

NARIADENIE KOMISIE (ES) č. 1883/2006**z 19. decembra 2006,****ktorým sa stanovujú metódy odberu vzoriek a analýzy na úradnú kontrolu hladiny dioxínov a dioxínom podobných PCB v určitých potravinách****(Text s významom pre EHP)**

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 z 29. apríla 2004 o úradných kontrolách uskutočňovaných s cieľom zabezpečiť overenie dodržiavania potravinového a krmivového práva a predpisov o zdraví zvierat a o starostlivosti o zvieratá ⁽¹⁾, a najmä na jeho článok 11 ods. 4,

keďže:

- (1) Nariadením (ES) č. 1881/2006 z 19. decembra 2006, ktorým sa stanovujú maximálne úrovne obsahu istých znečisťujúcich látok v potravinách ⁽²⁾, sa stanovujú maximálne úrovne dioxínov a furánov a celkový obsah dioxínov, furánov a dioxínom podobných PCB v určitých potravinách.
- (2) V smernici Komisie 2002/69/ES z 30. júla 2002, ktorou sa ustanovujú metódy odberu vzoriek a metódy analýzy pre úradnú kontrolu dioxínov a pre stanovenie dioxínom podobných PCB v potravinách ⁽³⁾, sa zavádzajú osobitné ustanovenia, ktoré sa týkajú postupu odberu vzoriek a metód analýzy, ktoré sa uplatňujú pri úradnej kontrole.
- (3) Uplatňovanie súčasných maximálnych úrovní celkového obsahu dioxínov, furánov a dioxínom podobných PCB si vyžaduje zmeny a doplnenia nariadenia 2002/69/ES. Z dôvodu zrozumiteľnosti je vhodné nahradiť smernicu 2002/69/ES týmto nariadením.
- (4) Ustanovenia tohto nariadenia sa týkajú len odberu vzoriek a analýzy dioxínov a dioxínom podobných PCB na vykonávanie nariadenia (ES) č. 1881/2006 a nemajú vplyv na stratégiu odberu vzoriek, úrovne odberu vzoriek a frekvenciu, ktoré sú špecifikované v prílohách III a IV k smernici Rady 96/23/ES z 29. apríla 1996

o opatreniach na monitorovanie určitých látok a ich rezíduí v živých zvieratách a živočíšnych produktoch a o zrušení smerníc 85/358/EHS a 86/469/EHS a rozhodnutí 89/187/EHS a 91/664/EHS ⁽⁴⁾. Nemajú vplyv na cieľové kritériá na odber vzoriek, ktoré sú stanovené v rozhodnutí Komisie 98/179/ES z 23. februára 1998, ktoré stanovuje podrobné pravidlá úradného odberu vzoriek na monitorovanie určitých látok a ich rezíduí v živých zvieratách a v živočíšnych výrobkoch ⁽⁵⁾.

- (5) Na výber vzoriek s výraznou úrovňou dioxínov a dioxínom podobných PCB by sa mala využívať skríningová metóda analýzy s osvedčenou, všeobecne uznanou validáciou a vysokou výkonnosťou. Úroveň dioxínov a dioxínom podobných PCB v týchto vzorkách je potrebné určovať pomocou konfirmačnej metódy analýzy. Z tohto dôvodu je vhodné stanoviť prísne požiadavky pre konfirmačné metódy analýzy a minimálne požiadavky skríningovej metódy.
- (6) Pri odbere vzoriek veľkých rýb je potrebné špecifikovať odber vzoriek na účely zabezpečenia harmonizovaného prístupu v celom Spoločenstve.
- (7) V prípade rýb identických druhov a pôvodu v identickej oblasti môže byť úroveň dioxínov a dioxínom podobných PCB odlišná v závislosti od veľkosti a veku ryby. Okrem toho úroveň dioxínov a dioxínom podobných PCB nemusí byť identická vo všetkých častiach ryby. Z toho dôvodu je pri odbere vzoriek veľkých rýb potrebné špecifikovať odber vzoriek a prípravu vzoriek na účely zabezpečenia harmonizovaného prístupu v celom Spoločenstve.
- (8) Je veľmi dôležité, aby boli analytické výsledky oznámené a interpretované jednotným spôsobom na účely zabezpečenia harmonizovaného prístupu presadzovania v celom Spoločenstve.
- (9) Opatrenia stanovené v tomto nariadení sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potravinový reťazec a zdravie zvierat,

⁽¹⁾ Ú. v. EÚ L 165, 30.4.2004, s. 1. Nariadenie zmenené a doplnené nariadením Komisie (ES) č. 776/2006 (Ú. v. EÚ L 136, 24.5.2006, s. 3).

⁽²⁾ Pozri stranu 5 tohto Úradného vestníka.

⁽³⁾ Ú. v. ES L 209, 6.8.2002, s. 5. Smernica naposledy zmenená a doplnená smernicou 2004/44/ES (Ú. v. EÚ L 113, 20.4.2004, s. 17).

