

KOMMISSIONENS FORORDNING (EF) Nr. 1883/2006

af 19. december 2006

om prøveudtagnings- og analysemetoder til offentlig kontrol af indholdet af dioxiner og dioxinlignende PCB'er i visse fødevarer

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 882/2004 af 29. april 2004 om offentlig kontrol med henblik på verifikation af, at foderstof- og fødevarerlovgivningen samt dyresundheds- og dyrevelfærdsbestemmelserne overholdes ⁽¹⁾, særlig artikel 11, stk. 4, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) Ved Kommissionens forordning (EF) nr. 1881/2006 af 19. december 2006 om fastsættelse af grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i fødevarer ⁽²⁾ er der fastsat maksimalgrænseværdier for dioxiner og furaner og for summen af dioxiner, furaner og dioxinlignende PCB'er i visse fødevarer.
- (2) Ved Kommissionens direktiv 2002/69/EF af 26. juli 2002 om prøveudtagnings- og analysemetoder til officiel kontrol af dioxinindholdet og bestemmelse af dioxinlignende PCB i levnedsmidler ⁽³⁾ er der fastsat særlige bestemmelser om prøveudtagnings- og analysemetoder til offentlig kontrol.
- (3) Anvendelsen af nye grænseværdier for summen af dioxiner, furaner og dioxinlignende PCB'er nødvendiggør ændringer af direktiv 2002/69/EF. Af klarhedshensyn bør direktiv 2002/69/EF erstattes af denne forordning.
- (4) Bestemmelserne i denne forordning vedrører udelukkende prøveudtagning og analyser af dioxiner og dioxinlignende PCB'er med henblik på gennemførelse af forordning (EF) nr. 1881/2006, og de berører ikke strategien for prøveudtagningen eller omfanget og hyppigheden af prøveudtagningen som fastsat i bilag III og IV til Rådets

direktiv 96/23/EF af 29. april 1996 om de kontrolforanstaltninger, der skal iværksættes for visse stoffer og restkoncentrationer heraf i levende dyr og produkter heraf og om ophævelse af direktiv 85/358/EØF og 86/469/EØF og beslutning 89/187/EØF og 91/664/EØF ⁽⁴⁾. Bestemmelserne berører heller ikke kriterierne for målrettet prøveudtagning fastsat i Kommissionens beslutning 98/179/EF af 23. februar 1998 om nærmere bestemmelser for officiel prøveudtagning til kontrol af visse stoffer og restkoncentrationer heraf i levende dyr og produkter heraf ⁽⁵⁾.

- (5) Der bør anvendes en screeningsanalysemetode med dokumenteret og alment acceptabel validering og høj produktivitet til at udvælge stikprøver med betydeligt indhold af dioxiner og dioxinlignende PCB'er. Det er derefter nødvendigt at bestemme stikprøvernes indhold af dioxiner og dioxinlignende PCB'er ved en verifikationsmetode. Der bør derfor fastsættes specifikke krav til verifikationsmetoderne og minimumskrav til screeningsmetoden.
- (6) Med hensyn til udtagning af prøver af meget store fisk er det nødvendigt, at der fastsættes nærmere bestemmelser om prøveudtagningen for at sikre en harmoniseret fremgangsmåde i hele Fællesskabet.
- (7) Hos fisk af samme art og med oprindelse i samme område kan indholdet af dioxiner og dioxinlignende PCB'er være forskelligt afhængigt af fiskens størrelse eller alder. Desuden er indholdet af dioxiner og dioxinlignende PCB'er ikke nødvendigvis det samme i alle dele af fisken. Derfor er det ved udtagning af prøver af fisk nødvendigt, at der fastsættes nærmere bestemmelser om prøveudtagningen og prøveforberedelsen for at sikre en harmoniseret fremgangsmåde i hele Fællesskabet.
- (8) Det er af stor betydning, at analyseresultater indberettes og fortolkes på en ensartet måde for at sikre ensartet håndhævelse i hele Fællesskabet.
- (9) Foranstaltningerne i denne forordning er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Komité for Fødevarerækaden og Dyresundhed —

⁽¹⁾ EUT L 165 af 30.4.2004, s. 1. Berigtiget i EUT L 191 af 28.5.2004, s. 1. Ændret ved Kommissionens forordning (EF) nr. 776/2006 (EUT L 136 af 24.5.2006, s. 3).

⁽²⁾ Se side 5 i denne EUT.

⁽³⁾ EFT L 209 af 6.8.2002, s. 5. Senest ændret ved direktiv 2004/44/EF (EUT L 113 af 20.4.2004, s. 17).

⁽⁴⁾ EFT L 125 af 23.5.1996, s. 10. Senest ændret ved Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 882/2004 (EUT L 165 af 30.4.2004, s. 1. Berigtiget i EUT L 191 af 28.5.2004, s. 1).

⁽⁵⁾ EFT L 65 af 5.3.1998, s. 31. Ændret ved tiltrædelsesakten af 2003.

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

1881/2006 skal foregå i overensstemmelse med metoderne i bilag II til nærværende forordning.

