

KOMMISJONSFORORDNING (EU) 2017/644**2019/EØS/62/22**

av 5. april 2017

om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder for kontroll av innholdet av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB i visse næringsmidler, og om oppheving av forordning (EU) nr. 589/2014 (*)

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⁽¹⁾, særlig artikkel 11 nr. 4, og

ut fra følgende betraktninger:

- 1) Ved kommisjonsforordning (EF) nr. 1881/2006⁽²⁾ fastsettes grenseverdier for ikke-dioksinlignende polyklorerte bifenylter (PCB), dioksiner og furaner samt for summen av dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i visse næringsmidler.
- 2) Ved kommisjonsrekommendasjon 2013/711/EU⁽³⁾ fastsettes tiltaksgrensene for å fremme en forebyggende metode for å redusere forekomsten av polyklorerte dibenzoparadioksinforbindelser, 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 de nødvendige tiltakene for å redusere eller fjerne den.
- 3) Ved kommisjonsforordning (EU) nr. 589/2014⁽⁴⁾ fastsettes særlige bestemmelser om prøvetakingen og analysemetoder som skal brukes ved offentlig kontroll av innholdet av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB.
- 4) 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 og rekommendasjon 2013/711/EU. De berører ikke prøvetakingsstrategien og prøvetakingens omfang og hyppighet fastsatt i vedlegg III og IV til rådsdirektiv 96/23/EF⁽⁵⁾. De berører ikke kriteriene for målretting av prøvetakingen fastsatt i kommisjonsvedtak 98/179/EF⁽⁶⁾.
- 5) Det er hensiktsmessig å sikre at driftsansvarlige for næringsmiddelforetak som anvender kontrollene som utføres innenfor rammen av artikkel 4 i europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 852/2004 og europaparlaments- og rådsforordning⁽⁷⁾, anvender framgangsmåter for prøvetaking som tilsvarer framgangsmåtene for prøvetaking fastsatt i denne forordning, for å sikre at prøvene som tas ut ved disse kontrollene, er representative. Den europeiske unions referanselaboratorium for dioksiner og dioksinlignende PCB har dessuten framlagt bevis på at analyseresultatene i visse tilfeller ikke er pålitelige når ytelseskriteriene som er fastsatt i denne forordning, ikke er anvendt av laboratoriene som foretar analyser av prøver tatt av driftsansvarlige for næringsmiddelforetak i henhold til artikkel 4 i forordning (EF) nr. 852/2004. Det er derfor hensiktsmessig å gjøre anvendelsen av ytelseskriteriene obligatoriske også ved analysen av disse prøvene.

(*) Denne unionsrettsakten, kunngjort i EUT L 92 av 6.4.2017, s. 9, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 127/2017 av 7. juli 2017 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til *Den europeiske unions tidende* nr. 40 av 16.5.2019, s. 19.

(1) EUT L 165 av 30.4.2004, s. 1.

(2) Kommisjonsforordning (EF) nr. 1881/2006 av 19. desember 2006 om fastsettelse av grenseverdier for visse forurensende stoffer i næringsmidler (EUT L 364 av 20.12.2006, s. 5).

(3) Kommisjonsrekommendasjon 2013/711/EU av 3. desember 2013 om reduksjon av forekomsten av dioksiner, furaner og PCB i fôr og næringsmidler (EUT L 323 av 4.12.2013, s. 37).

(4) Kommisjonsforordning (EU) nr. 589/2014 av 2. juni 2014 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 (EU) nr. 252/2012 (EUT L 164 av 3.6.2014, s. 18).

(5) 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 (EFT L 125 av 23.5.1996, s. 10).

(6) 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 (EFT L 65 av 5.3.1998, s. 31).

(7) Europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 852/2004 av 29. april 2004 om næringsmiddelhygiene (EUT L 139 av 30.4.2004, s. 1).

- 6) Med tanke på at metoden der det brukes en beslutningsgrense for å sikre at et analyseresultat er over grenseverdien med en viss sannsynlighet, som fastsatt i kommisjonsvedtak 2002/657/EF⁽¹⁾, ikke lenger anvendes for å analysere dioksiner og PCB i næringsmidler, er det hensiktsmessig at denne metoden utgår og at bare metoden med beregning av utvidet usikkerhet ved hjelp av en dekningsfaktor på 2, som gir et konfidensnivå på ca. 95 %, beholdes.
- 7) I samsvar med rapporteringskravene for bioanalytiske screeningmetoder bør det også fastsettes særlige rapporteringskrav for de fysikalsk-kjemiske metodene som benyttes ved screening.
- 8) Ettersom analysen av dioksiner, dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB i de fleste tilfeller gjennomføres samtidig, er det hensiktsmessig å tilpasse ytelseskriteriene for ikke-dioksinlignende PCB til ytelseskriteriene for dioksiner og dioksinlignende PCB. Dette er en forenkling som ikke innebærer vesentlige endringer i praksis, ettersom bekreftelsesionenes relative intensitet sammenlignet med målionene når det gjelder ikke-dioksinlignende PCB er > 50 %.
- 9) Det foreslås dessuten flere andre mindre endringer av gjeldende bestemmelser, som krever at forordning (EU) nr. 589/2014 oppheves og erstattes med en ny forordning for å opprettholde tekstens lesbarhet.
- 10) Tiltakene fastsatt i denne forordning er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for planter, dyr, næringsmidler og fôr.

VEDTATT DENNE FORORDNING:

Artikkel 1

I denne forordning gjelder definisjonene og forkortelsene angitt i vedlegg I.

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 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 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 (EU) nr. 589/2014 oppheves.

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

⁽¹⁾ Kommisjonsvedtak 2002/657/EF av 14. august 2002 om gjennomføring av rådsdirektiv 96/23/EF med hensyn til analysemetoders ytelse og tolking av resultater (EFT L 221 av 17.8.2002, s. 8).

Artikkel 6

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

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

Utferdiget i Brussel 5. april 2017.

For Kommissjonen
Jean-Claude JUNCKER
President

VEDLEGG I

DEFINISJONER OG FORKORTELSER

I. DEFINISJONER

I denne forordning gjelder definisjonene fastsatt i vedlegg I til kommisjonsvedtak 2002/657/EF.

