

**KOMMISJONSFORORDNING (EU) nr. 252/2012****2017/EØS/29/19**

av 21. mars 2012

**om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder for offentlig kontroll av innholdet av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB i visse næringsmidler og om oppheving av forordning (EF) nr. 1883/2006(\*)**

EUROPAKOMMISJONEN HAR —

under henvisning til traktaten om Den europeiske unions virkemåte,

under henvisning til europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 882/2004 av 29. april 2004 om offentlig kontroll for å sikre at fôrvare- 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 ikke-dioksinlignende PCB, dioksiner og furaner samt for summen av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i visse næringsmidler.

2) Ved kommisjonsrekommendasjon 2011/516/EU av 23. august 2011 om reduksjon av forekomsten av dioksiner, furaner og PCB i fôrvarer og næringsmidler<sup>(3)</sup> fastsettes tiltaksgrenser for å fremme en proaktiv metode for å redusere forekomsten av polyklorerte dibenzo-paradioksinforbindelser, polyklorerte dibenzofuranforbindelser (PCDD/PCDF) og dioksinlignende PCB i næringsmidler. Disse tiltaksgrensene er et verktøy som gjør det mulig for vedkommende myndigheter og driftsansvarlige å bestemme om det er relevant å identifisere en forurensningskilde, og å treffe tiltak for å redusere eller fjerne den.

3) Ved kommisjonsforordning (EF) nr. 1883/2006 av 19. desember 2006 om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder ved offentlig kontroll av innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB i visse næringsmidler<sup>(4)</sup> fastsettes særlige bestemmelser om de prøvetakings- og analysemetoder som skal anvendes ved offentlig kontroll.

4) Det er behov for betydelige endringer i forbindelse med nye grenseverdier for ikke-dioksinlignende PCB fastsatt etter en vitenskapelig uttalelse fra Den europeiske myndighet for næringsmiddeltrygghet (EFSA) om ikke-dioksinlignende PCB samt i forbindelse med harmoniseringen på unionsplan og ajourføringen av kriteriene for screeningmetoder. Av klarhetshensyn bør forordning (EF) nr. 1883/2006 derfor erstattes av denne forordning.

5) Bestemmelsene fastsatt i denne forordning gjelder bare prøvetaking og analyse av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB for gjennomføring av forordning (EF) nr. 1881/2006. De berører ikke prøvetakingsstrategi, -omfang og -hyppighet som angitt 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>(5)</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>(6)</sup>.

(\*) Denne unionsrettsakten, kunngjort i EUT L 84 av 23.3.2012, s. 1, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 207/2012 av 7. desember 2012 om endring av EØS-avtalens vedlegg I (Veterinære og plantasenitære forhold) og vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til *Den europeiske unions tidende* nr. 18 av 21.3.2013, s. 7.

<sup>(1)</sup> EUT L 165 av 30.4.2004, s. 1.

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

<sup>(3)</sup> EUT L 218 av 24.8.2011, s. 23.

<sup>(4)</sup> EUT L 364 av 20.12.2006, s. 32.

<sup>(5)</sup> EFT L 125 av 23.5.1996, s. 10.

<sup>(6)</sup> EFT L 65 av 5.3.1998, s. 31.

- 6) En analyse med screeningmetode med allment anerkjent validering og høy kapasitet kan brukes til å identifisere prøver med et betydelig innhold av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB (fortrinnsvis en metode som gjør det mulig å velge ut prøver som overskrider tiltaksgrensene, og som sikrer at prøver som overskrider grenseverdiene, velges ut). Innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i disse prøvene må deretter bestemmes ved hjelp av en bekreftende analysemetode. Det bør derfor fastsettes hensiktsmessige krav til screeningmetoden som sikrer at andelen prøver som er falskt negative i forhold til grenseverdiene, ligger under 5 %, og strenge krav til den bekreftende analysemetoden. Med bekreftelsesmetoder vil dessuten lave bakgrunnsverdier kunne bestemmes. Dette er viktig for oppfølging av utviklingstrekk over tid, eksponeringsvurdering og for revurdering av grenseverdier og tiltaksgrenser.
- 7) Når det gjelder prøvetaking av svært store fisker, bør det fastsettes nærmere bestemmelser om prøvetakingen for å sikre en harmonisert metode i hele Unionen.
- 8) For fisker av samme art og fra samme område kan innholdet av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB variere avhengig av fiskens størrelse og/eller alder. Dessuten er innholdet av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB ikke alltid det samme i alle deler av fisken. Det bør derfor fastsettes nærmere bestemmelser om prøvetaking og tillaging av prøver for å sikre en harmonisert metode i hele Unionen.
- 9) Det er viktig at analyseresultatene rapporteres og tolkes på en ensartet måte for å sikre ensartet håndheving i hele Unionen.
- 10) Tiltakene fastsatt i denne forordning er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmiddelkjedene og dyrehelset, og verken Europaparlamentet eller Rådet har motsatt seg dem —

VEDTATT DENNE FORORDNING:

*Artikkel 1*

I denne forordning får definisjonene og forkortelsene fastsatt i vedlegg I anvendelse.

*Artikkel 2*

Prøvetaking beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner, furaner, dioksinlignende PCB og ikke-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 II til denne forordning.

*Artikkel 3*

Tillaging av prøver samt analyser 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 III til denne forordning.

*Artikkel 4*

Analyser beregnet på offentlig kontroll av innholdet av ikke-dioksinlignende PCB i næringsmidler oppført i avsnitt 5 i vedlegget til forordning (EF) nr. 1881/2006 skal gjennomføres i samsvar med kravene til analysemetoder angitt i vedlegg IV til denne forordning.

*Artikkel 5*

Forordning (EF) nr. 1883/2006 oppheves.

Henvisninger til den opphevede forordningen skal forstås som henvisninger til denne forordning.

*Artikkel 6*

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

Den får anvendelse fra den dagen den trer i kraft.

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

Utferdiget i Brussel, 21. mars 2012.

*For Kommissjonen*

José Manuel BARROSO

*President*

## VEDLEGG I

## Definisjoner og forkortelser

## I. DEFINISJONER

I denne forordning gjelder definisjoner fastsatt i vedlegg I til kommisjonsvedtak 2002/657/EF av 14. august 2002 om gjennomføring av rådsdirektiv 96/23/EF med hensyn til analysemetoders ytelse og tolking av resultater<sup>(1)</sup>.

I tillegg til disse definisjonene menes med:

- 1.1. «tiltaksgrense» den mengden av et gitt stoff, som fastsatt i vedlegget til rekommandasjon 2011/516/EU, som fører til undersøkelser for å avdekke kilden til nevnte stoff i de tilfeller der det er påvist økt mengde av stoffet,
- 1.2. «bioanalytiske metoder» metoder basert på bruken av biologiske prinsipper som cellebaserte prøver, reseptoranalyser eller immunologiske analyser. Disse metodene gir ikke et resultat på forbindelsesnivå, men gir en indikasjon<sup>(2)</sup> på TEQ-nivået, uttrykt i bioanalytiske ekvivalenter (BEQ), der det tas hensyn til at det kan finnes forbindelser i en prøveoppløsning som gir respons i analysen, men som ikke oppfyller alle kravene i TEQ-prinsippene,
- 1.3. «gjenfinningsgrad ved biologisk prøving» BEQ-nivået beregnet ut fra TCDD- eller PCB 126-kalibreringskurve korrigert for blindprøven og deretter delt på TEQ-nivået bestemt av GC/HRMS. Formålet er å korrigere for faktorer som tap av PCDD/PCDF og dioksinlignende forbindelser på ekstraksjons- og rensingsfasene, forbindelser som ekstraheres samtidig, og som forsterker eller svekker responsen (agonistiske og antagonistiske virkninger), kvaliteten på kurvetilpasningen eller forskjeller mellom TEF- og REP-verdiene. Gjenfinningsgraden ved biologisk prøving beregnes ut fra egnede referanseprøver med representative forbindelsesmønstre nær det relevante nivået.
- 1.4. «semikvantitative metoder» metoder som gir en omtrentlig indikasjon på konsentrasjonen i den eventuelle analytten, mens det numeriske resultatet ikke oppfyller kravene til kvantitative metoder,
- 1.5. «akseptert spesifikk grense for mengdebestemmelse av en enkeltforbindelse» konsentrasjonen av en analytt i det ekstraktet av en prøve som for de to ulike ionene som skal overvåkes, gir et instrumentutslag med et signal/støyforhold på 3:1 for det minst følsomme signalet, og som oppfyller identifikasjonskriteriene som er beskrevet, for eksempel i standard EN 16215 (Dyrefôr – Bestemmelse av dioksiner og dioksinlignende PCB ved GC/HRMS og av indikator-PCB ved GC/HRMS) og/eller i EPA-metode 1613 revisjon B,
- 1.6. «øvre konsentrasjon» det begrep som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik grensen for mengdebestemmelse,
- 1.7. «nedre konsentrasjon» det begrep som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik null,
- 1.8. «mellomkonsentrasjon» det begrep som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik halvparten av grensen for mengdebestemmelse,
- 1.9. «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 særlig prøvetakingsmetode,
- 1.10. «delparti» del av et stort parti som er valgt ut med sikte på bruk av prøvetakingsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk atskilt og identifiserbart,
- 1.11. «enkeltp prøve» en materialmengde som er tatt ut på et enkelt sted i partiet eller delpartiet,
- 1.12. «samleprøve» summen av enkeltp prøvene fra et parti eller delparti,
- 1.13. «laboratorieprøve» representativ del eller mengde av samleprøven bestemt for laboratoriet.