Artikel 1

Udtagning af prøver med henblik på offentlig kontrol af indholdet af dioxiner, furaner og dioxinlignende PCB'er i fødevarer anført i del 5 i bilaget til forordning (EF) nr. 1881/2006 skal foregå i overensstemmelse med metoderne i bilag I til nærværende forordning.

Artikel 3

Direktiv 2002/69/EF ophæves. Henvisninger til det ophævede direktiv gælder som henvisninger til denne forordning.

Artikel 2

Prøveforberedelse og analyser med henblik på offentlig kontrol af indholdet af dioxiner, furaner og dioxinlignende PCB'er i fødevarer anført i del 5 i bilaget til forordning (EF) nr.

Artikel 4

Denne forordning træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Den anvendes fra den 1. marts 2007.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 19. december 2006.

På Kommissionens vegne
Markos KYPRIANOU
Medlem af Kommissionen

BILAG I

PRØVEUDTAGNINGSMETODER TIL OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF DIOXINER (PCDD/PCDF) OG DIOXINLIGNENDE PCB'ER I VISSE FØDEVARER**1. ANVENDELSESOMRÅDE**

Prøver til offentlig kontrol af indholdet af dioxiner (PCDD/PCDF) og dioxinlignende PCB'er i fødevarer udtages efter de metoder, der er fastsat i dette bilag. De derved fremkomne samleprøver betragtes som repræsentative for de partier eller delpartier, de er udtaget fra. På grundlag af det indhold, der er konstateret i laboratorieprøverne, fastslås det, om grænseværdierne i forordning (EF) nr. 1881/2006 om fastsættelse af grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i fødevarer er overholdt.

2. DEFINITIONER

Parti: En identificerbar mængde af en fødevare, der leveres på én gang, og hvorom det ved den offentlige kontrol konstateres, at den har fælles kendetegn, såsom oprindelse, art, emballagetype, emballeringsvirksomhed, afsender eller mærker. I forbindelse med fisk og fiskevarer skal også fiskenes størrelse være sammenlignelig. Hvis fiskenes størrelse og/eller vægt ikke kan sidestilles i en sending, kan sendingen fortsat betragtes som et parti, men der skal anvendes en særlig prøveudtagningsprocedure.

— Delparti: Del af et stort parti, der udvælges med henblik på anvendelse af prøveudtagningsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk adskilt og identificerbart.

— Enkeltp prøve: En materialemængde, der udtages fra et enkelt sted i partiet eller delpartiet.

— Samleprøve: Det materiale, der fremkommer ved, at man samler alle enkeltp prøverne fra partiet eller delpartiet.

— Laboratorieprøve: En repræsentativ delmængde af samleprøven bestemt til laboratoriebrug.

3. ALMINDELIGE BESTEMMELSER**3.1. Personale**

Prøveudtagningen foretages af en af medlemsstaten udpeget og autoriseret person.

3.2. Materiale til prøveudtagning

Prøveudtagningen af hvert parti eller delparti, som skal undersøges, foregår separat.

3.3. Forholdsregler

Under prøveudtagningen og prøveforberedelsen skal der træffes forholdsregler for at undgå ændringer, som kan påvirke indholdet af dioxiner og dioxinlignende PCB'er, have uheldig indflydelse på analyseresultatet eller gøre samleprøverne urepræsentative.

3.4. Enkeltp prøver

Enkeltp prøver udtages så vidt muligt forskellige steder i partiet eller delpartiet. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal registreres i det skema, der er nævnt i punkt 3.8.

3.5. Klargøring af den samlede prøve

Samleprøven sammensættes ved, at enkeltp prøverne samles. Den skal udgøre mindst 1 kg, medmindre det ikke lader sig gøre, f.eks. hvis prøven er udtaget af en enkelt pakning.

3.6. Kontraprøver

Kontraprøverne, der udtages med henblik på håndhævelse af reglerne, som bevismiddel og til referenceformål, udtages af den homogeniserede samleprøve, medmindre dette er i modstrid med medlemsstaternes forskrifter vedrørende fødevarerens sikkerhedslederens rettigheder. Laboratorieprøver til håndhævelse af reglerne skal have en størrelse, der er tilstrækkelig til, at der kan udføres mindst to analyser.

3.7. Emballering og forsendelse af prøver

Hver prøve skal anbringes i en ren beholder af inert materiale, der giver tilstrækkelig beskyttelse mod forurening, mod, at indersiden af beholderen adsorberer analysander, og mod beskadigelse under forsendelse. Alle de nødvendige forholdsregler skal træffes for at undgå ændringer i prøvens sammensætning, som kan opstå under transport eller opbevaring.

3.8. Forsegling og mærkning af prøver

Hver prøve, der udtages til officiel brug, forsegles på prøveudtagningsstedet og identificeres i henhold til medlemsstatens forskrifter.

Der skal udarbejdes et skema over hver enkelt prøveudtagning, således at hvert parti entydigt kan identificeres, med angivelse af dato og sted for prøveudtagningen samt eventuelle yderligere oplysninger, som kan være til hjælp for laboranten.

4. PRØVEUDTAGNINGSPLANER

Den anvendte prøveudtagningsmetode skal sikre, at samleprøven er repræsentativ for det (del)parti, der skal kontrolleres.