I tillegg til de definisjonene menes med

- 1.1. «tiltaksgrense» den mengden av et gitt stoff, som fastsatt i vedlegget til rekommendasjon 2013/711/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. «screeningmetoder» metoder for utvelging av prøver der innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB overskrider grenseverdiene eller tiltaksgrensene. De skal sikre en kostnadseffektiv og høy analysekapasitet, noe som vil øke muligheten til å oppdage nye tilfeller der høy eksponering kan føre til helsefare for forbrukerne. Screeningmetodene skal være basert på bioanalytiske metoder eller GC-MS-metoder. Prøveresultater som er høyere enn den terskelverdien som er fastsatt for å kontrollere om grenseverdien overholdes, skal kontrolleres ved at den opprinnelige prøven analyseres på nytt med en bekreftelsesmetode,
- 1.3. «bekreftelsesmetoder» metoder som gir fullstendige eller utfyllende opplysninger slik at PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB på en entydig måte kan identifiseres og mengdebestemmes ved grenseverdien eller om nødvendig ved tiltaksgrensen. I disse metodene brukes gasskromatografi/massespektrometri med høy oppløsning (GC-HRMS) eller gasskromatografi/tandemmassespektrometri (GC-MS/MS),
- 1.4. «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⁽¹⁾ 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,
- 1.5. «gjenfinningsgrad ved biologisk prøving» BEQ-nivået beregnet ut fra TCDD- eller PCB 126-kalibreringskurven korrigert for blindprøven og deretter delt på TEQ-nivået bestemt av bekreftelsesmetoden. Formålet er å korrigere for faktorer som tap av PCDD/PCDF og dioksinlignende forbindelser i 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 grenseverdien eller tiltaksgrensen,
- 1.6. «dobbelanalyse» en separat analyse av de relevante analyttene ved hjelp av en delmengde nummer to av den samme homogeniserte prøven,
- 1.7. «akseptert spesifikk grense for mengdebestemmelse⁽²⁾ av en enkeltforbindelse i en prøve» det laveste innholdet av en analytt som kan måles med rimelig statistisk sikkerhet, som oppfyller identifikasjonskriteriene som er beskrevet i internasjonalt anerkjente standarder, for eksempel i standard EN 16215:2012 (Dyrefôr – Bestemmelse av dioksiner og dioksinlignende PCB ved GC/HRMS og av indikator-PCB ved GC/HRMS) og/eller i EPA-metode 1613 og 1668 som revidert.

Grensen for mengdebestemmelse av en enkeltforbindelse kan identifiseres som

- a) konsentrasjonen av en analytt i det ekstraktet av en prøve som for de to forskjellige ionene som skal overvåkes, gir et instrumentsutslag med et signal/støy-forhold på 3:1 for det minst følsomme rådatasignalet

(1) Bioanalytiske metoder er ikke spesielt utformet for forbindelsene i TEF-systemet. I prøveekstraktet kan det også finnes andre strukturelt beslektede AhR-aktive forbindelser som kan bidra til samlet respons. Bioanalytiske resultater kan derfor ikke være et estimat, men snarere en indikasjon på TEQ-nivået i prøven.

(2) Når det er relevant skal prinsippene beskrevet i «Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food» [[lenke til nettsted](#)] følges.

eller, dersom beregningen av signal/støy av tekniske årsaker ikke gir pålitelige resultater,

- b) punktet for laveste konsentrasjon i en kalibreringskurve som gir et akseptabelt ($\leq 30\%$) og konsekvent (målt minst i starten og på slutten av en analyseprøveserie) avvik fra den gjennomsnittlige responsfaktoren beregnet for alle punkter i kalibreringskurven i hver prøveserie⁽¹⁾,
- 1.8. «øvre konsentrasjon» det begrepet som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik grenseverdien for mengdebestemmelse,
- 1.9. «nedre konsentrasjon» det begrepet som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik null,
- 1.10. «mellomkonsentrasjon» det begrepet som innebærer at bidraget fra hver forbindelse som ikke er mengdebestemt, settes lik halvparten av grensen for mengdebestemmelse,
- 1.11. «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,
- 1.12. «delparti» del av et stort parti som er valgt ut med sikte på bruk av prøvetakingsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk atskilt og identifiserbart,
- 1.13. «enkeltprøve» en materialmengde som er tatt fra ett enkelt sted i partiet eller delpartiet,
- 1.14. «samleprøve» summen av enkeltprøvene fra et parti eller delparti,
- 1.15. «laboratorieprøve» representativ del eller mengde av samleprøven bestemt for laboratoriet.

II. FORKORTELSER

BEQ	Bioanalytiske ekvivalenter
GC	Gasskromatografi
HRMS	Høyopløselig massespektrometri
LRMS	Lavopløselig massespektrometri
MS/MS	Massespektrometri
PCB	Polyklorerte bifenylar
Ikke-dioksinlignende PCB	PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180
PCDD	Polyklorerte dibenzo-p-dioksiner
PCDF	Polyklorerte dibenzofuraner
QC	Kvalitetskontroll
REP	Relativ potensfaktor
TEF	Toksisk ekvivalensfaktor
TEQ	Toksisitetsekvivalenter
TCDD	2,3,7,8-Tetraklordibenzo-p-dioksin (TCDD)
U	Utvidet måleusikkerhet

⁽¹⁾ Grensen for mengdebestemmelse (LOQ) beregnes fra punktet for laveste konsentrasjon, idet det tas hensyn til gjenfinning av interne standarder og prøvemengde.

VEDLEGG II

PRØVTETAKINGSMETODER 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 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 blir funnet i laboratorieprøvene, skal det fastslås om grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006 er overholdt.

For å sikre at bestemmelsene i artikkel 4 i forordning (EF) nr. 852/2004 overholdes, skal den driftsansvarlige for næringsmiddelforetak, når det tas prøver for å kontrollere innholdet av dioksiner (PCDD/PCDF), dioksinlignende PCB og ikke-dioksinlignende PCB, ta prøver i samsvar med metodene beskrevet i kapittel III i dette vedlegg eller en tilsvarende prøvetakingsmetode som er påvist å ha samme representasjonsnivå som prøvetakingsmetoden beskrevet i kapittel III i dette vedlegg.

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 bør så vidt mulig tas fra forskjellige steder i hele partiet eller delpartiet. Avvik fra denne framgangsmåten skal registreres i rapporten omhandlet i nr. II.8.

5. Tillaging av samleprøven

Samleprøven skal framkomme 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 en medlemsstats 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 forsendelse 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. Tabell 2 får anvendelse på andre produkter. 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 opptil 20 %.

Tabell 1

Inndeling av partier i delpartier for produkter som omsettes i bulksendinger

Partiets vekt (tonn)	Vekt eller antall delpartier
≥ 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)	Vekt eller antall delpartier
≥ 15	15–30 tonn
< 15	—

2. Antall enkeltprøver

Samleprøven som er en samling av alle enkeltprøvene, skal veie minst 1 kg (se nr. II.5).