## II. FORKORTELSER

BEQ Bioanalytiske ekvivalenter

GC Gasskromatografi

<sup>(1)</sup> EFT L 221 av 17.8.2002, s. 8.

<sup>(2)</sup> Bioanalytiske metoder er ikke spesielt utformet for forbindelsene i TEF-systemet. I prøveoppløsningen kan det også finnes andre strukturelt beslektede AhR-aktive forbindelser som kan bidra til det samlede resultatet. Bioanalytiske resultater kan derfor ikke være et estimat, men snarere en indikasjon på TEQ-nivået i prøven.

---

HRMS	Høyopløselig massespektrometri
LRMS	Lavopløselig massespektrometri
PCB	Polyklorete bifenyler
PCDD	Polyklorete dibenzo-p-dioksiner
PCDF	Polyklorete dibenzofuraner
QC	Kvalitetskontroll
REP	Relativ potensfaktor
TEF	Toksisk ekvivalensfaktor
TEQ	Toksisitetsekvivalenter
TCDD	Tetraklordibenzodioksin
U	Utvidet måleusikkerhet

---

## VEDLEGG II

**Prøvetakingsmetoder for offentlig kontroll av innholdet av dioksiner (PCDD/PCDF), dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB i visse næringsmidler**

## I. VIRKEOMRÅDE

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av dioksiner (PCDD/PCDF), dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB, heretter kalt dioksiner og 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 de nivåer som er funnet i laboratorieprøvene, skal det avgjøres om grenseverdiene, fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006 om fastsettelse av grenseverdier for visse forurensende stoffer i næringsmidler, er overholdt.

## II. ALMINNELIGE BESTEMMELSER

**1. Personale**

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

**2. Materiale til prøvetaking**

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

**3. Forholdsregler**

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

**4. Enkeltprøver**

Enkeltprøver skal så langt det er mulig tas fra ulike steder i partiet eller delpartiet. Avvik fra denne framgangsmåten skal registreres i rapporten omhandlet i nr. II.8 i dette vedlegg.

**5. Tillaging av samleprøven**

Samleprøven skal oppnås ved å samle alle enkeltprøvene. Den skal veie minst 1 kg, med mindre dette ikke er praktisk mulig, f.eks. ved prøvetaking av en enkeltpakning eller dersom produktet har svært høy kommersiell verdi.

**6. Parallellprøver**

Parallellprøvene som tas for håndhevings-, klageadgangs- eller referanseformål, skal tas fra den homogeniserte samleprøven, 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 en dobbeltanalyse.

**7. Emballering og transport av prøver**

Hver prøve skal plasseres i en ren beholder av inert materiale som gir tilstrekkelig vern 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 lagring.

**8. Forsegling og merking av prøver**

Hver prøve som er tatt 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 sted for prøvetakingen og ytterligere opplysninger som kan være til hjelp for den som foretar analysen.

## III. PRØVETAKINGSPLAN

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

## 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 på et parti ikke alltid vil være et eksakt multiplum av vekten av delpartiene, kan vekten av delpartiene overskride den angitte vekten med høyst 20 %.

Tabell 1

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

Partiets vekt (tonn)	Delpartienes vekt eller antall
≥ 1 500	500 tonn
> 300 og < 1 500	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	—

## 2. Antall enkeltprøver

En samleprøve som er en samling av alle enkeltprøvene, skal veie minst 1 kg (se nr. II.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 produktets kvalitet, enten manuelt eller mekanisk, rett før prøvetaking. I så fall kan det antas at de forurensende stoffene er jevnt 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. II.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 (tabell 3 og 4 får anvendelse både for bulkpartier og for partier som består av enkeltpakninger).

Tabell 3

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

Partiets/delpartiets vekt eller volum (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.

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

Tabell 4

**Antall pakninger eller enheter (enkeltprøver) 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

**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. II.5).

- Dersom partiet som det skal tas prøver fra, inneholder små fisker (der hver fisk veier mindre enn 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 fiskenes midtparti. Enkeltprøvene som til sammen skal utgjøre samleprøven, skal veie minst 100 gram hver. Hele partiet som grenseverdien gjelder for, brukes til homogenisering av prøven.

Fiskens midtparti er der 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 enkeltprøvene 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. større enn 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 hodetdelen fra en og samme fisk, som så utgjør den enkeltprøven som er representativ for dioksininnholdet i hele fisken.

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

- Bestemmelsene i nr. III.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 partiet. Nærmere retningslinjer for slike tilfeller finnes i «Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight»<sup>(2)</sup>.

**5. Prøvetaking i detaljstledet**

Prøvetaking av næringsmidler i detaljstledet skal om mulig skje i samsvar med bestemmelsene om prøvetaking fastsatt i nr. III.2 i dette vedlegg.

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

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)

## IV. PARTIETS ELLER DELPARTIETS SAMSVAR MED SPESIFIKASJONENE

## 1. Med hensyn til ikke-dioksinlignende PCB

Partiet godkjennes dersom resultatet av en analyse ikke overskrider grenseverdien for ikke-dioksinlignende PCB som 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 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 én av følgende måter:

- Ved å beregne den utvidede usikkerheten 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.
- Ved å fastslå beslutningsgrensen ( $CC\alpha$ ) i henhold til bestemmelsene i vedtak 2002/657/EF (nr. 3.1.2.5 i vedlegg I til nevnte vedtak — 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  $CC\alpha$ .

Ovennevnte tolkningsregler gjelder for de analyseresultater av prøver som tas for offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- eller referanseformål gjelder nasjonale regler.

## 2. Med hensyn til dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende PCB

Partiet godkjennes dersom resultatet av en enkelt analyse

- utført ved hjelp av screeningmetode der andelen falskt negative prøver er under 5 %, angir at nivået ikke overskrider grenseverdiene for henholdsvis PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006,
- utført ved en bekreftelsesmetode, ikke overskrider grenseverdiene for henholdsvis PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB som fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006, idet det tas hensyn til måleusikkerheten.

For screeningprøver skal det fastsettes en terskelverdi som danner grunnlaget for beslutningen om hvorvidt de ulike nivåene som er etablert for enten PCDD/PCDF eller for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB, er overholdt.

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 som analyseresultatet viser, oppnådd ved bruk av bekreftelsesmetode og bekreftet ved en analyse nummer to<sup>(3)</sup>, overskrider grenseverdien, idet det tas hensyn til måleusikkerheten.

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

- Ved å beregne den utvidede usikkerheten 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 PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB bestemmes hver for seg, skal summen av beregnet utvidet usikkerhet for de separate analyseresultatene for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB brukes som beregnet utvidet usikkerhet for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.
- Ved å fastsette beslutningsgrensen ( $CC\alpha$ ) i samsvar med bestemmelsene i vedtak 2002/657/EF (nr. 3.1.2.5 i vedlegg I til nevnte vedtak — for stoffer som det er fastsatt en tillatt grense for) oppfylt et parti eller delparti ikke kravene dersom den målte verdien er lik eller høyere enn  $CC\alpha$ .