4.1. Opdeling af partier i delpartier

Hvis delpartiet kan udskilles fysisk, skal store partier opdeles i delpartier. For produkter, der handles i store bulk-sendinger (f.eks. vegetabilisk olie) anvendes tabel 1. For øvrige produkter anvendes tabel 2. Da partiets vægt ikke altid er et nøjagtigt multiplum af delpartiernes vægt, kan delpartiets vægt overskride den nævnte vægt, dog højst med 20 %.

Tabel 1

Opdeling af partier i delpartier for produkter, der handles i bulk-sendinger

Partiets vægt (tons)	Delpartiernes vægt eller antal
≥ 1 500	500 tons
> 300 og < 1 500	3 delpartier
≥ 50 og ≤ 300	100 tons
< 50	—

Tabel 2

Opdeling af partier i delpartier for øvrige produkter

Partiets vægt (tons)	Delpartiernes vægt eller antal
≥ 15	15-30 tons
< 15	—

4.2. Antal enkeltprøver

Samleprøven, der består af alle enkeltprøverne, skal veje mindst 1 kg (jf. punkt 3.5).

Mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet eller delpartiet, er angivet i tabel 3 og 4.

For så vidt angår flydende produkter i løs vægt blandes partiet eller delpartiet så grundigt som muligt, og så det ikke påvirker produktets kvalitet, enten manuelt eller mekanisk umiddelbart inden prøveudtagningen. I så fald antages det, at forekommende forurenende stoffer er fordelt ensartet i et givet parti eller delparti. Det er derfor tilstrækkeligt at udtage tre enkeltprøver fra et parti eller delparti, som tilsammen udgør samleprøven.

Enkeltprøverne skal have samme vægt. En enkeltprøve skal veje mindst 100 g.

Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal registreres i det skema, der er nævnt i punkt 3.8. I overensstemmelse med Kommissionens beslutning 97/747/EF af 27. oktober 1997 om omfang og hyppighed af den i Rådets direktiv 96/23/EF omhandlede prøveudtagning med henblik på overvågning af visse stoffer og restkoncentrationer heraf i visse animalske produkter ⁽¹⁾ fastsættes størrelsen af den samlede prøve for hønseæg til mindst 12 æg (både for partier i løs vægt og for partier bestående af enkeltpakninger, jf. tabel 3 og 4).

(¹) EFT L 303 af 6.11.1997, s. 12.

Tabel 3

Mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet eller delpartiet

Partiets/delpartiets vægt eller rumfang (kg eller l)	Mindsteantal enkeltprøver, der skal udtages
< 50	3
50 til 500	5
> 500	10

Hvis partiet eller delpartiet består af enkeltpakninger eller enheder, skal der for at danne den samlede prøve udtages det antal pakninger eller enheder, der er fastsat i tabel 4.

Tabel 4

Antal pakninger eller enheder (enkeltprøver), der for at danne den samlede prøve skal udtages, hvis partiet eller delpartiet består af enkeltpakninger eller enheder

Antal pakninger eller enheder i partiet/delpartiet	Antal pakninger eller enheder, der skal udtages
1 til 25	mindst 1 pakning eller enhed
26 til 100	ca. 5 %, dog mindst 2 pakninger eller enheder
> 100	ca. 5 %, dog højst 10 pakninger eller enheder

4.3. Særlige bestemmelser om udtagning af prøver af partier, der indeholder hele fisk, hvis størrelse og vægt kan sidestilles

Fisks størrelse og vægt anses for at kunne sidestilles, hvis forskellen i størrelse og vægt ikke er større end ca. 50 %.

Antallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet, er fastsat i tabel 3. Den samlede prøve, der består af alle enkeltprøverne, skal veje mindst 1 kg (jf. punkt 3.5).

— Hvis det parti, der skal udtages prøver fra, indeholder små fisk (hvor de enkelte fisk vejer under ca. 1 kg), tages hele fisk som enkeltprøver, som samleprøven består af. Hvis det resulterer i en samleprøve, der vejer over 3 kg, kan enkeltprøverne bestå af midterdelen af de fisk, der udgør denne samleprøve, idet enkeltprøverne hver skal veje mindst 100 g. Den samlede mængde, som grænseværdien gælder for, anvendes til homogenisering af prøven.

En fisks midterdel er der, hvor tyngdepunktet er. I de fleste tilfælde er det placeret ved rygfinnen (for fisk, der har en rygfinne) eller midtvejs mellem gælleåbningen og gattet.

— Hvis det parti, der skal udtages prøver fra, indeholder større fisk (hvor de enkelte fisk vejer over ca. 1 kg), består enkeltprøven af midterdelen af fisken. Enkeltprøverne skal hver især veje mindst 100 g.

For mellemstore fisk (ca. 1-6 kg) udtages enkeltprøven som en skive af fisken fra ryggraden til bugen i midterdelen af fisken.

For meget store fisk (over ca. 6 kg) udtages enkeltprøven fra kødet i rygmusklen i midterdelen i højre side (set forfra). Hvis udtagning af et sådant stykke fra midterdelen af fisken ville indebære et betydeligt økonomisk tab, kan udtagning af tre enkeltprøver hver på mindst 350 g anses som fyldestgørende uanset partiets størrelse, eller der kan som alternativ udtages lige store dele muskelkød nær haledelen og muskelkød nær hoveddelen fra én og samme fisk, som så udgør den enkeltprøve, der er repræsentativ for dioxinindholdet i den hele fisk.