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. II.8 i dette vedlegg. I samsvar med bestemmelsene i kommisjonsvedtak 97/747/EF⁽¹⁾ skal størrelsen på samleprøven for hønseegg være minst tolv egg (både for bulkpartier og for partier som består av enkeltpakninger får tabell 3 og 4 anvendelse).

Tabell 3

Minste antall enkeltp prøver som skal tas fra partiet eller delpartiet

Partiets/delpartiets volum eller vekt (i kilo eller liter)	Minste antall enkeltp prøver som skal tas
< 50	3
50 til 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 inngå i prøvetakingen
1 til 25	minst én pakning eller enhet
26 til 100	ca. 5 %, minst to pakninger eller enheter
> 100	ca. 5 %, høyst ti pakninger eller enheter

3. Særlige bestemmelser om prøvetaking av partier som inneholder hele fisker av 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 enkeltp prøver som skal tas fra partiet, er angitt i tabell 3. Samleprøven som er en samling av alle enkeltp prøvene, 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 enkeltp prøve som skal inngå i samleprøven. Dersom samleprøven da veier mer enn 3 kg, kan enkeltp prøvene bestå av fiskenes midtparti. Enkeltp prøvene 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 enkeltp prøvene bestå av fiskens midtparti. Hver enkeltp prøve skal veie minst 100 gram.

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

⁽¹⁾ 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 (EFT L 303 av 6.11.1997, s. 12).

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. 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 document on sampling of whole fishes of different size and/or weight»⁽¹⁾.

5. Prøvetaking i detaljstleddet

Prøvetaking av næringsmidler i detaljstleddet skal om mulig skje i samsvar med bestemmelsene om prøvetaking nevnt i punkt III.2.

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

IV. PARTIETS SAMSVAR MED SPESIFIKASJONENE

1. Ikke-dioksinlignende PCB

Partiet er i samsvar dersom analyseresultatet for summen av ikke-dioksinlignende PCB ikke overskrider respektive grenseverdier, som fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006, idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten⁽²⁾.

Partiet er ikke i samsvar med grenseverdien som fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006 dersom det er fastsatt utover rimelig tvil at gjennomsnittet av to analyseresultater for øvre konsentrasjon, framkommet ved dobbeltanalyse⁽³⁾, overstiger grenseverdien, idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten.

Den utvidede måleusikkerheten beregnes ved bruk av en dekningsfaktor på 2 som gir et konfidensnivå på ca. 95 %. Et parti er ikke i samsvar dersom gjennomsnittet av de målte verdiene minus den utvidede usikkerheten for gjennomsnittsverdien er høyere enn den fastsatte grenseverdien.

De reglene som er nevnt i ovenstående ledd i dette nummer, gjelder for resultatet av analyserte prøver beregnet på offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- eller referanseformål gjelder nasjonale regler.

2. Dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende PCB

Partiet er i samsvar dersom resultatet av en enkelt analyse

- utført ved hjelp av en 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,

⁽¹⁾ https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_catalog_dioxins_guidance-sampling_exemples-dec2006_en.pdf

⁽²⁾ Prinsippene som er beskrevet i «Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry» [lenke til nettsted] skal følges dersom det er relevant.

⁽³⁾ En dobbeltanalyse er nødvendig dersom resultatet av den første bestemmelsen ikke er i samsvar med kravene. Prøvene må analyseres to ganger for å utelukke muligheten for intern krysskontaminering eller utilsiktet forveksling av prøver. Dersom analysen utføres i forbindelse med en forurensningshendelse, kan bekreftelse ved en analyse nummer to sløyfes dersom prøvene som er tatt ut til analyse, kan knyttes til forurensningen ved hjelp av sporbarhet, og det konstaterte innholdet er betydelig over grenseverdien.

- 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 den utvidede måleusikkerheten⁽¹⁾.

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

Partiet er ikke i samsvar med grenseverdien som fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006 dersom det er fastsatt utover rimelig tvil at gjennomsnittet av to analyseresultater for øvre konsentrasjon (framkommet ved dobbeltanalyse⁽²⁾ med bekreftelsesmetode) overstiger grenseverdien, idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten.

Den utvidede måleusikkerheten beregnes ved bruk av en dekningsfaktor på 2 som gir et konfidensnivå på ca. 95 %. Et parti er ikke i samsvar dersom gjennomsnittet av de målte verdiene minus den utvidede usikkerheten for gjennomsnittsverdien er høyere enn den fastsatte grenseverdien.

Summen av den beregnede utvidede usikkerheten for de separate analyseresultatene for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB skal brukes som beregnet utvidet usikkerhet for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.

De reglene som er nevnt i ovenstående ledd i dette nummer, gjelder for resultatet av analyserte prøver beregnet på offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- eller referanseformål gjelder nasjonale regler.

V. OVERSKRIDELSE AV TILTAKSGRENSER

Tiltaksgrenser er et verktøy for utvelging av prøver der det er relevant å identifisere en forurensningskilde og treffe tiltak for å redusere eller fjerne den. Hensiktsmessige terskelverdier for utvelging av disse prøvene skal fastsettes ved hjelp av screeningmetoder. Dersom betydelig arbeid er nødvendig for å identifisere en forurensningskilde og redusere eller fjerne den, kan det være hensiktsmessig å bekrefte overskridelse av tiltaksgrensen gjennom en dobbeltanalyse ved bruk av en bekreftelsesmetode, idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten⁽³⁾.

⁽¹⁾ «Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry» [lenke til nettsted], «Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food» [lenke til nettsted].

⁽²⁾ En dobbeltanalyse er nødvendig dersom resultatet av den første bestemmelsen med bekreftelsesmetoder ved bruk av ¹³C-merket intern standard for de aktuelle analyttene, ikke oppfyller kravene. Prøvene må analyseres to ganger for å utelukke muligheten for intern krysskontaminering eller utilsiktet forveksling av prøver. Dersom analysen utføres i forbindelse med en forurensningshendelse, kan bekreftelse ved en analyse nummer to sløyfes dersom prøvene som er tatt ut til analyse, kan knyttes til forurensningen ved hjelp av sporbarhet, og det konstaterte innholdet er betydelig over grenseverdien.

⁽³⁾ Samme forklaring og krav til to analyser for kontroll av tiltaksgrenser som for grenseverdier i fotnote nr. 6.