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 125, 23.5.1996, s. 10. Smernica naposledy zmenená a doplnená nariadením Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 (Ú. v. EÚ L 165, 30.4.2004, s. 1).

⁽⁵⁾ Ú. v. ES L 65, 5.3.1998, s. 31. Rozhodnutie zmenené a doplnené Aktom o pristúpení z roku 2003.

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Odber vzoriek na účely úradnej kontroly hladiny dioxínov, furánov a dioxínom podobných PCB v potravinách uvedených v oddiele 5 prílohy k nariadeniu (ES) č. 1881/2006 sa vykonáva v súlade s metódami stanovenými v prílohe k tomuto nariadeniu.

Článok 2

Príprava vzoriek a analýzy na úradnú kontrolu hladiny dioxínov, furánov a dioxínom podobných PCB v potravinách uvedených v oddiele 5 prílohy k nariadeniu (ES) č. 1881/2006

sa vykonávajú v súlade s metódami stanovenými v prílohe II k tomuto nariadeniu.

Článok 3

Smernica 2002/69/ES sa ruší. Odkazy na zrušenú smernicu sa interpretujú ako odkazy na toto nariadenie.

Článok 4

Toto nariadenie nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

Uplatňuje sa od 1. marca 2007.

Toto nariadenie je záväzné v celom rozsahu a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 19. decembra 2006

Za Komisiu
Markos KYPRIANOU
člen Komisie

PRÍLOHA I

METÓDY ODBERU VZORIEK NA ÚRADNÚ KONTROLU ÚROVNÍ DIOXÍNOV (PCDD/PCDF) A DIOXÍNOM PODOBNÝCH PCB V URČITÝCH POTRAVINÁCH**1. ROZSAH PÔSOBNOSTI**

Odber vzoriek určených na úradnú kontrolu úrovni dioxínov (PCDD/PCDF) a dioxínom podobných PCB v potravinách sa vykonáva v súlade s metódami opísanými v tejto prílohe. Súhrnné vzorky získané takýmto spôsobom sa považujú za reprezentatívne z dávok alebo čiastkových dávok, z ktorých bol odber vykonaný. Dodržiavanie maximálnych úrovni stanovených v nariadení Komisie (ES) č. 1881/2006, ktorým sa stanovujú maximálne úrovne určitých znečisťujúcich látok v potravinách, sa zabezpečuje na báze úrovni určených v laboratórnych vzorkách.

2. DEFINÍCIE

Dávka: znamená vyčísliteľné množstvo potravinárskych výrobkov, ktoré sú dodané naraz a ktorých spoločné vlastnosti ako pôvod, odroda, typ balenia, baliareň, odosielateľ tovaru alebo označenie sú určené úradníkom. V prípade rýb a produktov rybolovu musí byť veľkosť rýb porovnateľná. V prípade, že veľkosť a/alebo hmotnosť rýb nie je v rámci zásielky porovnateľná, zásielka sa stále považuje za dávku, ale uplatňuje sa osobitný postup odberu vzorky.

— Čiastková dávka: určená časť rozsiahlej dávky na účely uplatnenia metódy odberu vzorky na takejto určenej časti. Každá čiastková dávka musí byť fyzicky oddelená a identifikovateľná.

— Prírastková vzorka: množstvo materiálu, ktorého odber sa vykonal z jedného miesta v dávke alebo čiastkovej dávke.

— Súhrnná vzorka: vzorka získaná zmiešaním všetkých prírastkových vzoriek odobratých z dávky alebo čiastkovej dávky.

— Laboratórna vzorka: reprezentatívna časť/množstvo súhrnnej vzorky, ktoré je určené pre laboratórium.

3. VŠEOBECNÉ USTANOVENIA**3.1. Personál**

Odber vzoriek vykonáva oprávnená osoba, ktorá je určená členským štátom.

3.2. Materiál, ktorý je predmetom odberu vzorky

Z každej dávky alebo čiastkovej dávky, ktorá má byť preskúmaná, sa vzorky odoberajú samostatne.

3.3. Opatrenia, ktoré je potrebné prijať

V priebehu odberu vzoriek a prípravy vzoriek je nutné prijať opatrenia, ktoré zabránia akýmkoľvek zmenám, ktoré by ovplyvnili obsah dioxínov a dioxínom podobných PCB, nepriaznivo ovplyvnili analytické zisťovanie, prípadne by zapríčinili stratu reprezentatívnosti súhrnných vzoriek.

3.4. Prírastkové vzorky

Prírastkové vzorky sa v čo najväčšej možnej miere odoberajú z rôznych miest rozložených v celej dávke alebo čiastkovej dávke. Nedodržanie uvedeného postupu sa zaznamenáva zápisom, ako sa stanovuje v časti 3.8 tejto prílohy.

3.5. Príprava súhrnnej vzorky

Súhrnná vzorka sa získa zmiešaním prírastkových vzoriek. Jej hmotnosť musí byť najmenej 1 kg okrem prípadov, keď by to nebolo praktické, napríklad pri odbere vzorky jediného balenia.