4.4. Udtagning af prøver af fiskepartier, der indeholder hele fisk, hvis størrelse og/eller vægt er forskellig

- Bestemmelserne i punkt 4.3 om prøver finder anvendelse.
- Hvis en størrelse eller en vægtklasse/kategori er mest fremherskende (ca. 80 % eller derover af partiet), udtages prøven fra fisk med den fremherskende størrelse eller vægt. Prøven anses for at være repræsentativ for hele partiet.
- Hvis der ikke er en fremherskende størrelse eller en vægtklasse/kategori, skal det sikres, at de fisk, der udvælges til prøveudtagning, er repræsentative for sendingen. Der findes en særlig vejledning for sådanne tilfælde i »Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight«⁽¹⁾ (vejledning om udtagning af prøver fra fiskepartier, der indeholder hele fisk, hvis størrelse og/eller vægt er forskellig).

4.5. Prøveudtagning i detailledet

Udtagning af prøver af fødevarer i detailledet skal så vidt muligt ske i henhold til prøveudtagningsbestemmelserne i punkt 4.2.

Hvis dette ikke er muligt, kan alternative metoder til prøveudtagning i detailledet anvendes, hvis de sikrer, at prøveudtagningen er tilstrækkelig repræsentativ for det pågældende parti eller delparti.

5. PARTIETS ELLER DELPARTIETS OVERENSSTEMMELSE MED KRAVENE

Partiet godkendes, hvis analyseresultatet fra en enkelt analyse ikke overstiger den pågældende grænseværdi for summen af dioxiner og dioxinlignende PCB'er, der er fastsat i forordning (EF) nr. 1881/2006, idet der tages hensyn til måleusikkerheden.

Partiet overholder ikke den grænseværdi, der er fastsat i forordning (EF) nr. 1881/2006, hvis den øvre koncentration⁽²⁾, analyseresultatet viser, bekræftet ved endnu en analyse⁽³⁾, uden tvivl overstiger grænseværdien, idet der tages hensyn til måleusikkerheden.

Der kan tages hensyn til måleusikkerheden på en af følgende måder:

- ved at beregne den ekspanderede usikkerhed, idet der anvendes en dækningsfaktor på 2, hvilket giver et konfidensniveau på ca. 95 %. Et parti eller delparti opfylder ikke kravene, hvis den målte værdi minus U ligger over det tilladte niveau. Hvis dioxiner og dioxinlignende PCB'er bestemmes separat, anvendes summen af den anslåede ekspanderede usikkerhed af de separate analyseresultater vedrørende dioxiner og dioxinlignende PCB'er som summen af dioxiner og dioxinlignende PCB'er
- ved at fastlægge beslutningsgrænsen (CCa) i henhold til Kommissionens beslutning 2002/657/EF af 12. august 2002 om gennemførelsesbestemmelser til Rådets direktiv 96/23/EF for så vidt angår analysemetoders ydeevne og fortolkning af resultater⁽⁴⁾ (punkt 3.1.2.5 i bilaget — for stoffer, for hvilke der er fastsat et tilladt niveau). Et parti eller delparti opfylder ikke kravene, hvis den målte værdi er lig med eller er højere end CCa.

Disse fortolkningsregler gælder for analyseresultater af prøver udtaget ved offentlig kontrol. For analyser til beskyttelse eller til referenceformål anvendes nationale regler.

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

⁽²⁾ »Øvre koncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende lig med bestemmelsesgrænsen.

»Nedre koncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende nul.

»Middelkoncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende lig med halvdelen af bestemmelsesgrænsen.

⁽³⁾ En sådan ekstra analyse er nødvendig for at udelukke muligheden for intern krydskontaminering eller utilsigtet sammenblanding af prøver. Den første prøve tager hensyn til måleusikkerheden, og den anvendes til at verificere, om kravene er opfyldt.

Hvis analysen gennemføres som led i en hændelse med dioxinforurening, kan bekræftelse ved en ekstra analyse undlades, såfremt de prøver, der er udtaget til analyse, ved hjælp af sporbarhed kan relateres til dioxinforureningshændelsen.

⁽⁴⁾ EFT L 221 af 17.8.2002, s. 8. Ændret ved beslutning 2004/25/EF (EUT L 6 af 10.1.2004, s. 38).

BILAG II

PRØVEFORBEREDELSE OG KRAV TIL ANALYSEMETODER, DER ANVENDES VED OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF DIOXINER (PCDD/PCDF) OG DIOXINLIGNENDE PCB'ER I VISSE FØDEVARER

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Kravene i dette bilag bør anvendes, når fødevarer analyseres med henblik på offentlig kontrol af indholdet af dioxiner (polychlorerede dibenzo-p-dioxiner (PCDD) og polychlorerede dibenzofuraner (PCDF)) og dioxinlignende PCB'er.

Indholdet af dioxiner i fødevarer kan overvåges på grundlag af en strategi, der omfatter en screeningsmetode med henblik på at udvælge stikprøver med indhold af dioxiner og dioxinlignende PCB'er, der ligger mindre end 25 % under eller ligger over grænseværdien. Stikprøvernes indhold af dioxiner og summen af dioxiner og dioxinlignende PCB'er skal bestemmes/bekræftes ved en verifikationsmetode.