VEDLEGG III

TILLAGING AV PRØVER OG KRAV TIL ANALYSEMETODER FOR 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 når det gjelder tillaging av prøver krav til analyse for andre forskriftsmessige formål, herunder kontroller foretatt av den driftsansvarlig for næringsmiddelforetak for å sikre samsvar med bestemmelsene i artikkel 4 i forordning (EF) nr. 852/2004.

Overvåking av innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i næringsmidler kan utføres ved hjelp av to forskjellige typer analysemetoder:

a) *Screeningmetoder*

Målet med screeningmetoder er å velge de prøver der innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB overskrider grenseverdiene eller tiltaksgrensene. Screeningmetodene skal sikre en kostnadseffektiv og høy analysekapasitet, noe som vil øke muligheten til å oppdage nye hendelser der høy eksponering kan føre til helsefare for forbrukerne. Bruken av disse metodene skal ta sikte på å unngå falskt negative resultater. Screeningmetoder kan omfatte bioanalytiske metoder og GC/MS-metoder.

Med screeningmetoder sammenlignes analyseresultatet med en terskelverdi, noe som gir et ja/nei-svar på om grenseverdien eller tiltaksgrensen er overskredet. Konsentrasjonen av PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøver som mistenkes for ikke å overholde grenseverdien, må bestemmes/bekreftes ved hjelp av en bekreftelsesmetode.

I tillegg kan screeningmetoder gi en indikasjon på innholdet av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøven. Ved bruk av bioanalytiske screeningmetoder uttrykkes resultatet som bioanalytiske ekvivalenter (BEQ), mens det ved bruk av fysikalsk-kjemiske GC-MS-metoder uttrykkes som toksisitetsekvivalenter (TEQ). Resultatene, i form av tallverdier, som oppnås ved bruk av screeningmetoder, er egnet til å påvise overholdelse eller mistenkt manglende overholdelse eller overskridelse av tiltaksgrensene, og gir en indikasjon på de aktuelle verdiene dersom prøvene må følges opp med bekreftelsesmetoder. De er ikke egnet i tilfeller der formålet er å vurdere bakgrunnsnivåer, beregne inntak, følge utviklingen over tid eller til ny vurdering av tiltaks- og grenseverdier.

b) *Bekreftelsesmetoder*

Bekreftelsesmetoder gjør det mulig entydig å identifisere og mengdebestemme PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i en prøve, og å gi fullstendige opplysninger om forbindelser. Disse metodene gjør det derfor mulig å kontrollere grenseverdiene og tiltaksgrensene, herunder bekrefte resultatene av screeningmetodene. Resultatene kan dessuten anvendes for andre formål, som å bestemme lave bakgrunnsnivåer i forbindelse med næringsmiddelovervåking, følge utviklingstrekk over tid, vurdere befolkningens eksponering og til å bygge opp en database for mulig revurdering av tiltaksgrenser og grenseverdier. De er også viktige for å fastslå forbindelsesmønstre for å påvise kilden til en eventuell forurensning. Slike metoder omfatter bruk av GC-HRMS. GC-MS/MS kan også brukes til å bekrefte om grenseverdien er overholdt eller ikke.

2. 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 bare brukes til kontroll av en bestemt matrise dersom metodene er tilstrekkelig følsomme til å påvise nivåer ved tiltaksgrensen eller grenseverdien på en pålitelig måte.

3. 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 at hele analyseprosessen gjennomføres, men uten prøven.
- For bioanalytiske metoder er det svært viktig at alle glassvarer og løsemidler som brukes i analysene, ikke inneholder forbindelser som kan forstyrre 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 forstyrrende forbindelser fra overflatene.
- Prøven som ekstraheres, må være stor nok til å oppfylle kravene om et tilstrekkelig lavt måleområde, herunder grenseverdi- eller tiltaksgrensekonsentrasjonene.
- De enkelte framgangsmåtene for tillaging av prøver som brukes for de aktuelle produktene, skal følge internasjonalt anerkjente retningslinjer.
- Når det gjelder fisker, skal skinnet fjernes, ettersom grenseverdien gjelder muskellkjøtt uten skinn. Alle rester av muskellkjøtt og fettvev på innsiden av skinnet skal imidlertid nøye og fullstendig skrapes av og legges til prøven som skal analyseres.

4. 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 anvender metoder for kvalitetssikring av sine analyser. Laboratoriene skal være akkreditert i henhold til standarden EN ISO/IEC 17025. Prinsippene som beskrevet i de tekniske retningslinjene for vurdering av måleusikkerhet og grenser for mengdebestemmelse for PCDD/PCDF- og PCB-analyse skal følges dersom det er relevant⁽¹⁾.
- 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.

5. GRUNNLEGGENDE KRAV TIL ANALYSEMETODER FOR DIOKSINER (PCDD/PCDF) OG DIOKSINLIGNENDE PCB

5.1. 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 med en grense for mengdebestemmelse i nanogram-området (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).

⁽¹⁾ «Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry» [lenke til nettsted] og «Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food» [lenke til nettsted].

5.2. 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 analyttenes. 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.

5.3. 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 fordi det fastsatte TEQ-nivået ikke er tilstrekkelig pålitelig. 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.

5.4. Validering i grenseverdiområdet og alminnelige kvalitetskontrolltiltak

- Laboratoriene skal dokumentere en metodes ytelse innenfor grenseverdiområdet, f.eks. 0,5, 1 og 2 ganger grenseverdien 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 referansmateriale). Kvalitetskontrolldiagrammer for blindkontroller, tilsetningsforsøk eller analysering av kontrollprøver skal utarbeides og kontrolleres for å sikre at analyseytelsen oppfyller kravene.

5.5. 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 viser en 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 være på ca. én femdel av grenseverdien.

5.6. Analysekriterier

- For å sikre pålitelige resultater fra bekreftelses- eller screeningmetoder skal følgende kriterier være oppfylt innenfor grenseverdien 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 % til + 20 %

	Screening med bioanalytiske eller fysikalsk-kjemiske metoder	Bekreftelsesmetoder
Repeterbarhet (RSD _r)	< 20 %	
Intermediær presisjon (RSD _R)	< 25 %	< 15 %

(*) Med hensyn til grenseverdiene

5.7. Særlige krav til screeningmetoder

- Både GC-MS-metoder og bioanalytiske metoder kan brukes til screening. Ved bruk av GC/MS-metoder skal kravene fastsatt i nr. 6 gjelde. For cellebaserte bioanalytiske metoder er det fastsatt særlige krav i nr. 7.
- Laboratorier som bruker screeningmetoder for rutinekontroll av prøver, skal ha et tett samarbeid med laboratorier som bruker bekreftelsesmetoden.
- Screeningmetodens ytelse skal kontrolleres i forbindelse med rutineanalyser ved hjelp av analysekvalitetskontroll og løpende metodevalidering. Det skal foreligge et løpende program for kontroll av negative resultater.
- Kontroll av mulig hemming av cellerespons og cytotoxicitet.