3.6. Duplikátne vzorky

Duplikátne vzorky na účely vymáhania, obrany a na referenčné účely sa odoberajú z homogenizovanej súhrnnej vzorky za predpokladu, že takýto postup nie je v rozpore s predpismi členských štátov, pokiaľ ide o práva prevádzkovateľa potravinárskeho podniku. Veľkosť laboratórnych vzoriek na vymáhanie by mala byť dostatočná, aby bola umožnená prinajmenšom duplicitná analýza.

3.7. Balenie a preprava vzoriek

Každá vzorka sa vkladá do čistej inertnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred kontamináciou, pred stratou roztokov absorpciou do vnútornej steny nádoby a pred poškodením počas prepravy. Na účely zabránenia ďalších zmien v štruktúre vzorky, ktoré môžu nastať počas prepravy alebo skladovania, je nutné prijať všetky potrebné predbežné opatrenia.

3.8. Pečatenie a označovanie vzoriek

Každá vzorka odobratá na úradné účely sa zapečatí na mieste odberu vzorky a označí podľa predpisov členského štátu.

O každom odbere vzorky sa vedie záznam, ktorý umožní jednoznačnú identifikáciu každej dávky a v ktorom je uvedený dátum a miesto odberu vzorky spolu so všetkými ďalšími informáciami, ktoré by mohli byť pre analytika užitočné.

4. PLÁNY ODBERU VZORIEK

Uplatňovaná metóda odberu vzoriek musí zabezpečovať reprezentatívnosť súhrnnej vzorky pre (čiastkovú) dávku, ktorá je predmetom kontroly.

4.1. Rozdelenie dávok do čiastkových dávok

Ak je možné fyzicky oddeliť čiastkovú dávku, rozsiahle dávky sa rozdelia do čiastkových dávok. V prípade výrobkov, ktoré sa predávajú vo voľne uložených zásielkach (napr. rastlinný olej) platí tabuľka 1. Pre iné výrobky platí tabuľka 2. Vzhľadom na to, že nie je vždy možné stanoviť hmotnosť dávky tak, aby sa rovnala presnému dvojnásobku hmotnosti čiastkových dávok, hmotnosť čiastkovej dávky môže presahovať spomenutú hmotnosť, najviac však o 20 %.

Tabuľka 1

Rozdeľovanie dávok do čiastkových dávok pre výrobky predávané vo voľne uložených zásielkach

Hmotnosť dávky (t)	Hmotnosť alebo počet čiastkových dávok
≥ 1 500	500 t
> 300 a < 1 500	3 čiastkové dávky
≥ 50 a ≤ 300	100 t
< 50	—

Tabuľka 2

Rozdeľovanie dávok do čiastkových dávok pre iné výrobky

Hmotnosť dávky (t)	Hmotnosť alebo počet čiastkových dávok
≥ 15	15 – 30 t
< 15	—

4.2. Počet prírastkových vzoriek

Hmotnosť súhrnnej vzorky, ktorá združuje všetky prírastkové vzorky, musí byť najmenej 1 kg (pozri časť 3.5 tejto prílohy).

Minimálny počet prírastkových vzoriek, ktorých odber je nutné vykonať z dávky alebo čiastkovej dávky, je uvedený v tabuľkách 3 a 4.

V prípade voľne uložených tekutých výrobkov je nutné dávku alebo čiastkovú dávku dôkladne premiešať do takej miery, aby to neovplyvnilo kvalitu produktu, a to manuálnymi alebo mechanickými prostriedkami bezprostredne pred odberom vzoriek. V tomto prípade sa v danej dávke alebo čiastkovej dávke predpokladá homogénne rozdelenie znečisťujúcich látok. Z toho dôvodu sa odber troch prírastkových vzoriek z dávky alebo čiastkovej dávky považuje za dostatočný na vytvorenie súhrnnej vzorky.

Hmotnosť prírastkových vzoriek musí byť podobná. Hmotnosť prírastkovej vzorky musí byť najmenej 100 g.

Nedodržanie tohto postupu je nutné zaznamenať zápisom, ako sa stanovuje v časti 3.8 tejto prílohy. V súlade s ustanoveniami rozhodnutia Komisie 97/747/ES z 27. októbra 1997 stanovujúceho úroveň a frekvencie odberu vzoriek stanovené smernicou Rady 96/23/ES pre monitorovanie niektorých látok a ich rezíduí v niektorých živočíšnych produktoch⁽¹⁾ je najmenšia veľkosť prírastkovej vzorky pre slepačie vajcia 12 vajec (pre voľne uložené dávky, ako aj dávky pozostávajúce z jednotlivých balení pozri tabuľky 3 a 4).

(1) Ú. v. ES L 303, 6.11.1997, s. 12.