Ovennevnte tolkningsregler gjelder for de analyseresultater av prøver som tas for offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- eller referanseformål gjelder nasjonale regler.

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



## V. OVERSKRIDELSE AV TILTAKSGRENSER

Tiltaksgrenser er et verktøy for utvelging av prøver der det er relevant å identifisere en forureningskilde, og å treffe tiltak for å redusere eller fjerne den. Med screeningmetoder fastsettes hensiktsmessige terskelverdier for utvelging av disse prøvene. Det nødvendige arbeidet for å identifisere en forureningskilde og redusere eller fjerne den skal innledes bare dersom overskridelse av tiltaksgrensen er bekreftet gjennom dobbeltanalyse med en bekreftelsesmetode og idet det tas hensyn til måleusikkerheten<sup>(4)</sup>.

---

---

<sup>(4)</sup> Samme forklaring og krav til to analyser for kontroll av tiltaksgrenser som for grenseverdier i fotnote nr. 3.

## VEDLEGG III

**Tillaging av prøver og krav til analysemetoder til 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 2,3,7,8-substituerte polyklorerte dibenzo-p-dioksiner og polyklorerte dibenzofuraner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende polyklorerte bifenyler (dioksinlignende PCB) og for andre forskriftsmessige formål.

Overvåking av innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i næringsmidler kan ha to ulike formål:

- a) Utvelging av de prøver der innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB overskrider grenseverdiene eller tiltaksgrensene. Denne framgangsmåten kan omfatte en screeningmetode som gir kostnadseffektiv og høy prøvekapasitet, og som dermed øker mulighetene til å oppdage nye hendelser med høy eksponering og helsefare for forbrukerne. Screeningmetoder kan omfatte bioanalytiske metoder og GC/MS-metoder. Bruken av disse metodene bør ta sikte på å unngå falskt negative resultater. Innholdet av PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøvene med et betydelig innhold skal bestemmes/bekreftes med en bekreftelsesmetode.
- b) Bestemmelse av innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i næringsmiddelprøver med lave bakgrunnsverdier. Dette er viktig for å kunne følge utviklingen over tid og eksponeringsvurderinger av befolkningen og for å kunne opprette en database for eventuell ny vurdering av tiltaksgrensene og grenseverdiene. Dette målet nås gjennom bekreftelsesmetoder som gjør det mulig å identifisere og kvantifisere PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB på det aktuelle nivået på en entydig måte. Disse metodene kan brukes for bekreftelse av resultater oppnådd med screeningmetoder og for bestemmelse av lave bakgrunnsverdier i næringsmiddelovervåkingen. De er også viktige for å fastslå forbindelsesmønstre for å påvise kilden til en eventuell forurensning. For tiden brukes gasskromatografi/massespektrometri med høy oppløsning (HRGC/HRMS) i disse metodene.

2. KLASSIFISERING AV METODER VED KVANTIFISERINGSGRAD<sup>(1)</sup>

«Kvalitative metoder» gir bare et ja/nei-svar på forekomsten av aktuelle analytter og ingen opplysninger om den eventuelle analyttens konsentrasjon. Disse metodene kan eventuelt gi semikvantitative resultater, men de brukes bare som et ja/nei-svar for å påvise forekomster over eller under et visst nivå, som påvisningsgrense, grense for mengdebestemmelser eller terskelverdi.

Ved kontroll av grenseverdier og tiltaksgrenser for PCDD/PCDF og dioksinlignende forbindelser i næringsmidler kan screeningmetoder brukes, der analyseresultatet sammenlignes med en terskelverdi og som gir et ja/nei-svar på om det aktuelle nivået eventuelt er overskredet. For dette formål ble bioanalytiske metoder innført. I utgangspunktet kunne man også utvikle fysikalsk-kjemiske metoder, men det finnes ingen eksempler på slike metoder for TEQ-baserte grenseverdier og tiltaksgrenser og for de kompliserte analysene for bestemmelse av relevante enkeltforbindelser.

«Semikvantitative metoder» gir en omtrentlig indikasjon på konsentrasjonen, noe som kan være nyttige opplysninger om analyttens konsentrasjonsområde, og som kan brukes til å bestemme det kalibreringsområdet som skal brukes for den etterfølgende bekreftende prøven og for å utføre kvalitetskontroller. Eksempler omfatter:

- bioanalytiske metoder som kan påvise de aktuelle analyttene, herunder en kalibreringskurve, gi et ja/nei-svar på mulig overskridelse av det aktuelle nivået og gjøre det mulig å rapportere resultatet som bioanalytiske ekvivalenter (BEQ), som gir en indikasjon på prøvens TEQ-verdi.
- fysikalsk-kjemisk test (f.eks. GC-MS/MS eller GC/LRMS) der metodens målte presisjonsnivå ikke oppfyller kravene til kvantitative tester.

<sup>(1)</sup> Tilpasset til PCDD/PCDF og dioksinlignende forbindelser fra «Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines», EU-referanselaboratorier (EURL) for restmengder av veterinærpreparater og forurensende stoffer i næringsmidler av animalsk opprinnelse i Fougères. Berlin og Bilthoven, 20/1/2010, [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab\\_analysis\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm)

«Kvantitative metoder» oppfyller de samme krav til nøyaktighet, måleområde og presisjon som bekreftende prøver. Når kvantifisering er påkrevd, skal disse metodene valideres som bekreftelsesmetoder, slik det er beskrevet i dette dokumentet for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.

### 3. BAKGRUNN

For beregning av konsentrasjonene av toksisitetsekvivalenter (TEQ) skal konsentrasjonene av de enkelte stoffene i en gitt prøve 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 TEQ.

Screening- og bekreftelsesmetoder skal brukes til kontroll av en viss matriks bare dersom metodene er følsomme nok til å oppdage forekomster på det aktuelle nivået (tiltaksgrense eller grenseverdi) på en pålitelig måte.

### 4. KRAV TIL KVALITETSSIKRING

- 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 som er egnet for oppbevaring uten at innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøvene påvirkes. Spor av papirstøv skal fjernes fra prøvebeholderen.
- Oppbevaring og transport av prøven 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 er viktig å kontrollere om reagenser, glassvarer og utstyr eventuelt kan påvirke de TEQ- eller BEQ-baserte resultatene.
- Det skal utføres en blindanalyse ved å gjennomføre hele analyseprosessen, men uten prøven.
- For bioanalytiske metoder er det svært viktig at alle glassvarer og løsemidler som brukes i analysene, ikke inneholder forbindelser som kan interferere med påvisningen av målforbindelser i måleområdet. Glassvarer skal skylles med løsemidler og/eller varmes opp til de temperaturer som kreves for å fjerne spor av PCDD/PCDF, dioksinlignende forbindelser og interfererende forbindelser fra overflatene.
- Prøven som ekstraheres må være tilstrekkelig stor til å oppfylle kravene om et tilstrekkelig lavt måleområde som omfatter de aktuelle konsentrasjonene.
- De enkelte framgangsmåtene for tillaging av prøver som brukes for de aktuelle produktene, skal følge internasjonalt anerkjente retningslinjer.
- Når det gjelder fisker, skal skinnen fjernes, ettersom grenseverdien gjelder muskelkjøtt uten skinn. Alle rester av muskelkjøtt og fettvev på innsiden av skinnen skal imidlertid nøye og fullstendig skrapes av og legges til prøven som skal analyseres.

### 5. KRAV TIL LABORATORIER

- I samsvar med bestemmelsene i forordning (EF) nr. 882/2004 skal laboratoriene være akkreditert av et godkjent organ som oppfyller kravene i ISO Guide 58, for å sikre at de kvalitetssikrer sine analyser. Laboratoriene skal være akkreditert i henhold til standarden EN ISO/IEC 17025.
- Laboratoriets kompetanse skal dokumenteres ved løpende deltaking med vellykket resultat i undersøkelser foretatt ved flere laboratorier for bestemmelse av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i relevante næringsmidler og konsentrasjonsområder.
- Laboratorier som bruker screeningmetoder for rutinekontroll av prøver, skal ha et tett samarbeid med laboratorier som bruker bekreftelsesmetoden, både for kvalitetskontroll og for å bekrefte analyseresultatet av mistenkte prøver.