Ved rutinemessig screening skal 20 % av prøveekstraktene analyseres med og uten tilsetning av den mengde TCDD som tilsvarer grenseverdien eller tiltaksgrensen, for å kontrollere om responsen kan være hemmet av forstyrrende stoffer i prøveekstraktet. Den målte konsentrasjonen i prøven med tilsetning skal sammenlignes med summen av konsentrasjonen i ekstraktet uten tilsetning og tilsetningskonsentrasjonen. Dersom den målte konsentrasjonen er mer enn 25 % lavere enn den beregnede konsentrasjonen (summen), tyder dette på at signalet kan være hemmet, og den aktuelle prøven skal da gjennomgå en bekreftende analyse. Resultatene skal kontrolleres ved hjelp av kvalitetskontrolldiagrammer.

- Kvalitetskontroll av negative prøver

Om lag 2–10 % av de negative prøvene, avhengig av prøvematrikse og laboratoriets erfaringsnivå, skal bekreftes.

- 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 matrise/matrisegruppe 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 dekke 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 resultater fra screening skal alltid kontrolleres gjennom en fullstendig, ny analyse av den opprinnelige prøven med en bekreftelsesmetode. Disse prøvene kan også brukes til å vurdere andelen falskt positive prøver. For screeningmetoder er andelen falskt positive prøver den andelen av resultatene som bekreftes som negative ved hjelp av en bekreftende analyse, 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_f normalt være mindre enn RSD_R (reproduserbarhet).
6. SÆRLIGE KRAV TIL GC/MS-METODER I FORBINDELSE MED SCREENING ELLER BEKREFTELSE
- 6.1. **Akseptable forskjeller mellom WHO-TEQ-nivåer når det gjelder øvre og nedre konsentrasjoner**
- Forskjellen mellom øvre konsentrasjon og nedre konsentrasjon skal ikke overskride 20 % for å bekrefte overskridelsen av grenseverdien eller eventuelt tiltaksgrenser.
- 6.2. **Kontroll av gjenfinning**
- For å validere analysemetoden må det tilsettes ^{13}C -merkede 2,3,7,8-klorsubstituerte interne PCDD/PCDF-standarder og ^{13}C -merkede interne dioksinlignende PCB-standarder 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 17 ^{13}C -merkede 2,3,7,8-substituerte interne PCDD/PCDF-standarder og alle 12 ^{13}C -merkede interne dioksinlignende PCB-standarder brukes.
 - Ved hjelp av relevante kalibreringsløsninger skal dessuten relative responsfaktorer bestemmes for de forbindelser som ikke tilsettes en ^{13}C -merket analog.
 - 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 eller etter fettekstraksjonen. Det skal foretas en hensiktsmessig validering av ekstraksjonseffektiviteten avhengig av i hvilken fase de interne standardene ble tilsatt, og av om resultatene er produkt- eller fettbaserte.
 - Før GC/MS-analysen skal det tilsettes en eller to gjenfinningsstandarder (surrogatstandarder).
 - Gjenfinningen må kontrolleres. For bekreftelsesmetoder skal gjenfinningen av de enkelte interne standardene 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 %.
- 6.3. **Fjerning av forstyrrende stoffer**
- PCDD/PCDF skal separeres fra forstyrrende 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).
- 6.4. **Kalibrering med standardkurve**
- Området for kalibreringskurven skal dekke de relevante grenseverdi- eller tiltaksgrenseområdene.
- 6.5. **Særlige krav til bekreftelsesmetoder**
- For GC-HRMS:
- Ved HRMS skal oppløsningen normalt være høyere enn eller lik 10 000 for hele masseområdet ved 10 % av topphøydene.

Ytterligere kriterier for identifisering og bekreftelse beskrevet i internasjonalt anerkjente standarder, for eksempel i standarden EN 16215:2012 (Dyrefôr – Bestemmelse av dioksiner og dioksinliknende PCB ved GC/HRMS og av indikator-PCB ved GC/HRMS) og/eller i EPA-metode 1613 og 1668 som revidert, skal oppfylles.

— For GC-MS/MS:

Kontroll av minst to bestemte morioner, hver med ett bestemt tilsvarende datterion fra overgangen, for alle merkede og umerkede analytter innenfor analysens virkeområde.

Høyeste tillatte toleranse for relativ ioneintensitet på $\pm 15\%$ for utvalgte datterioner fra overgangen sammenlignet med beregnede eller målte verdier (gjennomsnittet av kalibreringsstandarder) ved identiske MS/MS-forhold, særlig kollisjonsenergi og kollisjonsgasstrykk, for hver overgang av en analytt.

Oppløsningen for hver kvadрупol skal minst være lik eller bedre enn enhetsmasseoppløsningen (enhetsmasseoppløsning: tilstrekkelig oppløsning til å skille to topper i en masseenheter) for å gjøre mulig interferens med de relevante analyttene så liten som mulig.

Ytterligere kriterier beskrevet i internasjonalt anerkjente standarder, for eksempel i standarden EN 16215:2012 (Dyrefôr – Bestemmelse av dioksiner og dioksinliknende PCB ved GC/HRMS og av indikator-PCB ved GC/HRMS) og/eller i EPA-metode 1613 og 1668 som revidert, skal oppfylles, unntatt plikten til å bruke GC-HRMS.

7. SÆRLIGE KRAV TIL BIOANALYTISKE METODER

Bioanalytiske metoder er metoder basert på bruk av biologiske prinsipper som cellebaserte analyser, reseptoranalyser eller immunologiske analyser. I dette nummer fastsettes alminnelige krav til bioanalytiske metoder.

I en screeningmetode klassifiseres i prinsippet en prøve som negativ eller mistenkt positiv. I denne forbindelse sammenlignes det beregnede BEQ-nivået med terskelverdien (se nr. 7.3). 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 terskelverdi, forutsatt 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 dioksinliknende PCB kreves 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 den respektive tiltaksgrensen fungere som terskelverdi.

Dersom et veiledende nivå uttrykkes i BEQ skal resultatene for prøven angis i måleområdet og over rapporteringsgrensen (se nr. 7.1.1 og 7.1.6).