Tabuľka 3

Minimálny počet prírastkových vzoriek na odber z dávky alebo čiastkovej dávky

Hmotnosť alebo objem dávky/čiastkovej dávky (v kg alebo l)	Minimálny počet prírastkových vzoriek, ktorých odber je nutné vykonať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak dávka alebo čiastková dávka pozostáva z jednotlivých balení alebo jednotiek, počet balení, ktorých odber je nutné vykonať na zostavenie súhrnnej vzorky, je uvedený v tabuľke 4.

Tabuľka 4

Počet balení alebo kusov (prírastkových vzoriek), ktorých odber je nutné vykonať na zostavenie súhrnnej dávky, ak dávka alebo čiastková dávka pozostáva z jednotlivých balení alebo jednotiek

Počet balení alebo jednotiek v dávke/čiastkovej dávke	Počet balení alebo jednotiek, ktorých odber je nutné vykonať
1 až 25	najmenej 1 balenie alebo jednotka
26 až 100	cca 5 %, najmenej 2 balenia alebo jednotky
> 100	cca 5 %, najviac 10 balení alebo jednotiek

4.3. Špecifické ustanovenia pre odber vzoriek dávok obsahujúcich celé ryby porovnateľnej veľkosti a hmotnosti

Ryby sa považujú za ryby porovnateľnej veľkosti a hmotnosti, ak rozdiel veľkosti a hmotnosti nepresahuje cca. 50 %.

Počet prírastkových vzoriek, ktorých odber je nutné vykonať z dávky, sa uvádza v tabuľke 3. Hmotnosť prírastkovej vzorky, ktorá združuje všetky prírastkové vzorky, musí byť najmenej 1 kg (pozri bod 3.5).

- V prípade, že dávka, ktorej odber sa uskutočňuje, obsahuje malé ryby (jednotlivé ryby, ktorých hmotnosť < cca 1 kg), za prírastkovú vzorku na vytvorenie súhrnnej vzorky sa považuje celá ryba. V prípade, že hmotnosť výslednej súhrnnej vzorky presahuje 3 kg, môžu prírastkové vzorky na vytvorenie súhrnnej vzorky obsahovať strednú časť, v ktorej je hmotnosť každej časti najmenej 100 g. Na homogenizáciu vzorky sa využíva celá časť, na ktorú sa vzťahuje maximálna možná úroveň.

Stredná časť ryby je miesto, kde sa nachádza ťažisko. Vo väčšine prípadov sa nachádza na chrbtovej plutve (ak má ryba chrbtovú plutvu) alebo v polovici spojnice medzi žiabrovými otvormi a konečníkom.

- V prípade, že dávka, ktorej odber sa má uskutočniť, obsahuje väčšie ryby (jednotlivé ryby, ktorých hmotnosť je cca. 1 kg), prírastková dávka obsahuje strednú časť ryby. Hmotnosť každej prírastkovej vzorky je najmenej 100 g.

Pri rybách strednej veľkosti (cca. 1 – 6 kg) sa na prírastkovú vzorku vykoná odber plátku ryby od chrbtovej kosti k brušnej časti v strednej časti ryby.

V prípade veľmi veľkých rýb (napr. > cca. 6 kg) sa odber prírastkovej vzorky uskutoční z pravej strany (čelný pohľad) dorzolaterálneho chudého mäsa ryby. Ak by odber takého plátku zo strednej časti ryby spôsobil značnú ekonomickú škodu, môže sa uskutočnenie odberu troch prírastkových vzoriek s hmotnosťou najmenej 350 g považovať za dostatočné nezávisle od veľkosti dávky, prípadne je možné uskutočniť odber rovnakej časti chudého mäsa v blízkosti chvostovej časti a chudého mäsa v blízkosti hlavovej časti jednej ryby na vytvorenie prírastkovej vzorky, ktorá je reprezentatívna pre úroveň dioxínov v celej rybe.

4.4. Odber vzoriek z dávok, ktoré obsahujú celé ryby rôznej veľkosti a/alebo hmotnosti

- Uplatňujú sa ustanovenia bodu 4.3, ktoré sa týkajú zloženia vzorky.
- V prípade, že prevažuje určitá trieda/katégoria veľkosti/váhy (cca 80 % alebo väčšia časť série) vzorka sa odoberie z rýb s prevažujúcou veľkosťou alebo hmotnosťou. Táto vzorka sa považuje za reprezentanta celej dávky.
- V prípade, že neprevažuje žiadna trieda/katégoria veľkosti alebo váhy, je nutné zaručiť, aby boli ryby vybrané na vzorku reprezentatívne pre celú zásielku. Špecifické pokyny pre takéto prípady sa uvádzajú v metodickom dokumente na odber vzoriek rýb obsahujúcich celé ryby rôznej veľkosti a/alebo váhy ⁽¹⁾.

4.5. Odber vzoriek na úrovni maloobchodu

Pokiaľ je to možné, odber vzoriek potravín na úrovni maloobchodu by mal byť realizovaný v súlade s ustanoveniami odberu vzoriek, ktoré sú uvedené v časti 4.2 tejto prílohy.

