

NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 1883/2006

ze dne 19. prosince 2006,

kterým se stanoví metody odběru vzorků a analýzy pro úřední kontrolu množství dioxinů a PCB s dioxinovým efektem v určitých potravinách

(Text s významem pro EHP)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 ze dne 29. dubna 2004 o úředních kontrolách za účelem ověření dodržování právních předpisů týkajících se krmiv a potravin a pravidel o zdraví zvířat a dobrých životních podmínek zvířat⁽¹⁾, a zejména na čl. 11 odst. 4 uvedeného nařízení,

vzhledem k těmto důvodům:

- (1) Nařízení Komise (ES) č. 1881/2006 ze dne 19. prosince 2006, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách⁽²⁾, stanoví maximální limity dioxinů a furanů a pro součet dioxinů, furanů a PCB s dioxinovým efektem v určitých potravinách.
- (2) Směrnice Komise 2002/69/ES ze dne 30. července 2002, kterou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu dioxinů a stanovení PCB s dioxinovým efektem v potravinách⁽³⁾, zavádí zvláštní ustanovení týkající se postupu odběru vzorků a analytických metod pro provádění úřední kontroly.
- (3) Použití nových maximálních limitů pro součet dioxinů, furanů a PCB s dioxinovým efektem vyžaduje změny směrnice 2002/69/ES. Z důvodů jasnosti je vhodné nahradit směrnici 2002/69/ES tímto nařízením.
- (4) Ustanovení tohoto nařízení se týkají pouze odběru vzorků a analýzy dioxinů a PCB s dioxinovým efektem pro účely provádění nařízení (ES) č. 1881/2006 a nemají vliv na strategii odběru vzorků, rozsah a četnost odběru vzorků, jak jsou uvedeny v přílohách III a IV směrnice

Rady 96/23/ES ze dne 29. dubna 1996 o kontrolních opatřeních u některých látek a jejich reziduí v živých zvířatech a živočišných produktech a o zrušení směrnic 83/358/EHS a 86/469/EHS a rozhodnutí 89/187/EHS a 91/664/EHS⁽⁴⁾. Netýkají se cílových kritérií pro odběr vzorků, jak jsou stanovena v rozhodnutí Komise 98/179/ES ze dne 23. února 1998, kterým se stanoví prováděcí pravidla k úřednímu odběru vzorků pro zjišťování některých látek a jejich reziduí v živých zvířatech a živočišných produktech⁽⁵⁾.

- (5) Pro vyhledání vzorků s významným množstvím dioxinů a PCB s dioxinovým efektem by měla být použita vysoce výkonná screeningová analytická metoda s ověřenou, obecně uznanou validací. Obsah dioxinů a PCB s dioxinovým efektem v těchto vzorcích je třeba určit konfirmační analytickou metodou. Je tedy vhodné stanovit přísné požadavky na konfirmační analytické metody a minimální požadavky na screeningovou analytickou metodu.
- (6) Je třeba upřesnit způsob odběru vzorků u velmi velkých ryb, aby byl zajištěn harmonizovaný přístup v celém Společenství.
- (7) V rybách téhož druhu, které pocházejí ze stejného regionu, se může množství dioxinů a PCB s dioxinovým efektem lišit podle velikosti a stáří ryb. Kromě toho množství dioxinů a PCB s dioxinovým efektem nemusí být ve všech částech ryby stejné. Proto je třeba upřesnit způsob odběru vzorků a přípravy vzorků u velmi velkých ryb, aby byl zajištěn harmonizovaný přístup v celém Společenství.
- (8) Je velice důležité, aby byly výsledky analýzy uváděny a vykládány jednotným způsobem s cílem zajistit harmonizované postupy prosazování předpisů v celém Společenství.
- (9) Opatření stanovená v tomto nařízení jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potravinový řetězec a zdraví zvířat,

⁽¹⁾ Úř. věst. L 165, 30.4.2004, s. 1. Nařízení ve znění nařízení Komise (ES) č. 776/2006 (Úř. věst. L 136, 24.5.2006, s. 3).

⁽²⁾ Viz strana 5 v tomto čísle Úředního věstníku.

⁽³⁾ Úř. věst. L 209, 6.8.2002, s. 5. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí 2004/44/ES (Úř. věst. L 113, 20.4.2004, s. 17).

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 125, 23.5.1996, s. 10. Směrnice naposledy pozměněná nařízením Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 (Úř. věst. L 165, 30.4.2004, s. 1).

⁽⁵⁾ Úř. věst. L 65, 5.3.1998, s. 31. Rozhodnutí ve znění aktu o přistoupení z roku 2003.

PŘIJALA TOTO NAŘÍZENÍ:

Článek 1

Odběr vzorků pro úřední kontrolu množství dioxinů, furanů a PCB s dioxinovým efektem v potravinách uvedených v oddílu 5 přílohy nařízení (ES) č. 1881/2006 se provede pomocí metod uvedených v příloze I tohoto nařízení.

Článek 2

Příprava vzorků a analýzy pro úřední kontrolu množství dioxinů, furanů a PCB s dioxinovým efektem v potravinách uvedených v oddílu 5 přílohy nařízení (ES) č. 1881/2006 se

provedou pomocí metod uvedených v příloze II tohoto nařízení.

Článek 3

Zrušuje se směrnice 2002/69/ES. Odkazy na zrušenou směrnici se považují za odkazy na toto nařízení.