7.1. Vurdering av analyseresponsen

7.1.1. Alminnelige krav

— Når konsentrasjonene beregnes ut fra en TCDD-kalibreringskurve, vil de 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 øvre delen av måleområdet er normalt representert ved en EC₇₀-verdi (70 % av høyeste effektive konsentrasjon), men er lavere dersom variasjonskoeffisienten er høyere enn 15 % i dette området. Måleområdet skal fastsettes under valideringen. Terskelverdiene (se nr. 7.3) skal ligge innenfor måleområdet.

— Standardløsninger og prøveekstrakter skal analyseres tre ganger eller 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 $< 15\%$.

7.1.2. Kalibrering

7.1.2.1. 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 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 prøveekstraktet korrigeres deretter for BEQ-nivået som er beregnet for en matrise- eller løsemiddelblindprøve (for å ta hensyn til urenheter fra løsemidler og kjemikalier som er brukt), og for gjenfinningsgraden (beregnet ut fra BEQ-nivået i egnede referanseprøver med representative forbindelsesmønstre nær grenseverdien eller tiltaksgrensen). Når man korrigerer for gjenfinning, skal gjenfinningsgraden alltid være innenfor påkrevd område (se nr. 7.1.4). Referanseprøver som brukes for å korrigere gjenfinningen, må oppfylle kravene angitt i nr. 7.2.

7.1.2.2. Kalibrering med referanseprøver

En kalibreringskurve framstilt av minst fire referanseprøver (se nr. 7.2): matriseblindprøve og tre referanseprøver på 0,5, 1 og 2 ganger grenseverdien eller tiltaksgrensen kan brukes, noe som fjerner behovet for å korrigere for blindprøve og gjenfinning dersom referanseprøvenes matrise svarer til de ukjente prøvenes matrise. I slike tilfeller kan analyseresponsen som tilsvarer 2/3 av grenseverdien (se nr. 7.3), 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.

7.1.3. 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 (uttrykt i BEQ) for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB kan oppgis hver for seg. Det skal fortrinnsvis brukes en PBC 126-standardkalibreringskurve til å vurdere resultatene for fraksjonen som inneholder dioksinlignende PCB.

7.1.4. Gjenfinningsgrad ved biologisk prøving

«Gjenfinningsgrad ved biologisk prøving» skal beregnes ut fra egnede referanseprøver med representative forbindelsesmønstre nær grenseverdien eller tiltaksgrensen, og uttrykkes som en prosentandel av BEQ-nivået sammenlignet med TEQ-nivået. Avhengig av analysetype og hvilke TEF-verdier⁽¹⁾ 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 20–60 % 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 matriser og prøver. Disse variasjonene gjenspeiles i gjenfinningsgraden ved biologisk prøving, som skal ligge innenfor 30–130 % av summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.

7.1.5. 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 skal kontrolleres med en bekreftelsesmetode. Gjenfinningen skal være i området 60–120 %, særlig for forbindelser som bidrar med mer enn 10 % til TEQ-nivået i de ulike blandingene.

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

7.1.6. *Rapporteringsgrense*

Ved rapportering av BEQ-nivåer skal det fastsettes en rapporteringsgrense ut fra relevante matriseprøver 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).

7.2. **Bruk av referanseprøver**

- Referanseprøvene skal representere prøvematrixe, forbindelsesmønstre og konsentrasjonsområder for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB nær grenseverdien eller tiltaksgrensen.
- En metodeblindprøve, eller helst en matriseblindprøve, og en referanseprøve ved grenseverdien eller tiltaksgrensen 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 tas brukes ekstra referanseprøver med en konsentrasjon på f.eks. 0,5 og 2 ganger grenseverdien eller tiltaksgrensen for å påvise analysens ytelse innenfor det området som er relevant for kontrollen av grenseverdien eller tiltaksgrensen. Kombinert kan disse prøvene brukes til å beregne BEQ-nivået i analyseprøvene (se nr. 7.1.2.2).

7.3. **Bestemmelse av terskelverdier**

Forholdet mellom bioanalytiske resultater i BEQ og resultater fra bekreftelsesmetoden i TEQ skal fastsettes (f.eks. gjennom matrisetilpassede 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 matriseblindprøver og prøver for gjenfinning inngår (se nr. 7.2).

Det skal fastsettes terskelverdier for å kunne avgjøre om en prøve overholder grenseverdiene eller, dersom det er relevant, for å kontrollere tiltaksgrensene ut fra gjeldende grenseverdier eller tiltaksgrenser som er fastsatt 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 bekreftelsesmetoden basert på et konfidensnivå på 95 %, noe som innebærer en andel falskt negative prøver på < 5 % og en RSD_R på < 25 %. Beslutningsgrensen for bekreftelsesmetoden er grenseverdien, idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten.

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

7.3.1. *Ved bruk av de nedre båndet i prediksjonsintervallet på 95 % ved beslutningsgrensen for bekreftelsesmetoden*

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

der:

BEQ_{DL}	BEQ som tilsvarer beslutningsgrensen for bekreftelsesmetoden, som er grenseverdien idet det tas hensyn til den utvidede måleusikkerheten
$s_{y,x}$	standard restavvik
$t_{\alpha, f=m-2}$	Student-faktor ($\alpha = 5\%$, $f =$ frihetsgrader, ensidige)
m	samlet antall kalibreringspunkter (indeks j)
n	antall prøver per konsentrasjon (repetisjoner)

- x_i Prøvekonsentrasjon (i TEQ) for kalibreringspunktet i fastsatt med en bekreftelsesmetode
- \bar{x} gjennomsnitt av konsentrasjonene (i TEQ) for alle kalibreringsprøvene

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

i = indeks for kalibreringspunkt i .