Ak to nie je možné, je možné využiť alternatívnu metódu odberu vzoriek za predpokladu, že zaručuje reprezentatívnosť dávky alebo čiastkovej dávky, v ktorej sa realizoval odber vzorky.

5. SÚLAD DÁVKY ALEBO ČIASTKOVEJ DÁVKY SO ŠPECIFIKÁCIOU

Dávka je prípustná, ak analytický výsledok jednej analýzy neprekračuje príslušnú maximálnu úroveň dioxínov a celkový obsah dioxínov a dioxínom podobných PCB stanovených v nariadení (ES) č. 1881/2006 s ohľadom na nepresnosť merania.

Dávka nie je v súlade s maximálnou úrovňou stanovenou v nariadení (ES) č. 1881/2006, ak horná hranica ⁽²⁾ analytického výsledku, ktorá je potvrdená duplikátnou analýzou ⁽³⁾, po zohľadnení nepresnosti merania bez pochybnosti prekračuje maximálnu úroveň.

Zohľadnenie nepresnosti merania je možné uskutočniť jedným z týchto prístupov:

- vypočítaním rozšírenej nepresnosti merania s využitím faktora krytia 2, ktorý zaručuje úroveň spoľahlivosti cca 95 %. Dávka alebo čiastková dávka nie je v súlade, ak nameraná hodnota mínus U je nad stanovenou povolenou hranicou. V prípade samostatného zisťovania dioxínov a dioxínom podobných PCB sa na celkový obsah dioxínov a dioxínom podobných PCB využije súčet odhadovanej rozšírenej nepresnosti samostatných analytických výsledkov obsahu dioxínov a dioxínom podobných PCB,
- ustanovením limitu rozhodnutia (CCa) v súlade s ustanoveniami rozhodnutia Komisie 2002/657/ES z 12. augusta 2002, ktorým sa vykonáva smernica Rady 96/23/ES týkajúca sa vykonávania analytických metód a interpretácie výsledkov ⁽⁴⁾ (bod 3.1.2.5 prílohy – prípad látok s určenou povolenou úrovňou). Dávka alebo čiastková dávka nie je vyhovujúca, ak sa nameraná hodnota rovná hodnote CCa alebo je vyššia.

Súčasné pravidlá interpretácie sa uplatňujú na analytický výsledok získaný na vzorke na úradnú kontrolu. V prípade analýzy na účely obhajoby alebo znaleckého posudku sa uplatňujú pravidlá členského štátu.

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

⁽²⁾ Koncepcia „hornej hranice“ si vyžaduje využívanie hranice kvantifikácie podielu každého nekvantifikovaného náprotivku na toxickom ekvivalente (TEQ).

Koncepcia „dolnej hranice“ si vyžaduje využívanie nulového podielu každého nekvantifikovaného náprotivku na (TEQ).

Koncepcia „strednej hranice“ si vyžaduje využívanie polovičnej hodnoty hranice s vypočítaním podielu každého nekvantifikovaného náprotivku na (TEQ).

⁽³⁾ Duplikátna analýza je potrebná na vylúčenie možnosti vzájomnej vnútornej kontaminácie alebo náhodného pomiešania vzoriek. Prvá analýza, pri ktorej sa zohľadňuje nepresnosť merania, sa používa na účely verifikácie zhody.

V prípade, že sa analýza vykoná v rámci kontaminácie dioxínom, môže sa konfirmácia formou duplikátnej analýzy vynechať, ak sú vzorky vybrané na analýzu prostredníctvom výsledovateľnosti spojené s kontamináciou dioxínom.

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 221, 17.8.2002, s. 8. Smernica zmenená a doplnená rozhodnutím 2004/25/ES (Ú. v. EÚ L 6, 10.1.2004, s. 38).

PRÍLOHA II

PRÍPRAVA VZORIEK A POŽIADAVKY NA METÓDY ANALÝZY, KTORÉ SA VYUŽÍVAJÚ PRI ÚRADNEJ KONTROLE ÚROVNÍ DIOXÍNOV (PCDD/PCDF) A DIOXÍNOM PODOBNÝCH PCB V URČITÝCH POTRAVINÁCH

1. OBLASŤ POUŽITIA

Požiadavky, ktoré sú stanovené v tejto prílohe, sa uplatňujú v prípadoch, keď sa vykonáva analýza potravín na úradnú kontrolu úrovni dioxínov (polychlórovaných dibenzo-p-dioxínov (PCDD) a polychlórovaných dibenzofuránov (PCDF) a dioxínom podobných PCB.