Screeningsmetoder er metoder, der anvendes til at påvise tilstedeværelsen af dioxiner og dioxinlignende PCB'er på det relevante niveau. Disse metoder skal have en høj produktivitet og anvendes til at undersøge store mængder prøver for eventuelle positive resultater. De skal især forhindre falsk negative resultater.

Verifikationsmetoder er metoder, der giver fuldstændig eller supplerende information, så dioxiner og dioxinlignende PCB'er kan identificeres og bestemmes entydigt på det relevante niveau.

2. BAGGRUND

Koncentrationerne af de enkelte stoffer i en given prøve ganges med deres respektive TEF (toxic equivalency factor), der er fastsat af Verdenssundhedsorganisationen, og som er anført i tillægget til dette bilag, og summen heraf giver den samlede koncentration af dioxinlignende forbindelser udtrykt i TEQ (toksicitetsækvivalenter).

Den accepterede specifikke bestemmelsesgrænse for en enkelt kongener er i denne forordnings forstand koncentrationen af en analysand i det prøveekstrakt, som giver en instrumentrespons for de to forskellige ioner, der skal undersøges, med et signal-støj-forhold på 3:1 for det mindst følsomme signal, og som opfylder basiskravene, f.eks. retentionstid, isotopforhold ifølge bestemmelsesproceduren, der er beskrevet i EPA-metode 1613 revision B.

3. KRAV TIL KVALITETSSIKRING, SOM SKAL OVERHOLDES VED PRØVEFORBEREDELSEN

- Der skal tages forholdsregler for at undgå krydskontaminering i alle faser af prøveudtagnings- og analyseproceduren.
- Prøverne skal opbevares og transporteres i beholdere af glas, aluminium, polypropylen eller polyethylen. Spor af papirstøv skal fjernes fra prøvebeholderen. Glasgenstande skylles med opløsningsmidler, der er dokumenteret dioxinfrie, eller som forinden er blevet kontrolleret for dioxinforekomst.
- Opbevaring og transport af fødevareprøven skal foregå, så den ikke forringes.
- Alle laboratorieprøver finmales og blandes grundigt, hvis det er relevant, efter en metode, hvorom det er godtgjort, at den resulterer i fuldstændig homogenisering (f.eks. så prøven kan sigtes gennem en 1 mm-sigte); prøverne skal tørres før formalingen, hvis vandindholdet er for højt.
- Der foretages en blindprøveanalyse ved at gennemføre hele analyseproceduren, blot med udeladelse af prøven.
- Vægten af den prøve, der anvendes til ekstraktionen, skal være tilstrækkelig til at opfylde følsomhedskravene.
- De specifikke procedurer for prøveforberedelse, som anvendes for de pågældende produkter, skal valideres efter internationalt anerkendte retningslinjer.

- Når det drejer sig om fisk, fjernes skindet, da grænseværdien gælder for muskelkød uden skind. Det er imidlertid nødvendigt, at alle rester af muskelkød og fedtvæv på indersiden af skindet omhyggeligt skrabs fuldstændig af skindet, og at disse rester af muskelkød og fedtvæv indgår i den prøve, der skal analyseres.

4. LABORATORIEKRAV

- Laboratorierne skal dokumentere en metodes præstation inden for det relevante niveau interval, f.eks. 0,5, 1 og 2 gange det relevante niveau med en acceptabel variationskoefficient for gentagne analyser. Se nærmere om godkendelseskriterierne i punkt 5.
- Bestemmelsesgrænsen for en verifikationsmetode bør ligge inden for ca. en femtedel af det relevante niveau.
- Som interne kvalitetskontrolforanstaltninger bør der gennemføres regelmæssig blindprøvekontrol og standardtilsætningsforsøg eller analyse af kontrolstikprøver (om muligt helst med certificeret referencemateriale).
- Laboratoriets præstationer dokumenteres ved løbende, vellykket deltagelse i sammenlignende laboratorieprøvninger vedrørende bestemmelse af dioxiner og dioxinlignende PCB'er i de relevante foder-/fødevarematrixer.
- I henhold til forordning (EF) nr. 882/2004 skal laboratorier være akkrediteret af et anerkendt organ, der fungerer i overensstemmelse med ISO-vejledning 58, for at sikre, at de anvender analysekvalitetssikring. Laboratorier akkrediteres ifølge EN ISO/IEC 17025-standarden.

