etter en metode som sikrer fullstendig homogenisering (f.eks. så finmalt at prøven kan passere en sikt med 1 mm maskevidde); prøvene skal tørkes før de males dersom vanninnholdet er for høyt.
- Det skal utføres et blindforsøk ved at hele analysemetoden følges og bare prøven utelates.
- Vekten av prøven som skal ekstraheres, skal være tilstrekkelig høy til at kravene til følsomhet oppfylles.
- De enkelte framgangsmåtene for tillaging av prøver som brukes for de aktuelle produktene, skal valideres i henhold til internasjonalt anerkjente retningslinjer.

- Når det gjelder fisker, skal skinnet fjernes, ettersom grenseverdien gjelder muskelkjøtt uten skinn. Alle rester av muskelkjøtt og fettvev på innsiden av skinnet skal imidlertid nøye og fullstendig skrapes av og legges til prøven som skal analyseres.

#### 4. KRAV TIL LABORATORIER

- Laboratoriene skal dokumentere en metodes yteevne innenfor området for det aktuelle nivået, f.eks. 0,5, 1 og 2 ganger det aktuelle nivået, med en akseptabel variasjonskoeffisient for gjentatte analyser. Nærmere opplysninger om godkjenningskriterier angis i nr. 5.
- Grensen for mengdebestemmelse for en bekreftelsesmetode skal ligge innenfor ca. én femdel av det aktuelle nivået.
- Som interne kvalitetskontrolltiltak skal det foretas jevnlig blindkontroller og tilsetningsforsøk eller analyser av kontrollprøver (om mulig helst med sertifisert referansemateriale).
- Laboratoriets kompetanse skal dokumenteres ved løpende deltaking med vellykket resultat i undersøkelser foretatt ved flere laboratorier for bestemmelse av dioksiner og dioksinlignende PCB i de relevante prøvematerialene av fôrvarer og næringsmidler.
- I samsvar med bestemmelsene i forordning (EF) nr. 882/2004 skal laboratoriene være akkreditert av et godkjent organ som tilfredsstiller kravene i ISO Guide 58, for å sikre at de anvender metoder for kvalitetssikring av sine analyser. Laboratoriene skal være akkreditert i henhold til standarden EN ISO/IEC 17025.

#### 5. KRAV TIL ANALYSEMETODER FOR DIOKSINER OG DIOKSINLIGNENDE PCB

##### Grunnleggende krav ved godkjenning av analysemetoder:

- *Høy følsomhet og lave påvisningsgrenser.* På grunn av den ekstremt høye giftigheten noen av PCDD- og PCDF-forbindelsene har, skal påvisningsgrensen for disse ligge innenfor størrelsesordenen pikogram TEQ ( $10^{-12}$ g). Det er kjent at PCB forekommer 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 skal 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) skal 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) og andre PCDD/F- og dioksinlignende forbindelser. Med biologiske prøver skal det være mulig å bestemme TEQ-verdier selektivt som summen av PCDD, PCDF og dioksinlignende PCB.
- *Høy nøyaktighet (riktighet og presisjon).* Bestemmelsen skal gi et gyldig anslag over den faktiske konsentrasjonen i en prøve. Høy nøyaktighet (målingens nøyaktighet: graden av samsvar mellom måleresultatet og målingens riktige eller tildelte verdi) er nødvendig for å unngå at et resultat av en analyse avvises på grunn av lav pålitelighet når det gjelder den anslåtte TEQ-verdien. 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 ( $RSD_R$ , det vil si relativt standardavvik beregnet fra resultater som er oppnådd ved reproduserbarhetsforhold).

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

	Screening-metoder	Bekreftelsesmetoder
Falske negative resultater	< 1 %	
Riktighet		– 20 % til + 20 %
Presisjon ( $RSD_R$ )	< 30 %	< 15 %



## 6. SÆRLIGE KRAV TIL gc/ms-METODER I FORBINDELSE MED SCREENING ELLER BEKREFTELSE

- For å validere analysemetoden må det tilsettes <sup>13</sup>C-merkede 2,3,7,8-klorsubstituerte interne PCDD/F-standarder og <sup>13</sup>C-merkede interne dioksinlignende PCB-standarder helt i begynnelsen av analysemetoden. 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 for dioksinlignende PCB (og eventuelt 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 <sup>13</sup>C-merkede 2,3,7,8-substituerte interne PCDD/F-standardene og alle de tolv <sup>13</sup>C-merkede interne dioksinlignende PCB-standardene.

Ved hjelp av relevante kalibreringsløsninger skal dessuten relative responsfaktorer bestemmes for de forbindelser som det ikke tilsettes en <sup>13</sup>C-merket analog for.

- For næringsmidler av vegetabilsk og animalsk opprinnelse som inneholder mindre enn 10 % fett, skal interne standarder tilsettes før ekstraksjonen. For næringsmidler av animalsk opprinnelse som inneholder mer enn 10 % fett, kan de interne standardene tilsettes enten før ekstraksjonen eller etter fettekstraksjonen. Det skal 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 skal det tilsettes en eller to gjenfinningsstandarder (surrogatstandarder).
- Det er nødvendig å kontrollere gjenfinningen. For bekreftelsesmetoder skal gjenfinningsprosenten for de enkelte interne standardene ligge i området 60-120 %. For enkelte forbindelser, særlig visse hepta- og okta-klorerte dibenzodioksiner 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 på summen av PCDD/F og dioksinlignende PCB). Gjenfinningsnivået ved screening-metoder skal ligge i området 30-140 %.
- Separasjon av dioksiner fra forstyrrende klorerte forbindelser som ikke-dioksinlignende 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 EPA- metode 1613 revisjon B: «Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS» eller en annen metode som oppfyller tilsvarende krav til yteevne.
- Differansen mellom øvre og nedre konsentrasjon av forbindelsene bør ikke overstige 20 % for næringsmidler med en dioksinforurensning på ca. 1 pg WHO-TEQ/g fett (basert på summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB). Samme krav gjelder for næringsmidler med lavt fettinnhold og med et forurensningsnivå på ca. 1 pg WHO-TEQ/g produkt. Ved lavere forurensningsnivåer, f.eks. 0,50 pg WHO-TEQ/g produkt, kan det være en differanse på 25-40 % mellom øvre og nedre konsentrasjon.