6. GRUNNLEGGENDE KRAV TIL ANALYSEMETODER FOR DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG DIOKSINLIGNENDE PCB
- 6.1. **Lavt måleområde og lave grenser for mengdebestemmelse**
- På grunn av den ekstremt høye giftigheten noen av PCDD/PCDF-forbindelsene har, skal påvisningsgrensen for disse ligge innenfor størrelsesordenen øvre femtogram ( $10^{-15}$ g). For de fleste PCB-forbindelser er det tilstrekkelig at grensen for mengdebestemmelse er i størrelsesordenen nanogram ( $10^{-9}$ g). Ved måling av de giftigere dioksinlignende PCB-forbindelsene (særlig non-orto-substituerte forbindelser) må imidlertid den laveste delen av måleområdet nå de lave pikogramnivåene ( $10^{-12}$  g).
- 6.2. **Høy selektivitet (spesifisitet)**
- Det må kunne skilles mellom PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB og en rekke andre potensielt interfererende forbindelser som ekstraheres samtidig, og som forekommer i konsentrasjoner som kan være flere ganger høyere enn de relevante analyttene. For metoder med gasskromatografi/massespektrometri (GC/MS) skal det kunne skilles mellom ulike forbindelser, f.eks. mellom giftige (som de sytten 2,3,7,8-substituerte PCDD/PCDF og de tolv dioksinlignende PCB) og andre forbindelser.
  - Bioanalytiske metoder skal kunne påvise målforbindelser som summen av PCDD/PCDF og/eller dioksinlignende PCB. Ved rensing av prøven skal målet være å fjerne forbindelser som forårsaker falskt positive resultater, eller forbindelser som kan svekke responsen og dermed forårsake falskt negative resultater.
- 6.3. **Høy nøyaktighet (riktighet og presisjon, gjenfinningsgrad ved biologisk prøving)**
- For GC/MS-metoder skal bestemmelsen gi et gyldig anslag over den faktiske konsentrasjonen i en prøve. Høy nøyaktighet (nøyaktighet i måling: graden av samsvar mellom måleresultatet og målingens riktige eller tildelte verdi) er nødvendig for å unngå at et resultat av en analyse avvikes på grunn av lav pålitelighet når det gjelder det fastsatte TEQ-nivået. 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).
  - For bioanalytiske metoder skal gjenfinningsgraden ved biologisk prøving bestemmes.
- 6.4. **Validering innenfor det aktuelle nivået og alminnelige kvalitetskontrolltiltak**
- Laboratoriene skal dokumentere en metodes ytelse innenfor området for det aktuelle nivået, f.eks. 0,5, 1 og 2 ganger det aktuelle nivået, med en akseptabel variasjonskoeffisient for gjentatte analyser under validering og/eller rutineanalyser.
  - Som interne kvalitetskontrolltiltak skal det foretas jevnlig blindkontroller og tilsetningsforsøk eller analyser av kontrollprøver (om mulig helst med sertifisert referansemateriale). Kvalitetskontrolldiagrammer for blindprøver, tilsetningsforsøk eller analysing av kontrollprøver skal utarbeides og kontrolleres for å sikre analyseytelsen oppfyller kravene.
- 6.5. **Grense for mengdebestemmelse**
- For en bioanalytisk screeningmetode er det ikke påkrevd å fastsette en grense for mengdebestemmelse (LOQ), men det skal dokumenteres at metoden kan skille mellom blindprøven og terskelverdien. Når et BEQ-nivå bestemmes, skal det fastsettes et rapporteringsnivå for å håndtere prøver som gir respons under dette nivået. Det skal dokumenteres at rapporteringsnivået er forskjellig fra metodens blindprøver med en faktor på minst tre med en respons under måleområdet. Det skal derfor beregnes ut fra prøver som har et innhold av målforbindelser nær det påkrevde minstenivået, og ikke ut fra et signal/støy-forhold eller en blindprøve.
  - Grensen for mengdebestemmelse (LOQ) for en bekreftelsesmetode skal ligge innenfor ca. én femdel av det aktuelle nivået.
- 6.6. **Analysekriterier**
- For å sikre pålitelige resultater fra bekreftelses- eller screeningmetoder skal følgende kriterier være oppfylt for henholdsvis TEQ- og BEQ-verdien, uavhengig om den bestemmes som samlet TEQ (summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB) eller separat for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.

	Screening med bioanalytiske eller fysikalsk-kjemiske metoder.	Bekreftelsesmetoder
Andel falskt negative prøver(*)	< 5 %	
Riktighet		- 20+ 20 %
Repererbarhet (RSD <sub>i</sub> )	< 20 %	
Reproduserbarhet innenfor laboratoriet (RSD <sub>R</sub> )	< 25 %	< 15 %

(\*) med hensyn til grenseverdiene

#### 6.7. Særlige krav til screeningmetoder

- Både GC/MS- og bioanalytiske metoder kan brukes til screening. Ved bruk av GC/MS-metoder får kravene fastsatt i nr. 7 i dette vedlegg anvendelse. For cellebaserte bioanalytiske metoder er det fastsatt særlige krav i nr. 8 i dette vedlegg.
- Laboratorier som bruker screeningmetoder for rutinekontroll av prøver, skal ha et tett samarbeid med laboratorier som bruker bekreftelsesmetoden.
- Screeningmetodens ytelse skal kontrolleres ved rutineanalyser gjennom analytisk kvalitetskontroll og fortløpende metodevalidering. Det skal foreligge et løpende program for kontroll av negative resultater.
- *Kontroll av mulig hemming av cellerespons og cytotoxisitet*

Ved rutinemessig screening skal 20 % av prøveekstraktene analyseres med og uten tilsetning av den mengde 2,3,7,8-TCDD som tilsvarende det aktuelle nivået, for å kontrollere om responsen eventuelt hemmes av interfererende stoffer i prøveekstraktet. Den målte konsentrasjonen i prøven med tilsetning skal sammenlignes med summen av konsentrasjonen i prøven uten tilsetning og tilsetningskonsentrasjonen. Dersom den målte konsentrasjonen er mer enn 25 % lavere enn beregnet konsentrasjon (summen), tyder dette på at signalet eventuelt hemmes, og den aktuelle prøven skal gjennomgå en bekreftende GC/HRMS-analyse. Resultatene skal kontrolleres ved hjelp av kvalitetskontrolldiagrammer.

- *Kvalitetskontroll av negative prøver*

Om lag 2–10 % av de negative prøvene, avhengig av prøvematriks og laboratoriets erfaringsnivå, skal bekreftes med GC-HRMS.

- *Bestemmelse av andel falskt negative prøver på grunnlag av kvalitetskontrolldata*

Andelen falskt negative resultater fra screening av prøver som ligger under og over grenseverdien eller tiltaksgrensen, skal bestemmes. Den faktiske andelen falskt negative prøver skal være under 5 %.

Når det foreligger minst 20 bekreftede resultater per matriks/matriksgruppe fra kvalitetskontrollen av negative prøver, skal disse opplysningene danne grunnlaget for å trekke konklusjoner om andelen falskt negative prøver. Resultater av prøver analysert ved ringprøving eller under forurensningshendelser som dekker et konsentrasjonsområde på opptil f.eks. to ganger grenseverdien, kan også tas med i de minst 20 resultatene som skal legges til grunn for vurderingen av andelen falskt negative prøver. Prøvene skal omfatte de vanligste forbindelsesmønstrene og representere ulike kilder.

Selv om formålet med screeningprøver fortrinnsvis er å oppdage prøver som overskrider tiltaksgrensen, er det grenseverdien som er kriteriet for å bestemme andelen falskt negative prøver, idet det tas hensyn til bekreftelsesmetodens måleusikkerhet.