5. KRAV TIL PROCEDURER FOR ANALYSE AF DIOXINER OG DIOXINLIGNENDE PCB'ER

Grundlæggende krav med henblik på godkendelse af analyseprocedurer

- *Høj følsomhed og lave påvisningsgrænser.* For PCDD'er og PCDF'er skal de påviselige mængder befinde sig i pikogram-TEQ-intervallet (10^{-12} g) på grund af disse forbindelsers ekstremt høje toksicitet. Det er kendt, at PCB'er forekommer i højere niveauer end PCDD og PCDF. For de fleste PCB-kongenerer er det tilstrækkeligt med en følsomhed i nanogram-intervallet (10^{-9} g). Til måling af mere toksiske dioxinlignende PCB-kongenerer (især non-ortho-substituerede kongenerer) skal den samme følsomhed som for PCDD'er og PCDF'er dog opnås.
- *Høj selektivitet (specifitet).* PCDD'er, PCDF'er og dioxinlignende PCB'er skal kunne skelnes fra en lang række andre ledsagestoffer, der er fremkommet ved ekstraktionen, og som muligvis er interfererende forbindelser i koncentrationer, der er op til mange gange højere end analysandens. For gaschromatografi/massespektrometri (GC/MS)-metoders vedkommende skal der kunne skelnes mellem forskellige kongenerer, f.eks. mellem toksiske kongenerer (f.eks. de 17 2,3,7,8-substituerede PCDD'er og PCDF'er og dioxinlignende PCB'er) og andre kongenerer. Bioassays skal kunne bestemme TEQ-værdier selektivt som summen af PCDD'er, PCDF'er og dioxinlignende PCB'er.
- *Høj nøjagtighed (korrekthed og præcision).* Bestemmelsen skal give et pålideligt skøn over den korrekte koncentration i en prøve. Høj nøjagtighed (målingens nøjagtighed: graden af overensstemmelse mellem måleresultatet og den målte genstands korrekte eller tillagte værdi) er nødvendig for at undgå, at et resultat af en analyse afvises på grundlag af lav pålidelighed af den skønnede TEQ. Nøjagtighed udtrykkes som korrekthed (forskellen mellem den målte middelværdi for en analysand i et certificeret materiale og dens certificerede værdi, udtrykt i procent af den certificerede værdi) og præcision (RSD_R relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold).

Screeningsmetoder kan omfatte GC/MS-analysemetoder og bioassays, og verifikationsmetoder er gaschromatografi med høj opløsningsevne/massespektrometri med høj opløsningsevne (HRGC/HRMS). Følgende kriterier skal overholdes i forhold til den samlede TEQ-værdi:

	Screeningsmetoder	Verifikationsmetoder
Falsk negativ-andel	< 1 %	
Korrekthed		– 20 % til + 20 %
Præcision (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. SPECIFIKKE KRAV, SOM GC/MS-METODER SKAL OPFYLDE MED HENBLIK PÅ SCREENING ELLER VERIFIKATION

— For at validere analyseproceduren tilsættes ^{13}C -mærkede 2,3,7,8-chlorsubstituerede PCDD/F-standarder og ^{13}C -mærkede interne dioxinlignende PCB-standarder helt i begyndelse af analysen, dvs. inden ekstraktion. Mindst en af disse kongener for hver af de tetra- til octa-chlorerede homologe grupper af PCDD/F og mindst en kongener for hver af de homologe grupper af dioxinlignende PCB'er skal tilsættes. (Alternativt tilsættes mindst en kongener for hver massespektrometrisk udvalgte ionregistreringsfunktion, der anvendes til overvågning af PCDD/F og dioxinlignende PCB'er). Det bedste er dog — navnlig ved verifikationsmetoder — at anvende alle 17 ^{13}C -mærkede 2,3,7,8-substituerede interne PCDD/F-standarder og alle 12 ^{13}C -mærkede interne dioxinlignende PCB-standarder.

Ligeledes skal der bestemmes relative responsfaktorer for de kongener, som der ikke tilsættes en ^{13}C -mærket analog for, ved hjælp af relevante kalibreringsopløsninger.

— For vegetabiliske fødevarer og animalske fødevarer, der indeholder under 10 % fedt, er det obligatorisk at tilsætte interne standarder inden ekstraktionen. For animalske fødevarer, der indeholder over 10 % fedt, kan de interne standarder tilsættes enten før ekstraktionen eller efter fedtekstraktionen. Der skal foretages en hensigtsmæssig validering af ekstraktionseffektiviteten, afhængigt af den fase, hvor de interne standarder indføres, og af, om resultaterne er produktbaserede eller fedtbaserede.

— Inden GC/MS-analyse skal der tilsættes en eller to genfindelsesstandard(er) (surrogat).

— Det er nødvendigt med genfindelseskontrol. Niveaue for genfindelse af de enkelte interne standarder i verifikationsmetoder bør ligge mellem 60 og 120 %. Lavere eller højere genfindelse for enkeltkongener, navnlig for visse hepta- og octa-chlorerede dibenzodioxiner og dibenzofuraner, kan accepteres, på betingelse af at deres bidrag til TEQ-værdien ikke udgør mere end 10 % af den samlede TEQ-værdien (baseret på PCDD/F og dioxinlignende PCB'er). Niveaue for genfindelse ved screeningsmetoder skal ligge mellem 30 og 140 %.

— Der skal gennemføres separation af dioxiner fra interfererende chlorerede forbindelser som f.eks. ikke-dioxinlignende PCB'er og chlorerede diphenylethere ved hjælp af relevante chromatografiske metoder (helst med florisil-, alumina- og/eller carbonkolonne).

— Det skal være tilstrækkeligt med gaschromatografisk separation af isomerer (< 25 % topafstand mellem 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Bestemmelse skal foretages ved hjælp af EPA-metode 1613, revision B »Tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS«, eller en anden metode, der opfylder tilsvarende krav.