Článek 4

Toto nařízení vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie*.

Použije se ode dne 1. března 2007.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

V Bruselu dne 19. prosince 2006.

Za Komisi
Markos KYPRIANOU
člen Komise

PŘÍLOHA I

METODY ODBĚRU VZORKŮ PRO ÚŘEDNÍ KONTROLU MNOŽSTVÍ DIOXINŮ (PCDD/PCDF) A PCB S DIOXINOVÝM EFEKTEM V URČITÝCH POTRAVINÁCH**1. OBLAST PŮSOBNOSTI**

Vzorky určené pro úřední kontrolu množství dioxinů (PCDD/PCDF) a PCB s dioxinovým efektem v potravinách musí být odebírány pomocí metod popsanych v této příloze. Takto získané souhrnné vzorky jsou považovány za reprezentativní pro šarže nebo části šarže, z nichž byly odebrány. Dodržení maximálních limitů stanovených v nařízení (ES) č. 1881/2006, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách, se určuje na základě množství zjištěného v laboratorních vzorcích.

2. DEFINICE

Šarže: identifikovatelné množství potravinové komodity dodané ve stejném okamžiku, které má podle úředníka jednotné vlastnosti, jako jsou původ, druh, typ obalu, balírna, zasílatel nebo označení. U ryb a produktů rybolovu musí být srovnatelná také velikost ryb. I v případě, že velikost a/nebo hmotnost ryb nejsou v rámci zásilky srovnatelné, lze zásilku považovat za šarži, musí se však použít specifický postup odběru vzorků.

— Část šarže: určitá část velké šarže vyčleněná k tomu, aby z ní byl proveden odběr vzorků. Každá část šarže musí být fyzicky samostatná a identifikovatelná.

— Dílčí vzorek: množství materiálu odebrané z jednoho místa šarže nebo části šarže.

— Souhrnný vzorek: souhrn všech dílčích vzorků odebraných ze šarže nebo části šarže.

— Laboratorní vzorek: reprezentativní část nebo množství souhrnného vzorku určené pro laboratoř.

3. VŠEOBECNÁ USTANOVENÍ**3.1 Pracovníci**

Odběr vzorků provádí oprávněný pracovník určený členským státem.

3.2 Materiál, který má být odebrán

Každá šarže nebo část šarže, která má být analyzována, se vzorkuje samostatně.

3.3 Předběžná opatření

Při odběru vzorků a při přípravě vzorků se provedou předběžná opatření s cílem zabránit jakýmkoli změnám, které by mohly ovlivnit obsah dioxinů a PCB s dioxinovým efektem, nepříznivě ovlivnit analytické stanovení nebo znehodnotit reprezentativnost souhrnných vzorků.

3.4 Dílčí vzorky

Dílčí vzorky se odeberou pokud možno z různých míst celé šarže nebo části šarže. Odchytky od tohoto postupu se zaznamenají v protokolu podle části 3.8 této přílohy.

3.5 Příprava souhrnného vzorku

Souhrnný vzorek se připraví kombinací dílčích vzorků. Měl by mít hmotnost nejméně 1 kg, pokud to ovšem není nepraktické, např. provádí-li se odběr z jednoho balení.

3.6 Duplikátní vzorky

Duplikátní vzorky pro zkoušení za účelem potvrzení výsledku, obhajoby nebo pro rozhodčí zkoušení se odeberou z homogenizovaného souhrnného vzorku, pokud tento postup není v rozporu s předpisy členských států týkajícími se práv provozovatele potravinářského podniku. Laboratorní vzorky pro účely kontroly musí mít velikost dostatečnou alespoň pro provedení opakované analýzy.

3.7 Balení a přeprava vzorků

Každý vzorek se uloží do čisté nádoby z inertního materiálu, která poskytuje dostatečnou ochranu před kontaminací, ztrátou analytu adsorpcí na vnitřních stěnách nádoby a před poškozením při přepravě. Musí být přijata všechna nezbytná opatření s cílem zabránit změně složení vzorku, ke které může dojít při přepravě nebo skladování.

3.8 Uzavření a označení vzorků

Každý vzorek odebraný k úředním účelům se uzavře na místě odběru a označí se podle pravidel členských států.

O každém odběru vzorků se vystaví protokol, který umožní jednoznačnou identifikaci šarže a uvádí den a místo odběru vzorků a další údaje, které mohou být pro analytika užitečné.

4. VÝBĚROVÁ KONTROLA

Použitá metoda odběru vzorků zaručuje, že je souhrnný vzorek reprezentativní pro šarži (část šarže), která má být kontrolována.

4.1 Rozdělení šarží na jednotlivé části

Velké šarže se rozdělí na části za podmínky, že části šarže lze fyzicky oddělit. Na produkty, s nimiž se obchoduje ve velkých volně ložených zásilkách (např. rostlinné oleje), se vztahuje tabulka 1. Na ostatní produkty se vztahuje tabulka 2. Vzhledem k tomu, že hmotnost šarže není vždy přesným násobkem hmotností částí šarží, může hmotnost částí šarže překročit uvedenou hodnotu nejvýše o 20 %.