- Eventuelle positive screeningresultater skal alltid kontrolleres med en bekreftende analysemetode (GC/HRMS). Disse prøveresultatene kan også brukes til å vurdere andelen falskt positive prøver. For screeningmetoder er andelen falskt positive prøver den andelen av resultater som en bekreftende GC/HRMS-analyse bekrefter som negative v, selv om prøven i en tidligere screening er erklært som mistenkt positiv. En vurdering av hvor godt screeningmetoden fungerer, skal imidlertid baseres på en sammenligning av falskt positive prøver og det samlede antall prøver som er undersøkt. Andelen skal være tilstrekkelig lav til at det lønner seg å bruke en screeningmetode.

- Bioanalytiske metoder skal, i hvert fall under valideringsforhold, gi en gyldig indikasjon på TEQ-nivået, beregnet og uttrykt i BEQ.
- Også for bioanalytiske metoder som gjennomføres under repeterbarhetsforhold, vil intern  $RSD_t$  normalt være mindre enn  $RSD_R$  (reproduserbarhet).

## 7. SÆRLIGE KRAV TIL GC/HRMS-METODER I FORBINDELSE MED SCREENING ELLER BEKREFTELSE

### 7.1. Almennelige krav

- Differansen mellom øvre og nedre konsentrasjon av forbindelsene skal ikke overskride 20 % for næringsmidler med en forurensning 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. 0,5 pg WHO-TEQ/g produkt, kan det være en differanse på 25–40 % mellom øvre og nedre konsentrasjon.

### 7.2. Kontroll av gjenfinning

- For å validere analysemetoden må det tilsettes  $^{13}\text{C}$ -merkede 2,3,7,8-klorsubstituerte interne PCDD/PCDF-standarter og  $^{13}\text{C}$ -merkede interne dioksinlignende PCB-standarter helt i begynnelsen av analysemetoden, f.eks. før ekstraksjon. Det skal tilsettes minst én forbindelse for hver av de tetra- til okta-klorerte homologe gruppene av PCDD/PCDF 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/PCDF og dioksinlignende PCB). Ved bekreftelsesmetoder skal alle de sytten  $^{13}\text{C}$ -merkede 2,3,7,8-substituerte interne PCDD/PCDF-standarter og alle de tolv  $^{13}\text{C}$ -merkede interne dioksinlignende PCB-standarter brukes.
- Ved hjelp av relevante kalibreringsløsninger skal dessuten relative responsfaktorer bestemmes for de forbindelser som det ikke tilsettes en  $^{13}\text{C}$ -merket analog for.
- For næringsmidler av vegetabilsk og animalsk opprinnelse som inneholder mindre enn 10 % fett, skal interne standarter tilsettes før ekstraksjonen. For næringsmidler av animalsk opprinnelse som inneholder mer enn 10 % fett, kan de interne standarterne tilsettes enten før eller etter fettekstraksjonen. Det skal foretas en hensiktsmessig validering av ekstraksjonseffektiviteten avhengig av i hvilken fase de interne standarterne ble tilsatt, og av om resultatene er produkt- eller fettbaserte.
- Før GC/MS-analysen skal det tilsettes en eller to gjenfinningsstandarter (surrogstandarter).
- Gjenfinningen må kontrolleres. For bekreftelsesmetoder skal gjenfinningen av de enkelte interne standarterne ligge i området 60–120 %. For enkeltforbindelser, særlig visse hepta- og okta-klorerte dibenzo-p-dioksiner og dibenzofuraner, kan lavere eller høyere gjenfinning godtas, forutsatt at deres bidrag til TEQ-verdien ikke utgjør mer enn 10 % av den samlede TEQ-verdien (basert på summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB). Ved bruk av GC/MS-screeningmetoder skal gjenfinningen ligge i området 30–140 %.

### 7.3. Fjerning av interfererende stoffer

- PCDD/PCDF skal separeres fra interfererende klorerte forbindelser som ikke-dioksinlignende PCB og klorerte difenyletere ved hjelp av egnede kromatografiteknikker (fortrinnsvis med florisil-, aluminiumoksid- og/eller karbonkolonne).
- Gasskromatografisk separasjon av isomerer skal være tilstrekkelig (< 25 % fra topp til topp mellom 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

### 7.4. Kalibrering med standardkurve

- Området for kalibreringskurven skal dekke de relevante aktuelle nivåene.

## 8. SÆRLIGE KRAV TIL BIOANALYTISKE METODER

Bioanalytiske metoder er metoder basert på bruken av biologiske prinsipper som cellebaserte prøver, reseptoranalyser eller immunologiske analyser. Her i nr. 8 fastsettes allmenne krav til bioanalytiske metoder.

Gjennom en sammenligning av beregnet BEQ-nivå og terskelverdien (se 8.3) klassifiserer en screeningmetode i prinsippet en prøve som enten negativ eller mistenkt positiv. Prøver under terskelverdien erklæres som negative, og prøver som er lik eller over terskelverdien som mistenkt positive og må analyseres med en bekreftelsesmetode. I praksis kan et BEQ-nivå som tilsvarer 2/3 av grenseverdien, fungere som den mest hensiktsmessige terskelverdien for å sikre at andelen falskt negative prøver er på under 5 % og at andelen falskt positive prøver er akseptabel. Med særskilte grenseverdier for PCDD/PCDF og for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB kreves det hensiktsmessige terskelverdier for biologiske prøver av PCDD/PCDF for å kunne kontrollere om prøvene oppfyller kravene uten fraksjonering. For kontroll av prøver som overskrider tiltaksgrensene, kan en egnet prosentandel av det aktuelle nivået være en egnet terskelverdi.

Når det gjelder visse bioanalytiske metoder, kan dessuten et veiledende nivå uttrykt i BEQ gis for prøver i måleområdet som overskrider rapporteringsgrensen (se 8.1.1 og 8.1.6)

## 8.1. Vurdering av analyseresponsen

### 8.1.1. Alminnelige krav

- Når konsentrasjonene beregnes ut fra en TCDD-kalibreringskurve, vil de laveste og høyeste konsentrasjonene i kurven vise en høy variasjon (høy variasjonskoeffisient). Måleområdet er området der variasjonskoeffisienten er lavere enn 15 %. Den nedre delen av måleområdet (rapporteringsgrensen) må settes betydelig høyere enn metodens blindprøver (med en faktor på minst tre). Den høyeste konsentrasjonen i måleområdet er vanligvis representert med en  $EC_{70}$ -verdi (70 % av høyeste effektive konsentrasjon), men lavere dersom variasjonskoeffisienten er høyere enn 15 % i dette området. Måleområdet skal fastslås under validering. Terskelverdier (8.3) må ligge godt innenfor måleområdet.
- Standardløsninger og prøveekstrakter skal analyseres minst to ganger. Ved bruk av en dobbeltanalyse skal en standardløsning eller et kontrollekstrakt som er analysert i 4–6 brønner fordelt over platen, gi en respons eller en konsentrasjon (bare mulig i måleområdet) basert på en variasjonskoeffisient på  $< 15$  %.

### 8.1.2. Kalibrering

#### 8.1.2.1. Kalibrering med standardkurve

- Innholdet i prøver kan beregnes ved å sammenligne analyseresponsen med en TCDD-kalibreringskurve (eller PCB 126 eller en standardblanding av PCDD/PCDF/dioksinlignende PCB) for å beregne BEQ-nivået i ekstraktet og deretter i prøven.
- Kalibreringskurvene skal inneholde 8–12 konsentrasjoner (minst en dobbeltanalyse) med nok konsentrasjoner i den nedre delen av kurven (måleområdet). Det skal legges særlig vekt på kvaliteten på kurvetilpasningen i den nedre delen av måleområdet. Når tilpasningsgraden ved ikke-lineær regresjon skal bedømmes, har  $R^2$ -verdien liten eller ingen betydning. En bedre kurvetilpasning oppnås ved å redusere forskjellen mellom beregnede og observerte konsentrasjoner innenfor kurvens måleområde til et minimum (f.eks. ved å redusere residualsommen).
- Beregnet innhold i prøveoppløsningen korrigeres deretter for BEQ-nivået som er beregnet for en matriks- eller løsemiddelblindprøve (for å ta hensyn til urenheter fra løsemidler og kjemiske stoffer som er brukt), og for gjenfinningsgraden (beregnet ut fra BEQ-nivået i egnede referanseprøver med forbindelsesmønstre som ligger nær det aktuelle nivået). Når man korrigerer for gjenfinning, skal gjenfinningsgraden alltid være innenfor påkrevd område (se nr. 8.1.4). Referanseprøver som brukes for å korrigere gjenfinningen, må oppfylle kravene angitt i nr. 8.2.