Monitorovanie prítomnosti dioxínov v potravinách je možné vykonávať pomocou stratégie, ktorá zahŕňa skríningovú metódu, na účely výberu vzoriek s úrovňou dioxínov a dioxínom podobných PCB nižšou ako 25 % pod maximálnou úrovňou alebo tých vzoriek, ktorých úroveň dioxínov a dioxínom podobných PCB presahuje maximálnu úroveň. Prostredníctvom konfirmačnej metódy je potrebné zistiť/potvrdiť koncentráciu dioxínov a celkový obsah dioxínov a dioxínom podobných PCB v týchto vzorkách s vyššími úrovňami koncentrácie a obsahu.

Skríningové metódy sú metódy, ktoré sa využívajú na zistenie prítomnosti dioxínov a dioxínom podobných PCB na požadovanej úrovni. Tieto metódy majú možnosti vyššej priepustnosti vzoriek a využívajú sa na overenie potenciálnych pozitívnych vzoriek vo veľkom množstve vzoriek. Sú špecificky navrhnuté na zamedzenie nesprávnych negatívnych nálezov.

Konfirmačné metódy sú metódy, ktoré poskytujú úplné alebo doplnkové informácie umožňujúce jednoznačnú identifikáciu dioxínov a dioxínom podobných PCB a ich kvantifikáciu na požadovanej úrovni.

2. DOPLŇUJÚCE INFORMÁCIE

Koncentrácie jednotlivých látok v danej vzorke sa násobia ich príslušným faktorom toxikkej ekvivalencie (TEF), ktorý stanovila Svetová zdravotnícka organizácia a ktorých zoznam je uvedený v dodatku k tejto prílohe, a následne sa spočítajú, aby spolu vyjadrili celkovú koncentráciu dioxínových zlúčenín vyjadrenú v toxických ekvivalentoch (TEQ).

Na účely tohto nariadenia sa za prípustnú špecifickú úroveň kvantifikácie jednotlivých náprotivkov považuje koncentrácia roztoku vo výtlačku zo vzorky, ktorý vyvolá praktickú odozvu pri dvoch odlišných iónoch, ktorá sa monitoruje s pomerom S/N (odstup signálu od šumu) v pomere 3:1 pre menej citlivý signál a splnenie základných požiadaviek ako napríklad elučný čas, pomer izotopov podľa postupu zisťovania, ktorý je opísaný v metóde EPA 1613 verzii B.

3. POŽIADAVKY ZABEZPEČENIA KVALITY, KTORÉ JE NUTNÉ DODRŽAŤ PRI PRÍPRAVE VZORKY

- Je nutné prijať opatrenia na zamedzenie krížovej kontaminácie na každom stupni odberu vzoriek a postupu analýzy.
- Vzorky musia byť uschované a prepravované v sklenených, hliníkových, polypropylénových alebo polyetylénových nádobách. Z nádoby so vzorkami je nutné odstrániť stopy papierových smietok. Sklo sa preplachuje roztokmi, ktoré neobsahujú dioxíny alebo ktoré sa predtým skontrolovali na prítomnosť dioxínov, čo bolo potvrdené certifikátom.
- Úschova a preprava vzorky sa vykonáva spôsobom, ktorý zabezpečí uchovanie integrity vzorky potravín.
- Pokiaľ je to náležité, jemne rozdrvte a dôkladne zmiešajte každú laboratórnu vzorku využitím postupu, ktorý preukázal dosiahnutie úplnej homogenizácie (rozdrvená, aby prešla sitom s veľkosťou oka 1 mm). Ak je obsah vlhkosti vo vzorkách príliš vysoký, pred drvením ich vysušte.
- Vykonajte bianko analýzu uskutočnením celého postupu analýzy s vynechaním vzorky.
- Hmotnosť vzorky, ktorá sa využíva na extrakciu, musí byť dostatočná na splnenie požiadaviek, ktoré sa týkajú citlivosti.
- Postupy prípravy špecifickej vzorky, ktoré sa využívajú na posudzované výrobky, sa overujú podľa medzinárodne akceptovaných pokynov.

- V prípade rýb je nutné odstrániť kožu vzhľadom na to, že maximálna úroveň sa vzťahuje na chudé mäso bez kože. Je však potrebné z kože dôkladne a úplne očistiť ostávajúce zvyšky chudého mäsa a tukového tkaniva na vnútornej strane kože a pridať tieto zvyšky chudého mäsa a tukového tkaniva k vzorke, ktorá je predmetom analýzy.

4. POŽIADAVKY NA LABORATÓRIÁ

- Laboratóriá musia preukázať výkonnosť metódy v rozsahu požadovanej úrovne, napríklad 0,5-násobok, 1-násobok and 2-násobok požadovanej úrovne s prípustným variačným koeficientom pre opakované analýzy. Podrobnosti o kritériách akceptácie sú uvedené v časti 5.
- Hranice kvantifikácie pre konfirmačnú metódu sa nachádzajú v rozsahu cca. 1/5 požadovanej úrovne.
- Pravidelné bianko kontroly a obmieňané experimenty alebo analýzy kontrolných vzoriek (prednostne certifikovaný referenčný materiál, ak je k dispozícii) je nutné vykonávať ako opatrenia vnútornej kontroly kvality.
- Laboratórna odbornosť sa dokazuje nepretržitou úspešnou účasťou na medzilaboratórnych štúdiách na zisťovanie dioxínov a dioxínom podobných PCB v príslušných potravinových/krmivových maticiach.
- V súlade s ustanoveniami nariadenia (ES) č. 882/2004 akreditáciu laboratórií uskutočňuje uznávaný orgán, ktorý pôsobí v súlade s pokynom ISO 58 s cieľom zaisťiť uplatňovanie zabezpečenia analytickej kvality. Akreditácia laboratórií sa uskutočňuje v súlade s normou EN ISO/IEC 17025.