Tabulka č. 1

Rozdělení šarží na části u produktů, s nimiž se obchoduje ve volně ložených zásilkách

Hmotnost šarže (tuny)	Hmotnost nebo počet částí šarže
$\geq 1\,500$	500 tun
> 300 a $< 1\,500$	3 části šarže
≥ 50 a ≤ 300	100 tun
< 50	—

Tabulka č. 2

Rozdělení šarží na části u ostatních produktů

Hmotnost šarže (tuny)	Hmotnost nebo počet částí šarže
≥ 15	15–30 tun
< 15	—

4.2 Počet dílčích vzorků

Hmotnost souhrnného vzorku, který vznikne sdružením všech dílčích vzorků, musí být alespoň 1 kg (viz část 3.5 této přílohy).

Minimální počet dílčích vzorků, který má být odebrán ze šarže nebo z části šarže, je uveden v tabulkách 3 a 4.

V případě volně ložených kapalných výrobků by šarže nebo část šarže měly být těsně před odebráním vzorku manuálně nebo mechanicky důkladně promíchány, přičemž nesmí být ovlivněna jakost produktu. V tomto případě lze předpokládat rovnoměrné rozšíření kontaminujících látek v dané šarži nebo její části. Proto stačí z každé šarže nebo její části odebrat tři dílčí vzorky, které budou tvořit souhrnný vzorek.

Dílčí vzorky mají podobnou hmotnost. Hmotnost dílčího vzorku je alespoň 100 gramů.

Odchylky od tohoto postupu se musejí zaznamenat v protokolu podle části 3.8 této přílohy. V souladu s ustanoveními rozhodnutí Komise 97/747/ES ze dne 27. října 1997, kterým se stanoví rozsah a četnost odběru vzorků podle směrnice Rady 96/23/ES o kontrolních opatřeních u některých látek a jejich reziduí v živých zvířatech a živočišných produktech⁽¹⁾, tvoří souhrnný vzorek slepičích vajec nejméně 12 vajec (jak pro šarže nebalených vajec, tak pro šarže sestávající z jednotlivých balení, tabulky 3 a 4).

(1) Úř. věst. L 303, 6.11.1997, s. 12.

Tabulka č. 3

Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány ze šarže nebo z části šarže

Hmotnost nebo objem šarže/části šarže (v kg nebo litrech)	Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Sestává-li šarže nebo její část z jednotlivých balení nebo jednotek, je počet balení nebo jednotek odebíraných za účelem vytvoření souhrnného vzorku uveden v tabulce 4.

Tabulka č. 4

Počet balení nebo jednotek (dílčích vzorků) odebíraných za účelem vytvoření souhrnného vzorku, sestává-li šarže nebo její část z jednotlivých balení nebo jednotek

Počet balení nebo jednotek v šarži/části šarže	Počet balení nebo jednotek, které mají být odebrány
1 až 25	alespoň 1 balení nebo jednotka
26 až 100	přibližně 5 %, alespoň 2 balení nebo jednotky
> 100	přibližně 5 %, nejvýše 10 balení nebo jednotek

4.3 Zvláštní ustanovení pro odběr vzorků z šarží sestávajících z celých ryb srovnatelné velikosti a hmotnosti

Ryby jsou z hlediska velikosti a hmotnosti považovány za srovnatelné, pokud rozdíl ve velikosti a hmotnosti nepřesahuje přibližně 50 %.

Počet dílčích vzorků, které mají být odebrány z šarže, je stanoven v tabulce 3. Hmotnost souhrnného vzorku, který vznikne sdružením všech dílčích vzorků, musí být alespoň 1 kg (viz bod 3.5).

- Pokud vzorkovaná šarže obsahuje malé ryby (jednotlivé ryby o hmotnosti < přibližně 1 kg), odebere se jako dílčí vzorek celá ryba, která tvoří souhrnný vzorek. Pokud je hmotnost takto vytvořeného souhrnného vzorku větší než 3 kg, může dílčí vzorek sestávat ze středních částí ryby tvořící souhrnný vzorek, z nichž každý má hmotnost alespoň 100 g. Celá část, na niž se vztahuje maximální limit, se použije k homogenizaci vzorku.

Střední část ryby je část, v níž je těžiště. To se zpravidla nachází v hřbetní ploutvi (pokud ryba takovou ploutev má) nebo v polovině mezi žaberním a řitním otvorem.

- Pokud vzorkovaná šarže obsahuje větší ryby (jednotlivé ryby o hmotnosti větší než přibližně 1 kg), je dílčím vzorkem střední část ryby. Hmotnost každého dílčího vzorku je alespoň 100 gramů.

U ryb s průměrnou velikostí (přibližně 1–6 kg) je dílčí vzorek odebrán jako řez od páteře k břichu ve střední části ryby.

U velmi velkých ryb (tj. > přibližně 6 kg) je dílčí vzorek odebrán ze svaloviny na pravé straně (pohled zpředu) hřbetu a boku ve střední části ryby. Pokud by odebrání takového kusu ze střední části způsobilo významnou hospodářskou škodu, lze za dostatečné považovat odebrání alespoň tří dílčích vzorků o alespoň 350 gramech, a to bez ohledu na velikost šarže, nebo lze případně odebrat rovnocennou část svaloviny z blízkosti ocasu a z blízkosti hlavy z téže ryby, což představuje dílčí vzorek, jenž je reprezentativní z hlediska množství dioxinů v celé rybě.