#### 8.1.2.2. Kalibrering med referanseprøver

En kalibreringskurve framstilt av minst fire referanseprøver (se nr. 8.2: en matriksblindprøve og tre referanseprøver på 0,5, 1 og 2 ganger det aktuelle nivået) nær det aktuelle nivået kan eventuelt brukes, noe som fjerner behovet for å korrigere for blindprøve og gjenfinning. I slike tilfeller kan analyseresponsen som tilsvarer 2/3 av grenseverdien, (se 8.3) beregnes direkte fra disse prøvene og brukes som terskelverdi. For kontroll av prøver som overskrider tiltaksgrensene, vil en egnet prosentandel av disse tiltaksgrensene være en egnet terskelverdi.

#### 8.1.3. Separat bestemmelse av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB

Ekstraktene kan deles opp i fraksjoner som inneholder PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB, slik at TEQ-nivåene (i BEQ) for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB kan oppgis hver for seg. Det skal fortrinnsvis brukes en PCB 126-standardkalibreringskurve til å vurdere resultatene for fraksjonen som inneholder dioksinlignende PCB.

#### 8.1.4. *Gjenfinningsgrad ved biologisk prøving*

«Gjenfinningsgrad ved biologisk prøving» skal beregnes ut fra egnede referanseprøver med representative forbindelsesmønstre nær det aktuelle nivået, og uttrykkes i prosentandel av BEQ-nivået sammenlignet med TEQ-nivået. Avhengig av analysetype og hvilke TEF-verdier<sup>(1)</sup> som er brukt, kan forskjellene mellom TEF- og REP-faktorene for dioksinlignende PCB forårsake lav gjenfinningsgrad for dioksinlignende PCB sammenlignet med PCDD/PCDF. Dersom det utføres en separat bestemmelse av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB, skal gjenfinningsgraden ved biologisk prøving derfor være 25–60 % for dioksinlignende PCB og 50–130 % for PCDD/PCDF (områdene gjelder for TCDD-kalibreringskurven). Bidraget fra dioksinlignende PCB til summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB kan variere mellom ulike matrikser og prøver. Disse variasjonene gjenspeiles i gjenfinningsgraden ved biologisk prøving, som skal ligge innenfor 30-130 % av summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.

#### 8.1.5. *Kontroll av gjenfinning etter rensing*

- Tap av forbindelser under rensing skal kontrolleres under validering. En blindprøve tilsatt en blanding av ulike forbindelser skal gjennomgå rensing (minst  $n = 3$ ), og gjenfinning og variabilitet kontrolleres ved en GC/HRMS-analyse. Gjenfinningen skal være i området 60–120 %, særlig for forbindelser som bidrar med mer enn 10 % til TEQ-nivået i de ulike blandingene.

#### 8.1.6. *Rapporteringsgrense*

- Ved rapportering av BEQ-nivåer skal det fastsettes en rapporteringsgrense ut fra relevante matriksprøver med typiske forbindelsesmønstre, men ikke ut fra standardenes kalibreringskurve, ettersom presisjonen er lav i den nedre delen av kurven. Det skal tas hensyn til virkningene av ekstraksjon og rensing. Rapporteringsgrensen skal ligge betydelig over metodens blindprøver (minst med en faktor på tre).

#### 8.2. **Bruk av referanseprøver**

- Referanseprøven skal representere prøvematriks, forbindelsesmønstre og konsentrasjonsområder for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB nær det aktuelle nivået (grenseverdier eller tiltaksgrenser).
- En metodeblindprøve, eller helst en matriksblindprøve, og en referanseprøve ved det aktuelle nivået skal inngå i hver analyseserie. Disse prøvene må ekstraheres og analyseres samtidig under identiske forhold. For å sikre at analysen er egnet, skal referanseprøven vise en klart høyere respons enn blindprøven. Disse prøvene kan brukes til å korrigere for blindprøver og gjenfinning.
- Referanseprøver som er valgt ut for å korrigere for gjenfinning, skal være representative for alle analyseprøver, slik at forbindelsesmønstre ikke skal føre til at nivåene undervurderes.
- Det kan brukes ekstra referanseprøver med en konsentrasjon på f.eks. 0,5 og 2 ganger det aktuelle nivået for å påvise analysens effektivitet innenfor det området som er relevant for kontrollen av det aktuelle nivået. Til sammen kan disse prøvene brukes til å beregne BEQ-nivåene i analyseprøvene (8.1.2.2).

#### 8.3. **Bestemmelse av terskelverdier**

Forholdet mellom bioanalytiske resultater i BEQ og GC/HRMS-resultater i TEQ skal fastsettes (f.eks. gjennom matrikstilpassede kalibreringsforsøk med referanseprøver tilsatt 0, 0,5, 1 og 2 ganger grenseverdien, med seks repetisjoner på hvert nivå ( $n = 24$ )). Korreksjonsfaktorer (blindprøver og gjenfinning) kan beregnes ut fra dette forholdet, men dette skal kontrolleres i hver analyseserie, ved at metode- eller matriksblindprøver og prøver for gjenfinning inngår (8.2).

Det skal fastsettes terskelverdier for å avgjøre om en prøve overholder grenseverdiene eller, dersom det er relevant, for å kontrollere tiltaksgrensene ut fra gjeldende aktuelle nivåer for enten PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB hver for seg, eller for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB. De representeres av det *nedre* endepunktet i fordelingen av bioanalytiske resultater (korrigert for blindprøve og gjenfinning), som tilsvarer beslutningsgrensen for GC/HRMS basert på et konfidensnivå på 95 %, noe som innebærer en andel falskt negative prøver  $< 5\%$  og en  $RSD_R$  på  $< 25\%$ . Beslutningsgrensen for GC/HRMS er grenseverdien, idet det tas hensyn til måleusikkerheten.

I praksis kan terskelverdien (i BEQ) beregnes på følgende måte (se figur 1):

<sup>(1)</sup> Gjeldende krav er basert på TEF-verdiene offentliggjort i: M. Van den Berg et al, *Toxicol. Sci.* 93(2), 223-241 (2006).



8.3.1. Ved bruk av det *nedre* båndet i prediksjonsintervallet på 95 % ved GC/HRMS-beslutningsgrensen

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

med

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  BEQ-verdien tilsvarer beslutningsgrensen for GC/HRMS, som er grenseverdien idet det tas hensyn til måleusikkerheten

$s_{y,x}$  standard restavvik

$t_{\alpha, f=m-2}$  Student-t-faktor ( $\alpha = 5 \%$ ,  $f =$  frihetsgrader, ensidige)

$m$  samlet antall kalibreringspunkter (indeks  $j$ )

$n$  antall prøver per konsentrasjon (repetisjoner)

$x_i$  prøvekonsentrasjon for kalibreringspunkt  $i$  analysert med GC/HRMS (i TEQ)

$\bar{x}$  gjennomsnitt av konsentrasjonene (i TEQ) for alle kalibreringsprøvene

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2 \text{ parameter kvadratsum, } i = \text{indeks for kalibreringspunkt } i$$

8.3.2. Beregnet ut fra bioanalytiske resultater (korrigert for blindprøve og gjenfinning) av flere analyser av prøver ( $n \geq 6$ ) forurenset ved beslutningsgrensen for GC/HRMS, som er *nedre* endepunkt for fordeling av data ved tilsvarende gjennomsnittsverdi for BEQ, og med formelen:

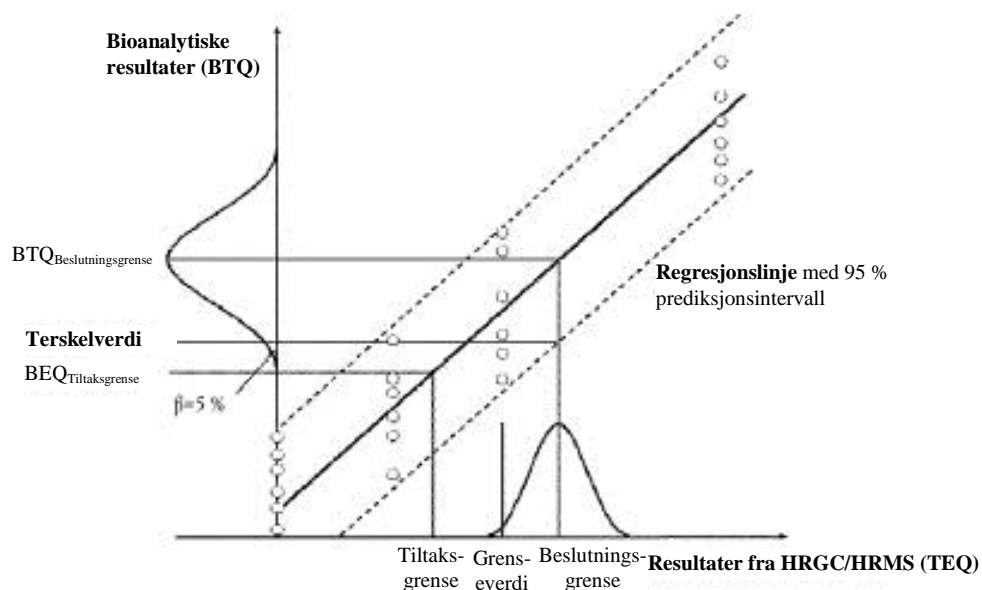
$$\text{Terskelverdi} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

med

$\text{SD}_R$  standardavvik for resultat fra biologiske prøver med  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$ , målt under interne reproduserbarhetsforhold

8.3.3. Beregnet som gjennomsnittsverdi av bioanalytiske resultater (i BEQ, korrigert for blindprøve og gjenfinning) fra flere analyser av prøver ( $n \geq 6$ ) forurenset med et innhold som tilsvarer 2/3 av det aktuelle nivået. Dette er basert på den observasjon at dette nivået vil ligge nær terskelverdien fastsatt i henhold til 8.3.1 eller 8.3.2.

Figur 1



Beregning av terskelverdier basert på et konfidensnivå på 95 %, noe som innebærer en andel falskt negative prøver på < 5 % og en  $RSD_R$  på < 25 %: 1. fra det *nedre* båndet i prediksjonsintervallet på 95 % ved GC/HRMS-beslutningsgrensen, 2. fra flere analyser av prøver ( $n \geq 6$ ) forurenset ved HRGC/HRMS-beslutningsgrensen som det *nedre* endepunkt for fordeling av data (representert ved en klokkeformet kurve i figuren) ved tilsvarende gjennomsnittsverdi for BEQ.

#### 8.3.4. Begrensninger for terskelverdier:

BEQ-baserte terskelverdier beregnet ut fra  $RSD_R$  som ble bestemt under valideringen ved hjelp av et begrenset antall prøver med ulike matris-/forbindelsesmønstre, kan være høyere enn de TEQ-baserte aktuelle nivåene, ettersom det oppnås høyere presisjon enn det som er mulig å oppnå i rutineanalyser, når et ukjent spektrum av mulige forbindelsesmønstre må kontrolleres. I slike tilfeller skal terskelverdier beregnes ut fra en  $RSD_R$  på 25 % eller helst 2/3 av det aktuelle nivået.

#### 8.4. Ytelseegenskaper

- Ettersom det ikke kan brukes interne standarder ved bioanalytiske metoder, skal det gjennomføres gjentatte analyser for å framskaffe opplysninger om standardavviket innenfor og mellom analyseserier. Repeterbarheten skal være under 20 %, intern reproduserbarhet skal være under 25 %. Dette skal baseres på beregnet innholdet i BEQ, etter korrigering for blindprøve og gjenfinning.
- Som en del av valideringsprosessen skal analysen vise at metoden kan skille mellom en blindprøve og et nivå ved terskelverdien, slik at prøver over den aktuelle terskelverdien kan identifiseres (se 8.1.2).
- Målforbindelser, mulig interferens og høyeste tolererte blindprøvenivåer skal fastsettes.
- Standardavviket i responsen eller konsentrasjonen beregnet ut fra responsen (bare mulig i måleområdet) ved en tredobbel bestemmelse av prøveekstraktet skal ikke overskride 15 %.
- De ukorrigerede resultatene av referanseprøvene, uttrykt i BEQ (blindprøver og det aktuelle nivået), skal brukes til å vurdere den bioanalytiske metodens ytelse i et konstant tidsrom.
- Kvalitetskontrolldiagrammer for metodens blindprøver og for hver type referanseprøve skal utarbeides og kontrolleres for å sikre at analyseytelsen oppfyller kravene, særlig for metodens blindprøver med hensyn til krav til minste nødvendige minstedifferansen til nedre del av måleområdet og for referanseprøvene med hensyn til intern reproduserbarhet. Metodens blindprøver må kontrolleres grundig for å unngå falskt negative resultater når de trekkes fra.
- Resultatene av GC/HRMS-analysene av mistenkte prøver og av 2–10 % av de negative prøvene (minst 20 prøver per matris) skal samles inn og brukes til å vurdere screeningmetodens ytelse og forholdet mellom BEQ og TEQ. Disse opplysningene kan brukes ved ny vurdering av terskelverdiene som får anvendelse på rutineprøver for de validerte matrisene.
- At en metode har god ytelse, kan også dokumenteres ved deltaking i ringprøver. Resultatene av prøver analysert ved ringprøving som dekker et konsentrasjonsområde på opptil f.eks. to ganger grenseverdien, kan også tas med i vurderingen av andelen falskt negative prøver dersom et laboratorium kan dokumentere god ytelse. Prøvene skal omfatte de vanligste forbindelsesmønstrene og representere ulike kilder.
- I forbindelse med hendelser kan terskelverdiene vurderes på nytt for å gjenspeile de særskilte matris- og forbindelsesmønstrene i den aktuelle hendelsen.

#### 9. RAPPORTERING AV RESULTATER

##### Bekreftelsesmetoder

- I den grad den benyttede analysemetoden gjør det mulig, skal analyseresultatene omfatte innholdet av de enkelte PCDD/PCDF- og dioksinlignende PCB-forbindelsene og rapporteres som nedre og øvre konsentrasjoner og mellomkonsentrasjoner, slik at resultatrapporten inneholder flest mulig opplysninger, og slik at og resultatene kan tolkes i henhold til bestemte krav.
- I rapporten skal det også angis hvilken metode som er brukt ved ekstraksjon av PCDD/PCDF, dioksinlignende PCB og lipider. Prøvens lipidinnhold skal bestemmes og rapporteres for næringsmiddelprøver med grenseverdier eller tiltaksgrenser uttrykt på grunnlag av fettmengde og forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning), for andre prøver er det valgfritt å bestemme lipidinnholdet.

- Gjenfinningsgraden for de enkelte interne standardene skal angis dersom den ligger utenfor området angitt i nr. 7,2, dersom grenseverdien er overskredet og i andre tilfeller på anmodning.
- Ettersom det skal tas hensyn til måleusikkerheten når det avgjøres om en prøve oppfyller kravene, skal denne parameteren angis. 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 PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB bestemmes hver for seg, brukes summen av den beregnede utvidede usikkerheten for de separate analyseresultatene for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.
- Dersom det tas hensyn til måleusikkerheten ved å bruke  $CC\alpha$  (som beskrevet i nr. IV.2 i vedlegg II), skal denne parameteren rapporteres.
- Resultatene skal angis i samme enheter og med (minst) samme antall signifikante sifre som grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006.

#### **Bioanalytiske screeningmetoder**

- Resultatet av screeningen skal angis som enten negativt eller mistenkt positivt («mistenkt»)
- I tillegg kan resultatet for PCDD/PCDF og/eller dioksinlignende PCB uttrykt i bioanalytiske ekvivalenter (BEQ, ikke TEQ) angis (se nr. 2 i vedlegg III).
- Dersom måleusikkerheten for det beregnede BEQ-nivået angis, f.eks. som standardavvik, må dette nivået være minst basert på en trippelanalyse av prøven (herunder ekstraksjon, rensing og bestemmelse av analyserespons).
- Prøver med en respons under rapporteringsgrensen skal angis som under rapporteringsgrensen.
- For hver type prøvematriks skal rapporten inneholde opplysninger om det aktuelle nivået (grenseverdi og tiltaksgrense) vurderingen er bygget på.
- Rapporten skal inneholde opplysninger om hvilken analyse som er anvendt, de grunnleggende analyseprinsippene og kalibreringstype.
- I rapporten skal det også angis hvilken metode som er brukt ved ekstraksjon av PCDD/PCDF, dioksinlignende PCB og lipider. Prøvens lipidinnhold skal bestemmes og rapporteres for næringsmiddelprøver med grenseverdier eller tiltaksgrenser uttrykt på grunnlag av fettmengde og forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning), for andre prøver er det valgfritt å bestemme lipidinnholdet.