5. POŽIADAVKY, KTORÉ MUSIA SPLŇAŤ ANALYTICKÉ POSTUPY PRE DIOXÍNY A DIOXÍNOM PODOBNÉ PCB

Základné požiadavky akceptovania analytických postupov:

- *Vysoká citlivosť a nízke hraničné hodnoty detekcie.* Pre PCDD a PCDF musia byť zistiteľné množstvá na úrovni pikogramov TEQ (10^{-12} g) z dôvodu extrémnej jedovatosti niektorých z týchto zlúčenín. Je známe, že PCB sa vyskytujú na vyššej úrovni ako PCDD a PCDF. Pre väčšinu PCB náprotivkov je citlivosť na úrovni nanogramov (10^{-9} g) dostatočná. Pri meraní jedovatejších dioxínom podobných PCB náprotivkov (konkrétne nepriamo substituovaných náprotivkov) je však nutné dosiahnuť rovnakú citlivosť ako pri PCDD a PCDF.
- *Vysoká selektivita (špecifickosť).* Pri PCDD, PCDF a dioxínom podobných PCB sa požaduje odlišovanie od množstva iných, rovnako extrahovaných a potenciálne sa krížiacich zlúčenín prítomných pri koncentráciách vyšších ako pri koncentracii požadovaných roztokov až o niekoľko rádových hodnôt. Pre metódy plynovej chromatografie/hmotnostnej spektrometrie (PC/HS) je potrebné rozlišovanie medzi rôznymi náprotivkami, napríklad medzi jedovatými (napríklad sedemnást 2, 3, 7, 8-substituovaných PCDD a PCDF a dioxínom podobné PCB) a inými náprotivkami. Biologické skúšky zlúčeniny poskytujú možnosť určiť hodnoty TEQ selektívne ako súčet PCDD, PCDF a dioxínom podobných PCB.
- *Vysoká presnosť (vernosť a precíznosť).* Zisťovanie musí poskytnúť platný odhad skutočnej koncentrácie vo vzorke. Vysoká presnosť (vernosť merania: blízkosť zhody medzi výsledkom merania so skutočnou alebo danou hodnotou meranej veličiny) je potrebná na zamedzenie zamietnutiu výsledku analýzy vzorky na základe nízkej spoľahlivosti odhadu hodnoty TEQ. Presnosť sa vyjadruje ako vernosť (rozdiel medzi strednou hodnotou meranou pre roztok v certifikovanom materiáli a jej certifikovanou hodnotou vyjadrenou v percentuálnej úrovni tejto hodnoty) a precíznosť (RSD_R relatívna štandardná odchýlka, ktorá sa vypočíta z výsledkov generovaných za podmienok reprodukovateľnosti).

Skríningové metódy môžu zahŕňať biologické skúšky a metódy PC/HS. Konfirmačné metódy sú metódy plynovej chromatografie s vysokou rozlišovacou schopnosťou/metódy hmotnostnej spektrometrie s vysokou rozlišovacou schopnosťou (HRGC/HRMS). Pri celkovej hodnote TEQ je nutné dodržiavať tieto kritériá:

	Skríningové metódy	Konfirmačné metódy
Chybné negatívne hodnoty	< 1 %	
Vernosť		- 20 % až + 20 %
Precíznosť (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. ŠPECIFICKÉ POŽIADAVKY PRE METÓDY PC/HS, KTORÉ JE POTREBNÉ SPLNIŤ NA ÚČELY SKRÍNINGU ALEBO KONFIRMÁCIE

- Súčet 2,3,7,8-chlóru označeného ako ^{13}C nahradil interné normy PCDD/F a normy dioxínom podobných PCB, ktoré sú označené ako ^{13}C , musia byť realizované na úplnom začiatku metódy analýzy, napríklad pred extrakciou na účely validácie postupu analýzy. Je nutné pridať najmenej jeden náprotivok pre každú z tetrachlórových alebo oktachlórových homologických skupín pre PCDD/F a najmenej jeden náprotivok z každej z homologických skupín pre dioxínom podobné PCB (prípadne najmenej jeden náprotivok pre každú zvolenú funkciu zaznamenávania zvoleného iónu v hmotnostnej spektrometrii, ktorá sa využíva na monitorovanie PCDD/F a dioxínom podobných PCB). V prípade konfirmačných metód existuje objektívne uprednostňovanie využívania všetkých vnútorných noriem PCDD/F 2,3,7,8-substituovaných, označených ako $^{17}\text{ }^{13}\text{C}$ a všetkých vnútorných noriem dioxínom podobných PCB označovaných ako $^{12}\text{ }^{13}\text{C}$.