- 7.3.2. Beregning ut fra bioanalytiske resultater (korrigert for blindprøve og gjenfinning) av flere analyser av prøver ($n \geq 6$) forurenset ved bekreftelsesmetodens beslutningsgrense, som *nedre* endepunkt for fordeling av data ved tilsvarende gjennomsnittsverdi for BEQ:

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

med

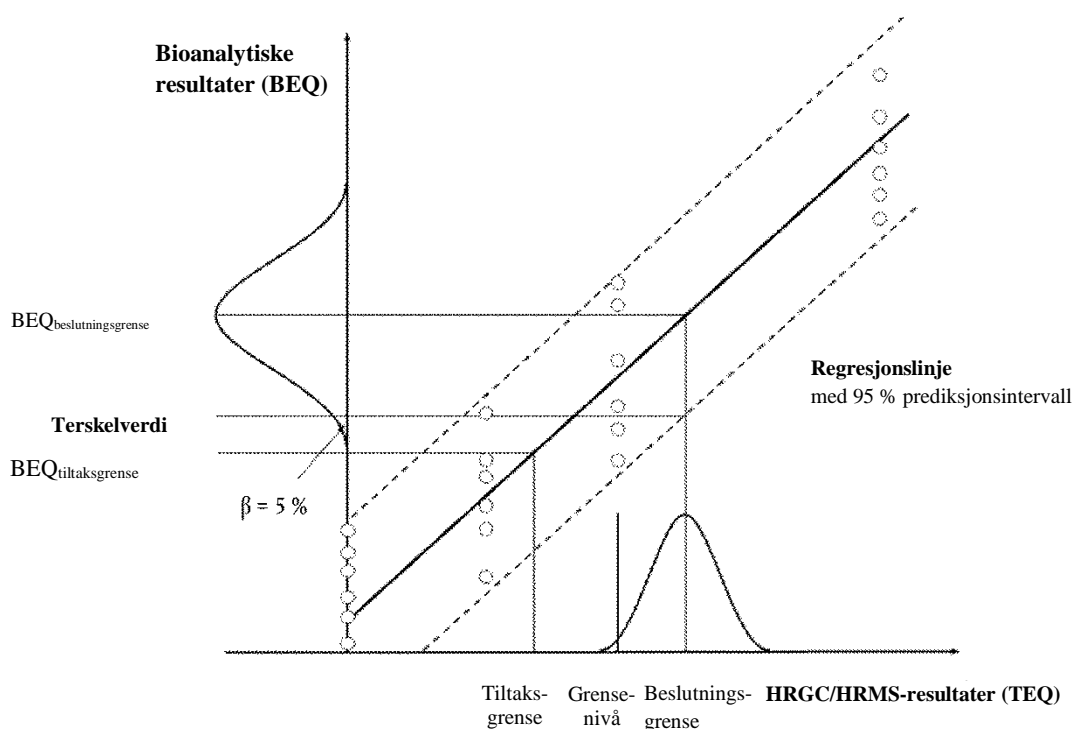
SD_R standardavvik for resultat fra biologisk prøving ved BEQ_{DL} , målt ved interne reproduserbarhetsforhold.

- 7.3.3. Beregning som gjennomsnittsverdi av bioanalytiske resultater (i BEQ, korrigert for blindprøve og gjenfinning) av flere analyser av prøver ($n \geq 6$) forurenset ved 2/3 av grenseverdien eller tiltaksgrensen. Dette er basert på den observasjonen at dette nivået vil ligge nær terskelverdien som er bestemt i henhold til nr. 7.3.1 eller 7.3.2.

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 beslutningsgrensen for bekreftelsesmetoden.
2. Fra flere analyser av prøver ($n \geq 6$) som er forurenset ved beslutningsgrensen for bekreftelsesmetoden, som *nedre* endepunkt for fordeling av data (representert ved en klokkeformet kurve i figuren) ved tilsvarende gjennomsnittsverdi for BEQ.

Figur 1



7.3.4. 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 matrise-/forbindelsesmønstre, kan være høyere enn de TEQ-baserte grenseverdiene eller tiltaksgrensene, 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 grenseverdien eller tiltaksgrensen.

7.4. 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 %, og intern reproducerbarhet skal være under 25 %. Dette skal baseres på beregnet innhold uttrykt 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 nr. 7.1.2).
- Målforbindelser, mulig forstyrrelse 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 (blindprøve og ved grenseverdien eller tiltaksgrensen), skal brukes ved vurdering av 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 den nødvendige minstedifferansen til nedre del av måleområdet og for referanseprøvene med hensyn til intern reproducerbarhet. Metodens blindprøver må kontrolleres grundig for å unngå falskt negative resultater når de trekkes fra.
- Resultatene av bekreftelsesmetodene av mistenkte prøver og 2–10 % av de negative prøvene (minst 20 prøver per matrise) 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 deltagelse i ringprøving. 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 dekke de vanligste forbindelsesmønstrene og representere ulike kilder.
- I forbindelse med hendelser kan terskelverdiene vurderes på nytt for å gjenspeile de særskilte matrise- og forbindelsesmønstrene i den aktuelle hendelsen.

8. RAPPORTERING AV RESULTATER

Bekreftelsesmetoder

- Analyseresultatene skal omfatte innholdet av de enkelte PCDD-/PCDF- og dioksinlignende PCB-forbindelsene, og TEQ-verdiene skal angis 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 PCDD/PCDF, dioksinlignende PCB og lipider. Prøvens lipidinnhold skal bestemmes og rapporteres for næringsmiddelmatriser med grenseverdier uttrykt på grunnlag av fettmengde og med forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning). For andre prøver er bestemmelse av innholdet av lipider valgfritt.

- Gjenfinningsprosenten for de enkelte interne standardene skal angis dersom den ligger utenfor området angitt i nr. 6.2 dersom grenseverdien er overskredet (i så fall skal gjenfinningen for én av de to dobbeltanalysene angis), og i andre tilfeller på anmodning.
- Ettersom det skal tas hensyn til den utvidede 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 konfidensintervall på ca. 95 %. Dersom PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB bestemmes hver for seg, brukes summen av den beregnede utvidede måleusikkerheten for de separate analyseresultatene for PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB for summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB.
- Resultatene skal presenteres i de samme enhetene og med 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 et veiledende resultat for PCDD/PCDF og/eller dioksinlignende PCB uttrykt i BEQ (ikke TEQ) angis (se nr. 1). Prøver med en respons under rapporteringsgrensen skal angis som under rapporteringsgrensen. Prøver med en respons over måleområdet skal rapporteres som overstigende måleområdet, og innholdet som tilsvarer den øvre delen av måleområdet, skal angis i bioanalytiske ekvivalenter (BEQ).
- For hver type prøvematrikse skal rapporten inneholde opplysninger om grenseverdien eller tiltaksgrensen 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 næringsmiddelmatriser med grenseverdier uttrykt på grunnlag av fettmengde og med forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning). For andre prøver er bestemmelse av innholdet av lipider valgfritt.
- Ved prøver som mistenkes for å være positive, må rapporten inneholde en merknad om tiltak som skal treffes. Konsentrasjonen av PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøver med forhøyet innhold skal bestemmes/bekreftes med en bekreftelsesmetode.
- Positive resultater skal rapporteres bare på grunnlag av bekreftende analyse.