## Tillegg til VEDLEGG III

WHO-TEF til vurdering av helserisiko for mennesker, basert på konklusjoner fra WHO's ekspertmøte for det internasjonale programmet for kjemisk sikkerhet, som ble holdt i Genève i juni 2005 (Martin Van den Berg et al. The 2005 World Health Organization Reevaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. *Toxicological Sciences* 93(2), 223-241 (2006))

Forbindelse		Forbindelse	TEF-verdi
<b>Dibenzo-p-dioksiner (PCDD)</b>		<b>«Dioksinlignende» PCB Non-orto PCB og 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	0,0003
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		
<b>Dibenzofuraner (PCDF)</b>		<i>Mono-orto PCB</i>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

Forkortelser: T = tetra, Pe = penta, Hx = hekso, Hp = hepta, O = okta, CDD = klordibenzodioksin, CDF = klordibenzofuran, CB = klorbifenyl.

## VEDLEGG IV

**Tillaging av prøver og krav til analysemetoder for offentlig kontroll av innholdet av ikke-dioksinlignende PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180) i visse næringsmidler****1. Påvisningsmetoder som kan anvendes**

Gasskromatografi/elektroninnfangingsdetektor (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS eller lignende metoder.

**2. Identifikasjon og bekreftelse av relevante analytter**

- Relativ retensjonstid med hensyn til interne standarder eller referansestandarder (akseptabelt avvik på +/- 0,25 %).
- Gasskromatografisk separasjon av alle seks indikator-PCB (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180) fra interfererende stoffer, særlig PCB som elueres samtidig, særlig når innholdet i prøvene ligger innenfor de lovfestede grenseverdiene og det skal bekreftes at prøven ikke oppfyller kravene.

*Merk:* Forbindelser som ofte elueres samtidig er f.eks. PCB 28/31, PCB 52/69 og PCB 138/163/164. Når det gjelder GC/MS skal det tas hensyn til eventuell interferens fra høyklorerte forbindelser.

- GC/MS-metoder:

- Kontroll av minst:

- to særskilte ioner for HRMS,
- to særskilte ioner med  $m/z > 200$  eller tre særskilte ioner med  $m/z > 100$  for LRMS,
- ett morion og to datterioner for MS-MS.

- Høyeste tillatte toleranse for isotopforhold for utvalgte massefragmenter:

Relativt avvik i isotopforhold for utvalgte massefragmenter fra teoretisk isotopforhold eller kalibreringsstandard for målionet (det hyppigst forekommende av de målte ioner) og bekreftelsesion(er):

Bekreftelsesionens relative intensitet sammenlignet med målionets	GC-EI-MS (relativt avvik)	GC-CI-MS, GC-MS <sup>a</sup> (relativt avvik)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % til 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 til 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(\*) Ettersom det finnes et tilstrekkelig antall massefragmenter med relativ intensitet > 10 %, bør man ikke anvende bekreftelsesioner med en relativ intensitet < 10 % i forhold til målionet.

- GC/ECD:

Bekreftelse av resultater som overskrider toleransegrensen med to GC-kolonner med stasjonære faser med ulik polaritet.

**3. Dokumentasjon av metodens ytelse**

Validering innenfor det aktuelle nivået (0,5 til 2 ganger det aktuelle nivået) med en godkjent variasjonskoeffisient for gjentatte analyser (se krav til intermediær presisjon i nr. 8).

**4. Grense for mengdebestemmelse**

Blindprøvens verdier skal ikke være høyere enn 30 % av det forurensningsnivået som tilsvarer grenseverdien<sup>(1)</sup>.

**5. Kvalitetskontroll**

Regelmessige blindprøvekontroller, analysering av prøver med tilsetning, kvalitetskontrollprøver, deltaking i undersøkelser av relevante matrikser som foretas ved flere laboratorier.

<sup>(1)</sup> Det anbefales på det sterkeste at bidraget fra reagensblindprøven er så lavt som mulig sammenlignet med innholdet av forurensning i en prøve. Det er laboratoriets ansvar å kontrollere hvordan innholdet i blindprøvene varierer, særlig når blindprøveinnholdet trekkes fra.

## 6. Kontroll av gjenfinning

- Bruk av egnede interne standarder med fysikalsk-kjemiske egenskaper som kan sammenlignes med de relevante analyttene.
- Tilsetning av interne standarder:
  - tilsetning til produkter (før ekstraksjon og rensing),
  - tilsetning til ekstrahert fett mulig (før rensing), dersom grenseverdien er uttrykt på grunnlag av fettmengden.
- Krav til metoder der alle seks isotopmerkede indikator-PCB-forbindelser brukes:
  - resultatene skal korrigeres for gjenfinning av interne standarder,
  - allment akseptabel gjenfinning av isotopmerkede interne standarder er på mellom 50 og 120 %,
  - lavere eller høyere gjenfinning for enkeltforbindelser med et bidrag til summen av de seks indikator-PCB på under 10 % kan godtas.
- Krav til metoder der ikke alle seks isotopmerkede interne standarder eller andre interne standarder brukes:
  - kontroll av gjenfinning av interne standarder for hver prøve,
  - akseptabel gjenfinning av interne standarder mellom 60 og 120 %,
  - resultatene skal korrigeres for gjenfinning av interne standarder.
- Gjenfinningen av umerkede forbindelser skal kontrolleres ved hjelp av prøver med tilsetning eller kvalitetskontrollprøver med konsentrasjoner i området for det aktuelle nivået. Akseptabel gjenfinning for disse forbindelsene er mellom 70 og 120 %.

## 7. Krav til laboratorier

I samsvar med bestemmelsene i forordning (EF) nr. 882/2004 skal laboratoriene være akkreditert av et godkjent organ som oppfyller kravene i ISO Guide 58, for å sikre at de kvalitetssikrer sine analyser. Laboratoriene skal være akkreditert i henhold til standarden EN ISO/IEC 17025.

## 8. Ytelseegenskaper: Kriterier for summen av de seks PCB-indikatorerne i det aktuelle området

Riktighet	– 30 til + 30 %
Intermediær presisjon (RSD %)	≤ 20 %
Differanse mellom øvre og nedre konsentrasjon (beregnet)	≤ 20 %

## 9. Rapportering av resultater

- I den grad den benyttede analysemetoden gjør det mulig, skal analyseresultatene omfatte innholdet av de enkelte PCB-forbindelsene og rapporteres som nedre og øvre konsentrasjoner og mellomkonsentrasjoner, slik at resultatrapporten inneholder flest mulig opplysninger, og slik at resultatene kan tolkes i henhold til bestemte krav.
- I rapporten skal det også angis hvilken metode som er brukt ved ekstraksjon av PCB og lipider. Prøvens lipidinnhold skal bestemmes og rapporteres for næringsmiddelprøver med grenseverdier uttrykt på grunnlag av fettmengde og forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning), for andre prøver er det valgfritt å bestemme lipidinnholdet.
- Gjenfinningsgraden for de enkelte interne standardene skal angis dersom den ligger utenfor området angitt i nr. 6, dersom grenseverdien er overskredet og i andre tilfeller på anmodning.
- Ettersom det skal tas hensyn til måleusikkerheten når det avgjøres om en prøve oppfyller kravene, skal denne parameteren angis. 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 det tas hensyn til måleusikkerheten ved å bruke  $CC\alpha$  (som beskrevet i nr. IV.1 i vedlegg II), skal denne parameteren rapporteres.
- Resultatene skal angis i samme enheter og med (minst) samme antall signifikante sifre som grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006.