— Forskellen mellem øvre og nedre koncentration må ikke overstige 20 % for fødevarer med en dioxinforurening på ca. 1 pg WHO-TEQ/g fedtstof (baseret på summen af PCDD/PCDF og dioxinlignende PCB'er). For fødevarer med lavt fedtindhold anvendes samme krav til forureningsniveauer på ca. 1 pg WHO-TEQ/g produkt. For lavere forureningsniveauer, f.eks. på 0,50 pg WHO-TEQ/g produkt, kan der være en difference på 25-40 % mellem den øvre og den nedre koncentration.

7. SCREENINGSANALYSEMETODER

7.1. Indledning

I forbindelse med screeningsmetoden kan der anvendes forskellige analysefremgangsmåder: ren screening eller en kvantitativ indfaldsvinkel.

Screening alene

Prøvernes reaktion sammenlignes med reaktionen for en referenceprøve, som ligger på det relevante niveau. Prøver med en reaktion, der ligger under referenceprøvens, erklæres negative, men dem med en højere reaktion formodes at være positive. Krav:

— Hver analyserække skal omfatte en blindprøve og referenceprøve(r), som ekstraheres og analyseres samtidig under identiske betingelser. Referenceprøven skal udvise en klart kraftigere reaktion end en blindprøve.

— Der skal anvendes ekstra referenceprøver på 0,5 og 2 gange det relevante niveau for at vise analysens egen præstation inden for det interval, der er relevant for kontrollen af det relevante niveau.

- Når andre matrixer analyseres, skal referenceprøvens/-prøvernes egnethed godtgøres, helst ved at inddrage prøver, som HRGC/HRMS har vist har et TEQ-niveau, der nogenlunde svarer til indholdet i referenceprøven, eller i en blindprøve tilsat standard op til det pågældende niveau.
- Da interne standarder ikke kan anvendes i bioassays, skal der gennemføres repeterbarhedsanalyser for at tilvejebringe oplysninger om standardafvigelsen inden for en og samme analyserække. Variationskoefficienterne skal ligge under 30 %.
- For bioassays vedkommende skal målforbindelser, mulige interferenser og højeste tolererede værdier for blindprøver fastlægges.

Kvantitativ indfaldsvinkel

Den kvantitative metode forudsætter standardfortyndingsrækker, dobbelt eller tredobbelt oprensning og måling samt blindprøve og kontrol af genfindelse. Resultatet kan udtrykkes som TEQ, idet det antages, at de forbindelser, der afføder signalet, er i overensstemmelse med TEQ-princippet. Det kan ske ved at anvende TCDD (eller en dioxin- eller furan- eller dioxinlignende PCB-standardblanding) til at frembringe en kalibreringskurve til beregning af TEQ-niveauet i ekstraktet og dermed i prøven. Derefter korrigeres resultatet for det TEQ-niveau, der er beregnet for en blindprøve (for at tage urenheder fra de anvendte opløsningsmidler og kemikalier i betragtning), og en genfindelse (som beregnes fra TEQ-niveauet i en kvalitetskontrolprøve, der ca. ligger på det relevante niveau). Det er vigtigt at bemærke, at en del af det genfindelsestab, der tilsyneladende viser sig, kan skyldes matrixvirkninger og/eller forskelle mellem TEF-værdierne i de pågældende bioassays og de officielle TEF-værdier, som WHO har fastsat.

7.2. Krav til screeningsanalysemetoder

- GC/MS-analysemetoder og bioassays kan anvendes til screening. For GC/MS-metoder kan kravene i punkt 6 anvendes. Der er fastsat specifikke krav til cellebaserede bioassays i punkt 7.3 og til analysekitbaserede bioassays i punkt 7.4.
- Det er nødvendigt med oplysninger om antallet af falsk positive og falsk negative resultater fra en stor mængde stikprøver, der ligger under og over grænseværdierne eller indsatsgrænserne, i sammenligning med TEQ-indholdet som bestemt ved en verifikationsmetode. Den faktiske andel af falsk negative skal ligge under 1 %. Andelen af falsk positive prøver skal være tilstrækkeligt lav til, at screening med fordel kan anvendes.
- Positive resultater skal altid bekræftes ved hjælp af en verifikationsmetode (HRGC/HRMS). Prøver inden for et stort TEQ-interval skal endvidere bekræftes ved HRGC/HRMS (ca. 2-10 % af de negative prøver). Der bør foreligge oplysninger om overensstemmelsesgraden mellem bioassay- og HRGC/HRMS-resultater.