4.4 Odebírání vzorků z šarží ryb sestávajících z celých ryb různé velikosti a/nebo hmotnosti

- Pokud jde o strukturu vzorku, použijí se ustanovení bodu 4.3.
- Pokud převládá určitá třída/kategorie velikosti nebo hmotnosti (přibližně 80 % nebo větší podíl šarže), odebere se vzorek z ryb s převládající velikostí nebo hmotností. Vzorek se považuje za reprezentativní pro celou šarži.
- Pokud žádná konkrétní třída/kategorie velikosti nebo hmotnosti nepřevládá, musí se zajistit, aby ryby vybrané do vzorku byly pro danou zásilku reprezentativní. Zvláštní pokyny pro takové případy jsou stanoveny v „Pokynech pro odběr vzorků z šarží ryb sestávajících z celých ryb různé velikosti a/nebo hmotnosti (1)“.

4.5 Odběr vzorků v maloobchodním prodeji

Odběr vzorků potravin v maloobchodním prodeji se provádí pokud možno podle ustanovení o odběru vzorků uvedených v části 4.2 této přílohy.

Pokud to není možné, lze použít náhradní metodu odběru vzorků v maloobchodním prodeji, pokud tato metoda zaručuje, že je daná šarže nebo její část dostatečně reprezentativní.

5. SOULAD ŠARŽE NEBO ČÁSTI ŠARŽE SE SPECIFIKACÍ

Šarže se přijme, pokud analytický výsledek jedné analýzy nepřekračuje při současném zohlednění nejistoty měření příslušný maximální limit pro dioxiny a součet dioxinů a PCB s dioxinovým efektem stanovený v nařízení (ES) č. 1881/2006.

Šarže nevyhovuje maximálnímu limitu stanovenému v nařízení (ES) č. 1881/2006, pokud horní (?) analytický výsledek potvrzený opakovanou analýzou (?) při současném zohlednění nejistoty měření takřka nepochybně překračuje maximální limit.

Nejistotu měření lze zohlednit jedním z těchto způsobů:

- Započítáním rozšířené nejistoty při použití faktoru pokrytí 2, který odpovídá hladině spolehlivosti asi 95 %. Šarže nebo její část nespĺňují podmínky, pokud měřená hodnota, od níž se odečte U, přesahuje stanovené nejvyšší přípustné hodnoty. V případě samostatného stanovení dioxinů a PCB s dioxinovým efektem se součet odhadované rozšířené nejistoty měření samostatných analytických výsledků musí použít pro součet dioxinů a PCB s dioxinovým efektem.
- Stanovením rozhodovací meze (CCa) podle ustanovení rozhodnutí Komise 2002/657/ES ze dne 12. srpna 2002, kterým se provádí směrnice Rady 96/23/ES, pokud jde o provádění analytických metod a interpretaci výsledků (4) (bod 3.1.2.5 přílohy – případ látek, pro něž jsou stanoveny nejvyšší přípustné hodnoty). Šarže nebo její část nespĺňují podmínky, pokud je měřená hodnota rovna stanoveným nejvyšším přípustným hodnotám CCa nebo je vyšší.

Uvedená pravidla interpretace se použijí na analytické výsledky získané u vzorků pro úřední kontrolu. U analýz pro účely obhajoby nebo rozhodčího zkoušení se použijí vnitrostátní pravidla.

(1) http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

(2) Koncepce „horního odhadu“ vyžaduje použití mezní hodnoty kvantifikace jakožto příspěvku každého nekvantifikovaného kongeneru do TEQ.

Pro výpočet „dolního odhadu“ se pro velikost každého příspěvku množstevně nestanoveného kongeneru k TEQ zvolí hodnota nula. Koncepce „středního odhadu“ vyžaduje použití poloviny mezní hodnoty kvantifikace pro výpočet příspěvku každého nekvantifikovaného kongeneru do TEQ.

(3) Opakovaná analýza je nutná k vyloučení možnosti vnitřní křížové kontaminace nebo náhodného promíchání vzorků. První analýza zohledňující nejistotu měření se použije pro ověření shodnosti vzorku. Je-li analýza prováděna v rámci kontaminace dioxiny, lze od potvrzení opakovanou analýzou upustit, pokud jsou vzorky vybrané pro analýzu zpětnou sledovatelností spojeny s daným případem kontaminace dioxiny.

(4) Úř. věst. L 221, 17.8.2002, s. 8. Rozhodnutí ve znění rozhodnutí 2004/25/ES (Úř. věst. L 6, 10.1.2004, s. 38).

PŘÍLOHA II

PŘÍPRAVA VZORKŮ A POŽADAVKY NA ANALYTICKÉ METODY POUŽITÉ PŘI ÚŘEDNÍ KONTROLE MNOŽSTVÍ DIOXINŮ (PCDD/PCDF) A PCB S DIOXINOVÝM EFEKTEM V URČITÝCH POTRAVINÁCH

1. OBLAST PŮSOBNOSTI

Požadavky stanovené v této příloze se vztahují na analýzu potravin pro úřední kontrolu množství dioxinů (polychlorovaných dibenzoparadioxinů (PCDD) a polychlorovaných dibenzofuranů (PCDF)) a PCB s dioxinovým efektem.

Při sledování přítomnosti dioxinů v potravinách může být využita screeningová metoda k vyhledání vzorků, jejichž obsah dioxinů a PCB s dioxinovým efektem je o méně než 25 % nižší, než je maximální limit, nebo je vyšší. Koncentrace dioxinů a součtu dioxinů a PCB s dioxinovým efektem ve vzorcích s významným množstvím se stanoví nebo potvrdí konfirmační metodou.