## 7. ANALYSE MED SCREENING-METODE

### 7.1. Innledning

Screening kan benyttes i analyser 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. Prøver 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 én eller flere referanseprøver, som ekstraheres og analyseres samtidig på identiske vilkår. 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 tilsvarende mengde.
- Ettersom 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 skal ligge på under 30 %.
- For biologiske prøver skal målforbindinger, mulige forstyrrelser samt toleransegrenser for nivået i blindprøven fastsettes.

#### *Kvantitativ metode*

Den kvantitative metoden krever standardfortynningsserier, dobbel eller trippel 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/dioksinlignende PCB-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 kjemiske stoffer), 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 analysemetoder som brukes til screening**

- 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 særlige krav til cellebaserte biologiske prøver i nr. 7.3 og til prøvesettbaserte biologiske prøver i nr. 7.4 i dette vedlegg.
- Det er nødvendig med opplysninger om antall falske positive og falske negative resultater for et stort antall prøver som ligger under og over grenseverdien eller tiltaksgrensen, sammenlignet med TEQ-verdiene som er bestemt med en bekreftende analysemetode. Den faktiske andel falske negative prøver skal ligge på under 1 %. Andelen falske positive prøver skal være tilstrekkelig lav til at det lønner seg å bruke en screening-metode.
- Positive resultater skal alltid bekreftes ved hjelp av en bekreftende analysemetode (HRGC/HRMS). I tillegg skal prøver innenfor et stort TEQ-område bekreftes med HRGC/HRMS (ca. 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 utføres en biologisk prøve, kreves det for hver analyse en serie referansekonsentrasjoner av TCDD eller av en dioksin/furan/dioksinlignende PCB-blanding (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 omtrent tre ganger grensen for mengdebestemmelse) på et kvalitetskontrollskjema skal 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, ettersom cellenes respons kan påvirkes av mange faktorer.
- For hver type referansemateriale skal kvalitetskontrolldiagrammer framstilles og kontrolleres for å sikre at resultatet er i samsvar med fastsatte retningslinjer.
- Særlig for kvantitative målinger skal 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, skal fortynnes og analyseres på nytt. Det anbefales derfor å analysere minst tre fortynninger om gangen.
- Standardavviket skal 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 fem ganger høyere enn for blindprøveløsningen), beregnet ut fra dagens kalibreringskurve. Grensen for mengdebestemmelse kan settes til fem-seks ganger standardavviket for blindprøveløsningen eller bakgrunnsresponsen, eller det kan brukes en respons som ligger klart over bakgrunnsresponsen (indusert signal ti ganger høyere enn for blindprøveløsningen), beregnet ut fra dagens kalibreringskurve.

#### 7.4. Særlige krav til prøvesettbaserte biologiske prøver

- Det skal sikres at de prøvesettbaserte biologiske prøvene er tilstrekkelig følsomme og pålitelige til å brukes på næringsmidler.
- Produsentens anvisninger for tillaging og analyse av prøver skal følges.
- Prøvesett der holdbarhetsdatoen er utløpt, skal ikke brukes.
- Materialer eller bestanddeler som er beregnet brukt med andre prøvesett, skal ikke brukes.
- Prøvesett skal oppbevares innenfor det angitte temperaturområde for oppbevaring, og brukes ved angitt brukstemperatur.
- Påvisningsgrensen for immunologiske analyser settes til tre ganger standardavviket ved ti gjentatte analyser av blindprøven, dividert med helningsverdien for den lineære regresjonsligningen.
- 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 analysemetoden gjør det mulig, skal 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 skal også omfatte opplysninger 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, og i alle andre tilfeller på anmodning.

Ettersom det skal tas hensyn til måleusikkerheten når det avgjøres om en prøve oppfyller kravene, skal det opplyses også om denne parameter. Analyseresultatet skal derfor rapporteres som  $x \pm U$ , der  $x$  er analyseresultatet og  $U$  er den utvidede måleusikkerheten, ved bruk av en dekningsfaktor på 2, som gir et konfidensnivå på ca. 95 %. Dersom dioksiner og dioksinlignende PCB bestemmes hver for seg, skal summen av beregnet utvidet usikkerhet for de atskilte analyseresultatene for dioksiner og dioksinlignende PCB brukes som summen av dioksiner og dioksinlignende PCB.

Dersom det tas hensyn til måleusikkerheten ved å bruke  $CC\alpha$  (som beskrevet i nr. 5 i vedlegg I), skal det opplyses om denne parameteren.

Resultatene skal angis i samme enheter og med (minst) samme antall signifikante sifre som grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006.

---

## Tillegg til vedlegg II

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
<b>Dibenzo-p-dioksiner (PCDD)</b>		<b>«Dioksinlignende» PCB Non-orto PCB + Mono-orto PCB</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Non-orto PCB</i>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
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	0,01
OCDD	0,0001		0,0001
<b>Dibenzofuraner (PCDF)</b>		<i>Mono-orto-PCB</i>	
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	0,00001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1		
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001	PCB 189	0,0001

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