Fysikalsk-kjemiske screeningmetoder

- Resultatet av screeningen skal angis som enten negativt eller mistenkt positivt («mistenkt»).
- For hver type prøvematrikse skal rapporten inneholde opplysninger om grenseverdien eller tiltaksgrensen vurderingen er bygget på.
- I tillegg kan verdiene for de enkelte PCDD/PCDF og/eller dioksinlignende PCB-forbindelsene samt TEQ-verdiene, angitt som nedre, øvre og mellomkonsentrasjoner, angis. Resultatene skal angis i samme enheter og med (minst) samme antall signifikante sifre som grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006.
- Gjenfinningsgraden for de enkelte interne standardene skal angis dersom den ligger utenfor området angitt i nr. 6.2 og i andre tilfeller på anmodning.
- Rapporten skal angi GC-MS-metoden som er brukt.
- 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 næringsmiddelmatriser med grenseverdier uttrykt på grunnlag av fettmengde og med forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning). For andre prøver er bestemmelse av innholdet av lipider valgfritt.

-
- Ved prøver som mistenkes for å være positive, må rapporten inneholde en merknad om tiltak som skal treffes. Konsentrasjonen av PCDD/PCDF og summen av PCDD/PCDF og dioksinlignende PCB i prøver med forhøyet innhold skal bestemmes/bekreftes med en bekrefelsesmetode.
 - Avgjørelsen av om det foreligger manglende overholdelse kan foretas bare etter en bekreftende analyse.
-

Tillegg

WHO's toksisitetsekvivalensfaktorer (WHO-TEF) for vurdering av risikoen for mennesker på grunnlag av konklusjonene fra Verdens helseorganisasjons (WHO) ekspertmøte om det internasjonale program for kjemikaliesikkerhet (IPCS) i Genève i juni 2005⁽¹⁾.

Forbindelse	TEF-verdi	Forbindelse	TEF-verdi
Dibenzo-p-dioksiner (PCDD)		«Dioksinlignende» PCB	
		Non-orto PCB + mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Non-orto PCB	
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		
Dibenzofuraner (PCDF)		Mono-orto PCB	
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.			

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

VEDLEGG IV

TILLAGING AV PRØVER OG KRAV TIL ANALYSEMETODER FOR KONTROLL AV INNHOLDET AV IKKE-DIOKSINLIGNENDE PCB I VISSE NÆRINGSMIDLER

Kravene fastsatt i dette vedlegg gjelder når næringsmidler analyseres med henblikk på offentlig kontroll av innholdet av ikke-dioksinlignende PCB, og for tillaging av prøver samt krav til analysemetoder for andre reguleringsformål, herunder kontroll foretatt av driftsansvarlige for næringsmiddelforetak for å sikre samsvar med bestemmelsene i artikkel 4 i forordning (EF) nr. 852/2004.

Bestemmelsene om tillaging av prøver fastsatt i nr. 3 i vedlegg III til denne forordning gjelder også for kontroll av innholdet av ikke-dioksinlignende PCB i 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 ikke-dioksinlignende PCB fra forstyrrende 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⁽¹⁾.

— GC/MS-metoder:

— Overvåking av minst følgende molekylærioner eller karakteristiske ioner/fragmenter fra molekylstrukturen:

— To særskilte ioner for HRMS.

— Tre særskilte ioner for LRMS.

— To bestemte morioner, hver med ett bestemt tilsvarende datterion fra overgangen ved 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 ionene) og bekreftelsesion(er): $\pm 15\%$.

— For GC/ECD:

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

3. Dokumentasjon av metodens ytelse:

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

4. Grense for mengdebestemmelse:

Summen av grensene for mengdebestemmelse⁽²⁾ av ikke-dioksinlignende PCB skal ikke være større enn én tredel av grenseverdien⁽³⁾.

5. Kvalitetskontroll:

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

(1) 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 forstyrrelse fra fragmenter av høyklorerte forbindelser.

(2) Prinsippene beskrevet i «Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food» [lenke til nettsted] skal eventuelt følges.

(3) 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 ikke-dioksinlignende PCB-forbindelser brukes:
 - Resultatene skal korrigeres for gjenfinning av interne standarder.
 - Allment godtakbare gjenfinninger for isotopmerkede interne standarder ligger i området 60–120 %.
 - Lavere eller høyere gjenfinning for enkeltforbindelser med et bidrag til summen av ikke-dioksinlignende 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.
- Gjenfinning av umerkede forbindelser skal kontrolleres ved hjelp av prøver med tilsetning eller kvalitetskontrollprøver med konsentrasjoner i grenseverdiområdet. Akseptabel gjenfinning for disse forbindelsene er mellom 60 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 anvender metoder for kvalitetssikring av sine analyser. Laboratoriene skal være akkreditert i henhold til standarden EN ISO/IEC 17025. Dessuten skal prinsippene som beskrevet i de tekniske retningslinjene for vurdering av målesikkerhet og grenser for mengdebestemmelse for PCB-analyse skal følges dersom det er relevant⁽¹⁾.

8. Ytelsesegenskaper: Kriterier for summen av ikke-dioksinlignende PCB ved grenseverdien

	Massespektrometrisk isotopfortynning(*)	Andre teknikker
Riktighet	– 20 til + 20 %	– 30 til + 30 %
Intermediær presisjon (RSD _R)	≤ 15 %	≤ 20 %
Differanse mellom øvre og nedre konsentrasjon (beregnet)	≤ 20 %	≤ 20 %

(*) Alle seks ¹³C-merkede analoger skal brukes i samsvar med interne standarder

9. Rapportering av resultater

- Analyseresultatene skal omfatte innholdet av de enkelte ikke-dioksinlignende PCB-forbindelsene og summen av ikke-dioksinlignende PCB, angitt som nedre, øvre og mellomkonsentrasjoner, slik at resultatrapporten inneholder flest mulig opplysninger, og slik at resultatene kan tolkes i henhold til bestemte krav.

⁽¹⁾ «Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry» [lenke til nettsted] og «Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food» [lenke til nettsted].

- I rapporten skal det også angis hvilken metode som er brukt ved ekstraksjonen av PCB og lipider. Prøvens lipidinnhold skal bestemmes og rapporteres for næringsmiddelmatriser med grenseverdier uttrykt på grunnlag av fettmengde og med forventet fettkonsentrasjon i størrelsesordenen 0–2 % (i samsvar med gjeldende lovgivning). For andre prøver er bestemmelse av innholdet av lipider valgfritt.
 - 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 den utvidede 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 %.
 - Resultatene skal presenteres i de samme enhetene og med samme antall signifikante sifre som grenseverdiene fastsatt i forordning (EF) nr. 1881/2006.
-