7.3. Specifikke krav til cellebaserede bioassays

- Når der gennemføres et bioassay, kræves der ved hver analyse en referencekoncentrationsrække af TCDD eller en dioxin- eller furan- eller dioxinlignende PCB-blanding (fuld dosis-respons-kurve med $R^2 > 0,95$). Til screeningsformål kan der dog anvendes en udvidet lavniveaukurve til analyse af prøver med lavt indhold.
- Der skal anvendes en TCDD-referencekoncentration (på ca. tre gange bestemmelsesgrænsen) på et kvalitetskontrolskema til resultatet af bioassayet over et konstant tidsrum. Et alternativ kan være en referenceprøves relative reaktion i sammenligning med TCDD-kalibreringslinjen, da cellernes reaktion kan påvirkes af mange faktorer.
- Kvalitetskontrollkort (QC) for hver type referencemateriale skal registreres og kontrolleres for at sikre, at resultatet er i overensstemmelse med de fastsatte retningslinjer.
- Navnlig med henblik på kvantitative beregninger skal induktionen af den anvendte prøveopløsning ligge inden for den lineære del af reaktionskurven. Prøver, der ligger over reaktionskurvens lineære del, skal opløses og analyseres igen. Derfor skal der analyseres mindst tre eller flere opløsninger på én gang.
- Standardafvigelsen må ikke udgøre over 15 % i tredobbelt bestemmelse for hver prøveopløsning og ikke over 30 % mellem tre indbyrdes uafhængige forsøg.
- Påvisningsgrænsen kan sættes til tre gange standardafvigelsen i forhold til blindprøven af opløsningsmiddel eller til baggrundsreaktionen. Man kan også anvende en reaktion, der ligger over baggrunden (induktionsfaktor fem gange blindprøven af opløsningsmiddel), beregnet i forhold til dagens kalibreringskurve. Bestemmelsesgrænsen kan sættes til fem til seks gange standardafvigelsen i forhold til blindprøven af opløsningsmiddel eller til baggrundsreaktionen, eller man kan anvende en reaktion, der ligger klart over baggrunden (induktionsfaktor ti gange blindprøven af opløsningsmiddel), beregnet i forhold til dagens kalibreringskurve.

7.4. Specifikke krav til analysekitbaserede bioassays

- Det skal sikres, at de analysekitbaserede bioassays er tilstrækkeligt følsomme og pålidelige til, at de kan anvendes til fødevarer.
- Producentens vejledning om prøveforberedelse og analyser skal følges.
- Analysekit, hvis udløbsdato er overskredet, må ikke anvendes.
- Materialer eller bestanddele, der er beregnet til at blive anvendt sammen med andre kit, må ikke anvendes.
- Analysekit skal opbevares inden for det interval, der er angivet for opbevaringstemperatur, og anvendes ved den angivne anvendelsestemperatur.
- Påvisningsgrænsen for immunassays bestemmes som tre gange standardafvigelsen baseret på tidobbelt analyse af blindprøven divideret med hældningsværdien af den lineære regressionsligning.
- Der skal anvendes referencestandarder til analyser i laboratoriet for at sikre, at reaktionen på standarden ligger inden for et acceptabelt interval.

8. INDBERETNING AF RESULTATER

Så vidt den anvendte analyseprocedure tillader det, skal analyseresultaterne omfatte værdierne for de enkelte PCDD/F- og PCB-kongenere og registreres som nedre koncentrationer, øvre koncentrationer og middeldkoncentrationer, med henblik på at registreringen af resultater omfatter så mange oplysninger som muligt, så resultaterne kan fortolkes i overensstemmelse med specifikke krav.

Rapporten skal også oplyse om prøvens fedtindhold og om, hvilken metode der er anvendt til fedtekstraktion.

Tallene for genfindelse af de enkelte interne standarder skal stilles til rådighed, hvis genfindelsen ligger uden for det interval, der er angivet i punkt 6, hvis grænseværdierne er overskredet, og i øvrige tilfælde efter anmodning.

Da der skal tages hensyn til måleusikkerheden, når det afgøres, om en prøve opfylder kravene, skal denne parameter ligeledes være tilgængeligt. Analyseresultaterne skal indberettes som $x \pm U$, hvor x er analyseresultatet og U er den ekspanderede måleusikkerhed, idet der anvendes en dækningsfaktor på 2, hvilket giver konfidens på ca. 95 %. Hvis dioxiner og dioxinlignende PCB'er bestemmes separat, anvendes summen af den anslåede ekspanderede usikkerhed af de separate analyseresultater vedrørende dioxiner og dioxinlignende PCB'er som summen af dioxiner og dioxinlignende PCB'er.

Hvis der tages hensyn til måleusikkerheden ved at anvende $CC\alpha$ (se beskrivelsen i bilag I, punkt 5), indberettes denne parameter.

Resultaterne skal angives i samme enheder og med (mindst) samme antal betydende cifre som de grænseværdier, der er fastsat i forordning (EF) nr. 1881/2006.

Tillæg til bilag II

Skema over WHO's TEF til vurdering af risikoen for mennesker baseret på konklusionerne fra Verdenssundhedsorganisationens møde i Stockholm, Sverige, den 15.-18. juni 1997 (Van den Berg et al. (1998): »Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife«. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775)

Kongener	TEF-værdi	Kongener	TEF-værdi
Dibenzo-p-dioxiner (»PCDD'er«)		»Dioxinlignende« PCB'er: non-ortho-PCB'er + mono-ortho-PCB'er	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Non-ortho-PCB'er	
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		
Dibenzofuraner (»PCDF'er«)		Mono-ortho-PCB'er	
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		

Anvendte forkortelser: »T« = tetra; »Pe« = penta; »Hx« = hexa; »Hp« = hepta; »O« = octa; »CDD« = chlordibenzodioxin; »CDF« = chlordibenzofuran; »CB« = chlorbiphenyl.