Screeningové metody jsou metody, které slouží ke zjišťování přítomnosti dioxinů a PCB s dioxinovým efektem na sledované úrovni. Tyto metody mají vysokou kapacitu, pokud jde o množství vzorků, a jsou používány k vyřídění potenciálních pozitivních vzorků z velkého množství vzorků. Jsou speciálně navrženy tak, aby vyloučily nesprávné negativní výsledky.

Konfirmační metody jsou metody, jež poskytují úplnou nebo doplňující informaci, která na sledované úrovni umožní jednoznačné stanovení a kvantifikaci dioxinů.

2. SOUVISLOSTI

Koncentrace jednotlivých látek v daném vzorku se vynásobí jejich příslušnými faktory toxické ekvivalence (TEF), které jsou stanoveny Světovou zdravotnickou organizací a jsou uvedeny v dodatku k této příloze, sečtou se a výsledný součet je celkovou koncentrací sloučenin s dioxinovým efektem vyjádřenou v toxických ekvivalentech (TEQ).

Pro účely tohoto nařízení je schválenou specifickou mezí kvantifikace jednotlivého kongeneru koncentrace analytu v extraktu vzorku, jenž vytváří instrumentální odezvu na dva různé ionty, která má být monitorována v poměru signál–šum 3:1 pro méně citlivé signály a při splnění základních požadavků, jako je např. retenční čas, poměr izotopu podle postupu určení popsaneho v metodě EPA 1613 revize B.

3. PŘÍPRAVA VZORKŮ MUSÍ BÝT V SOULADU S POŽADAVKY NA ZABEZPEČOVÁNÍ JAKOSTI

— Na každém stupni odběru vzorků a analýzy musí být přijata opatření k zamezení křížové kontaminace.

— Vzorky musí být uchovávány a přepravovány v nádobách ze skla, hliníku, polypropylenu nebo polyethylenu. Z nádoby na vzorky musí být odstraněny stopy papírového prachu. Skleněné nádoby musí být vypláchnuto rozpouštědly, která jsou certifikována jako prostá dioxinů nebo byla předem zkontrolována z hlediska přítomnosti dioxinů.

— Vzorky musí být uchovávány a přepravovány tak, aby byla zachována celistvost vzorku potraviny.

— Pokud je to relevantní, jednotlivé laboratorní vzorky se jemně rozemelou a důkladně promísí postupem, u něhož je prokázáno, že se jím dosáhne úplné homogenizace (např. rozemletím a proséváním přes síto s průměrem oček 1 mm); je-li vlhkost příliš vysoká, musí se vzorky před rozemletím sušit.

— Provede se slepý pokus, při němž se provede celý analytický postup bez vzorku.

— Hmotnost vzorku použitého pro extrakci musí být dostatečně velká, aby byly splněny požadavky na citlivost stanovení.

— Specifické postupy přípravy vzorku použité pro zkoumané výrobky se validují podle mezinárodně uznaných metodik.

— Z ryb se musí odstranit kůže, protože maximální limit se vztahuje na svalovinu bez kůže. Je však nutné, aby všechny zbylé části svaloviny a tukové tkáně na vnitřní straně kůže byly z kůže pečlivě a úplně seškrabány a aby tyto zbytky svaloviny a tukové tkáně byly přidány k analyzovanému vzorku.

4. POŽADAVKY Kladené NA LABORATOŘE

— Laboratoře prokazují funkčnost metody v rozsahu kolem sledované úrovně, např. poloviny, jednonásobku nebo dvojnásobku sledované úrovně, a to s přijatelným variačním koeficientem pro opakovanou analýzu. Podrobnosti kritérií přijatelnosti viz část 5.

— Mezní hodnota kvantifikace u konfirmační metody je v rozsahu přibližně jedné pětiny sledované úrovně.

— Jako opatření v rámci vnitřní kontroly jakosti se provádějí pravidelné slepé zkoušky, stanovení s přidavkem nebo analýzy kontrolních vzorků (nejlépe certifikovaného referenčního materiálu, je-li k dispozici).

— Odbornost laboratoře se ověří trvalou úspěšnou účastí v mezilaboratorních studiích týkajících se stanovení dioxinů a PCB s dioxinovým efektem v příslušných matricích krmiv/potravin.

— V souladu s nařízením (ES) č. 882/2004 jsou laboratoře akreditovány pověřeným orgánem pracujícím podle pokynů ISO Guide 58, aby bylo zajištěno, že uplatňují při analýze program zabezpečování jakosti. Laboratoře jsou akreditovány podle normy EN ISO/IEC 17025.

5. POŽADAVKY, KTERÉ MUSÍ SPLŇOVAT ANALYTICKÁ METODA PRO DIOXINY A PCB S DIOXINOVÝM EFEKTEM

Základní požadavky na přijatelnost analytických postupů:

— *Vysoká citlivost měření a nízká mez detekce.* V případě PCDD a PCDF musí být zjiitelné množství z důvodu extrémní toxicity některých těchto sloučenin na úrovni pikogramů TEQ (10^{-12} g). Je známo, že PCB se vyskytují ve vyšších koncentracích než PCDD a PCDF. V případě většiny kongenerů PCB je dostatečná již citlivost na úrovni nanogramů (10^{-9} g). Pro měření toxicitějších kongenerů PCB s dioxinovým efektem (zejména non-ortho substituovaných kongenerů) musí být dosaženo stejné citlivosti měření jako pro PCDD a PCDF.

— *Vysoká selektivita (specifičnost).* Je třeba rozlišovat PCDD, PCDF a PCB s dioxinovým efektem od ostatních sloučenin, které se extrahují společně s těmito látkami, mohou rušit při jejich stanovení a jsou přítomny v koncentracích až o několik řádů vyšších než koncentrace sledovaných analytů. V případě metod založených na plynové chromatografii nebo hmotnostní spektrometrii (GC/MS) je nezbytné rozlišit mezi různými kongenery, tj. mezi toxickými kongenery (např. sedmnácti PCDD a PCDF substituovanými v polohách 2,3,7,8 a PCB s dioxinovým efektem) a ostatními kongenery. Biologické zkoušky sloučenin jsou schopny selektivně určit hodnoty TEQ jako součet PCDD, PCDF a PCB s dioxinovým efektem.

— *Vysoká správnost (pravdivost a přesnost).* Stanovení poskytuje správný odhad skutečné koncentrace ve vzorku. Vysoká správnost (správnost měření: stupeň shody mezi výsledkem měření a skutečnou nebo přidělenou hodnotou) je nezbytná k tomu, aby nedošlo k zamítnutí výsledku analýzy vzorku na základě malé spolehlivosti odhadu TEQ. Správnost je vyjádřena pravdivostí (rozdílem mezi střední naměřenou hodnotou analytu v certifikovaném materiálu a jeho certifikovanou hodnotou, vyjádřeným v procentech této hodnoty) a přesností (RSD_R je relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti).

Screeningovými metodami mohou být biologické zkoušky a metody založené na GC/MS; konfirmačními metodami jsou metody založené na plynové chromatografii nebo hmotnostní spektrometrii s vysokým rozlišením (HRGC/HRMS). Hodnota celkového TEQ musí splňovat následující kritéria:

	Screeningové metody	Konfirmační metody
Nesprávné negativní výsledky	< 1 %	
Pravdivost		– 20 % až + 20 %
Přesnost (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. ZVLÁŠTNÍ POŽADAVKY, KTERÉ MUSÍ SPLŇOVAT METODY GC/MS, ABY VYHOVOVALY PRO ÚČELY SCREEINGU NEBO OVĚŘOVÁNÍ

- Vnitřní standardy 2,3,7,8-chlor-substituovaných PCDD/F značené isotopem ^{13}C a standardy PCB s dioxinovým efektem značené isotopem ^{13}C musí být přimíseny na samém začátku analýzy, např. před extrakcí, aby bylo možné validovat postup analýzy. Alespoň jeden kongener musí být přidán pro každou z tetra až okta-chlorovaných homologických skupin PCDD/F a alespoň jeden kongener pro každou z homologických skupin PCB s dioxinovým efektem (nebo alespoň jeden kongener pro každou skupinu vybraných iontů při použití hmotnostní spektrometrie v režimu registrace vybraných iontů, použitou pro sledování PCDD/F a PCB s dioxinovým efektem). Jednoznačně se dává přednost, určitě v případě konfirmačních metod, použití všech 17 vnitřních standardů 2,3,7,8-substituovaných PCDD/F značených pomocí ^{13}C a všech 12 vnitřních standardů PCB s dioxinovým efektem značených pomocí ^{13}C .

Pro ty kongenery, k nimž není při použití vhodných kalibračních roztoků přidán žádný analog značený pomocí ^{13}C , se též určí relativní koeficienty odezvy.

- U potravin rostlinného původu nebo potravin živočišného původu s obsahem tuku nižším než 10 % je příměs vnitřních standardů před extrakcí povinná. U potravin živočišného původu s obsahem tuku vyšším než 10 % lze vnitřní standardy přimíset buď před extrakcí, nebo po extrakci tuku. Vhodným způsobem se validuje účinnost extrakce, a to v závislosti na okamžiku přidání vnitřních standardů a podle toho, zda se výsledky vztahují na výrobek nebo na obsah tuku.
- Před analýzou metodou GC/MS musí být přimíseny 1 nebo 2 náhradní standardy pro stanovení výtěžnosti.
- Kontrola výtěžnosti je nezbytná. U konfirmačních metod se výtěžnost jednotlivých vnitřních standardů pohybuje v rozsahu 60 až 120 %. Nižší nebo vyšší hodnota výtěžnosti jednotlivých kongenerů, zejména některých hepta- a okta-chlorovaných dibenzodioxinů a dibenzofuranů, je přípustná pod podmínkou, že jejich příspěvek k hodnotě TEQ nepřesáhne 10 % celkové hodnoty TEQ (na základě součtu PCDD/F a PCB s dioxinovým efektem). Hodnota výtěžnosti u screeningových metod se pohybuje mezi 30 a 140 %.
- Oddělení dioxinů od rušivých chlorovaných sloučenin, jako jsou jiné PCB než s dioxinovým efektem a chlorované difenylethery, se provede vhodnými chromatografickými technikami (nejlépe na florisilové, aluminové a/nebo uhlíkové koloně).
- Rozlišení isomerů plynovou chromatografií je dostatečné (< 25 % mezi píky 1,2,3,4,7,8-HxCDF a 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Stanovení se provede metodou EPA 1613 revize B: „Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS“ nebo jinou metodou s rovnocennými pracovními kritérii.
- U potravin s úrovní kontaminace dioxiny přibližně 1 pg WHO-TEQ na gram tuku (na základě součtu PCDD/PCDF a PCB s dioxinovým efektem) nepřekročí rozdíl mezi horním odhadem a dolním odhadem 20 %. U potravin s nízkým obsahem tuku musí být při úrovni kontaminace přibližně 1 pg WHO-TEQ na gram produktu dodrženy stejné požadavky. Při nižších úrovních kontaminace, např. 0,50 pg WHO-TEQ na gram produktu, může být rozdíl mezi horním a dolním odhadem v rozpětí mezi 25–40 %.

7. SCREENINGOVÉ ANALYTICKÉ METODY

7.1 Úvod

Při analýze mohou být použity různé přístupy ke screeningové metodě: čistý screening a kvantitativní zkoušení.

Screening

Odezva vzorků je porovnávána s odezvou referenčního vzorku o sledované úrovni. Vzorky s odezvou nižší, než má referenční vzorek, se prohlásí za negativní, vzorky s vyšší odezvou se považují za pozitivní. Požadavky:

- Do každé zkušební série se zařadí slepý a referenční vzorek, které jsou extrahovány a analyzovány současně a za stejných podmínek. Referenční vzorek musí ve srovnání se slepým vzorkem vykazovat zřetelně vyšší odezvu.
- Kromě toho se zařadí referenční vzorky o poloviční a dvojnásobné koncentraci, než je sledovaná úroveň, aby bylo prokázáno správné provádění zkoušky v rozsahu odpovídajícím sledované úrovni.

- Při analýze jiných matric musí být prokázána vhodnost referenčních vzorků, a to přednostně zařazením vzorků, u nichž byla metodou HRGC/HRMS prokázána úroveň TEQ blízká úrovni v referenčním vzorku nebo také slepého vzorku uměle obohaceného na tuto úroveň.
- Vzhledem k tomu, že v biologických zkouškách nelze použít žádné vnitřní standardy, provedou se testy opakovatelnosti s cílem získat informace o směrodatné odchylce v rámci zkušební série. Variační koeficient je nižší než 30 %.
- U biologických zkoušek jsou definovány cílové sloučeniny, možná interference a nejvyšší přípustná úroveň ve slepém vzorku.

Kvantitativní zkoušení

Kvantitativní zkoušení vyžaduje sérii ředění standardního roztoku, dvakrát nebo třikrát opakované čištění a měření a rovněž zařazení slepých vzorků a kontroly výtěžnosti. Výsledky mohou být vyjádřeny v TEQ, přičemž se vychází z toho, že sloučeniny, jež způsobily signál, vyhovují principu TEQ. To lze provést pomocí TCDD (nebo standardní směsi dioxin/furan/PCB s dioxinovým efektem), přičemž se sestrojí kalibrační křivka pro výpočet TEQ extraktu, a tedy i vzorku. U výsledku se poté provede korekce o hodnotu TEQ, která je spočítána pro slepý vzorek (aby se zohlednily nečistoty v použitých rozpouštědlech a chemikáliích) a o výtěžnost (vypočítanou z hodnoty TEQ, která je na sledované úrovni, u vzorku určeného pro kontrolu jakosti). Je nezbytné upozornit na to, že zjevné snížení výtěžnosti může být částečně způsobeno maticovými jevy nebo rozdíly mezi hodnotami TEF v biologických zkouškách a úředními hodnotami TEF podle WHO.

7.2 Požadavky kladené na analytické metody používané pro screening

- Pro screening mohou být používány analytické metody GC/MS a biologické metody zkoušení. V případě metod založených na GC/MS platí požadavky uvedené v bodě 6. Specifické požadavky na biologické zkoušky jsou uvedeny v části 7.3 této přílohy a požadavky biologických zkoušek prováděných pomocí souprav jsou uvedeny v části 7.4 této přílohy.
- Nezbytné jsou informace o počtu nesprávných pozitivních a nesprávných negativních výsledků velkého souboru vzorků s hodnotami ležícími nad a pod maximálním limitem nebo zásahovou úrovní ve srovnání s obsahem TEQ určeným konfirmační analytickou metodou. Skutečný podíl nesprávných negativních výsledků je pod 1 %. Podíl nesprávných pozitivních výsledků je natolik nízký, aby se použití screeningového nástroje stalo výhodným.
- Pozitivní výsledky musí být vždy potvrzeny konfirmační analytickou metodou (HRGC/HRMS). Kromě toho se pomocí HRGC/HRMS potvrdí vzorky z širokého rozmezí hodnot TEQ (přibližně 2 až 10 % negativních vzorků). Budou dány k dispozici informace o souladu výsledků biologické zkoušky a HRGC/HRMS.

7.3 Zvláštní požadavky kladené na biologické zkoušky sloučenin

- Při provádění biologických zkoušek vyžaduje každá zkouška sérii referenčních koncentrací TCDD nebo směsi dioxinu, furanu a PCB s dioxinovým efektem (celá křivka závislosti odezvy na dávce s $R^2 < 0,95$). Pro účely screeningu může být k analýze vzorků s nízkou hladinou obsahu použita křivka prodloužená do oblasti nízkých úrovní.
- Pro vyjádření výsledků biologických zkoušek v rámci neměnného časového období se použije referenční koncentrace TCDD (přibližně třikrát vyšší než mez stanovitelnosti) uvedená v záznamech o kontrole jakosti. Jinou možností může být relativní odezva srovnávacího vzorku vztažená ke kalibrační křivce TCDD, protože odezva buněk může záviset na mnoha faktorech.
- Pro každý srovnávací materiál se zaznamenají a kontrolují grafy kontroly jakosti, aby byl zajištěn soulad výsledku s pokyny.
- Zejména při kvantitativních výpočtech musí být použita taková indukce ředění vzorku, aby ležela v lineárním úseku křivky závislosti odezvy. Vzorky ležící nad lineárním úsekem křivky závislosti odezvy se musí zředit a znovu analyzovat. Proto se zkoušce podrobí alespoň tři nebo více různě ředěných vzorků najednou.
- Procentní standardní odchylka není vyšší než 15 % při trojnásobném stanovení pro každé ředění vzorku a pro tři nezávislé pokusy by neměla přesáhnout 30 %.
- Mez detekce může být stanovena na úrovni trojnásobku směrodatné odchylky slepého vzorku rozpouštědla nebo odezvy pozadí. Další možností je použít odezvu, která leží nad odezvou pozadí a vypočte se z kalibrační křivky sestrojené v daný den (pětinásobek odezvy slepého vzorku rozpouštědla). Mez stanovitelnosti může být stanovena na úrovni pěti- až šestinásobku směrodatné odchylky odezvy slepého vzorku rozpouštědla nebo odezvy pozadí nebo se použije odezva, která je nad odezvou pozadí a která se vypočte z kalibrační křivky sestrojené v daný den (desetinásobek odezvy slepého vzorku rozpouštědla).

7.4 Specifické požadavky na biologické zkoušky prováděné pomocí souprav

- Bude zaručeno, že biologické zkoušky prováděné pomocí souprav jsou dostatečně citlivé a spolehlivé pro použití u potravin.
- Musí být dodržovány pokyny výrobce pro přípravu vzorků.
- Zkušební soupravy se nepoužívají po uplynutí doby použitelnosti.
- Nepoužívají se materiály a součásti navržené pro použití s jinými soupravami.
- Zkušební soupravy se uchovávají v předepsaném rozsahu skladovacích teplot a měly by se používat při předepsané provozní teplotě.
- Mez detekce imunologických zkoušek se stanoví jako podíl hodnoty trojnásobku směrodatné odchylky odezvy, která je založena na deseti opakovaných stanovení provedených se slepým vzorkem, a hodnoty směrnice přímky získané lineární regresí.
- Pro zkoušky v laboratořích se používají srovnávací standardy, aby byla jistota, že citlivost standardu je v přijatelném rozsahu.

8. ZPRÁVA O VÝSLEDCÍCH

Pokud to analytický postup umožňuje, obsahují výsledky hodnoty jednotlivých kongenerů PCDD/F a PCB a oznamují se jako dolní, horní a střední odhad, aby zpráva o výsledcích obsahovala co nejvíce informací, díky čemuž by výsledky mohly být vykládány v souladu se zvláštními požadavky.

Zpráva též uvádí obsah lipidů ve vzorku a metodu použitou pro extrakci lipidů.

Pokud výtěžnost leží mimo rozpětí uvedené v bodě 6, je-li překročen maximální limit nebo v ostatních případech na žádost, musejí být dány k dispozici hodnoty výtěžnosti pro jednotlivé vnitřní standardy.

Protože se má při rozhodování o souladu vzorku vzít v úvahu také nejistota měření, dá se k dispozici také tento parametr. Analytický výsledek se tudíž oznámí ve tvaru „ $x \pm U$ “, kde x je výsledek analýzy a U je rozšířená nejistota měření, přičemž se použije faktor pokrytí 2, který odpovídá hladině spolehlivosti přibližně 95 %. V případě samostatného stanovení dioxinů a PCB s dioxinovým efektem se součet odhadované rozšířené nejistoty měření samostatných analytických výsledků musí použít pro součet dioxinů a PCB s dioxinovým efektem.

Je-li nejistota měření zohledněna uplatněním rozhodovací meze (CC α) (jak je popsáno v části 5 přílohy I), tento parametr se oznámí.

Výsledky se vyjádří ve stejných jednotkách a (alespoň) stejným počtem platných číslic, jako maximální limity stanovené v nařízení (ES) č. 1881/2006.

Dodatek k Příloze II

Tabulka Světové zdravotnické organizace (WHO) pro hodnocení nebezpečnosti TEF pro člověka vycházející ze závěrů kongresu WHO ve Stockholmu, Švédsko, 15. až 18. června 1997 (Van den Berg a jiní, (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775)

Kongener	Hodnota TEF	Kongener	Hodnota TEF
Dibenzo-p-dioxin (PCDD)		„PCB s dioxinovým efektem“ Non-ortho PCB + Mono-ortho PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Non-ortho PCB</i>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofurany (PCDF)		<i>Mono-ortho PCB</i>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Použité zkratky: „T“ = tetra; „Pe“ = penta; „Hx“ = hexa; „Hp“ = hepta; „O“ = okta; „CDD“ = chlorodibenzodioxin; „CDF“ = chlorodibenzofuran; „CB“ = chlorobifenyl.