Relatívne faktory odozvy je tiež nutné určiť pre náprotivky, pre ktoré sa prostredníctvom využitia príslušných kalibračných metód nepridáva žiadna obdoba označená ako ^{13}C .

- Pre potraviny rastlinného pôvodu a potraviny živočíšneho pôvodu, ktoré obsahujú menej ako 10 % tuku, je povinné uplatňovanie vnútorných noriem pred extrakciou. Pre potraviny živočíšneho pôvodu, ktoré obsahujú viac ako 10 % tuku, je možné uplatniť vnútorné normy, a to pred extrakciou, alebo po extrakcii tuku. Je nutné uskutočňovať primeranú validáciu účinnosti extrakcie, v závislosti od fázy, v ktorej sa vnútorné normy zavádzajú, a v závislosti od skutočnosti, či sa oznamujú výsledky o výrobkoch alebo o tukovej báze.
- Pred analýzou PC/HS je nutné uplatniť 1 alebo 2 [náhradnú(-é)] normu(-y) výťažnosti.
- Je potrebné uskutočňovať kontrolu výťažnosti. Pre konfirmačné metódy sa musí úroveň výťažnosti jednotlivých vnútorných noriem pohybovať v intervale 60 až 120 %. Nižšia alebo vyššia výťažnosť je v prípade jednotlivých náprotivkov prípustná, konkrétne pre niektoré dibenzodioxíny a hepta- a okta-chlórové dibenzofurány za predpokladu, že ich podiel na hodnote TEQ nepresiahne 10 % z celkovej hodnoty TEQ (na základe súčtu PCDD/F a dioxínom podobných PCB). Pri skríningových metódach sa musí hodnota výťažnosti pohybovať v rozpätí 30 až 140 %.
- Oddeľovanie dioxínov od vzájomne pôsobiacich zlúčenín chlóru, ako sú dioxínom podobné PCB a chlórové difenylétery, sa vykonáva využitím vhodných techník chromatografie (pokiaľ možno s florisilovou, oxido-hlinitou a/alebo uhlíkovou kolónou).
- Oddeľovanie izomérov pomocou plynovej chromatografie je postačujúce (< 25 % rozkmit medzi 1,2,3,4,7,8-HxCDF a 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Determinácia sa vykonáva v súlade s metódou EPA 1613 verziou B: tetra- až okta-chlórové dioxíny a furány pomocou oslabovania izotopov HRGC/HRMS alebo iným spôsobom so zodpovedajúcimi kritériami výkonu.
- Rozdiel medzi úrovňou hornej hranice a dolnej hranice nesmie presiahnuť 20 % pre potraviny s kontamináciou dioxínmi na úrovni cca. 1 pg WHO-TEQ/g tuku (na základe súčtu PCDD/PCDF a dioxínom podobných PCB). Pri potravinách s nízkym obsahom tuku je nutné uplatňovať identické požiadavky na úroveň kontaminácie na úrovni 1 pg WHO-TEQ/g výrobku. Pri nižších úrovniach kontaminácie ako napríklad 0,5 pg WHO-TEQ/g výrobku sa môže rozdiel medzi hornou hranicou a dolnou hranicou pohybovať v rozsahu 25 – 40 %.

7. SKRÍNINGOVÉ METÓDY ANALÝZY

7.1. Úvod

S využitím skríningovej metódy je možné realizovať rôzne analytické prístupy: čistý skríningový prístup a kvantitatívny prístup.

Skríningový prístup

Odozva vzoriek sa porovnáva s odozvou referenčných vzoriek na požadovanej úrovni. Vzorky, ktorých odozva je nižšia ako referenčná hodnota, sa považujú za negatívne, vzorky s vyššou odozvou sú suspektné pozitívne vzorky. Požiadavky:

- Každá testovacia séria musí obsahovať bianko vzorku a referenčnú vzorku (referenčné vzorky), ktorá sa získava a testuje v rovnakom čase, za identických podmienok. V porovnaní s bianko vzorkou musí referenčná vzorka preukazovať objektívne vyššiu odozvu.
- Do každej testovacej série je nutné zahrnúť dodatočné referenčné vzorky s 0,5- a 2-násobkom požadovanej úrovne, aby sa preukázal náležitý výkon testu v požadovanom intervale na riadenie požadovanej úrovne.

- Pri testovaní iných matric je nutné preukázať vhodnosť referenčnej vzorky (referenčných vzoriek), prednostne zahrnutím vzoriek, ktoré preukázali prostredníctvom HRGC/HRMS úroveň TEQ približne na úrovni referenčnej vzorky, ktorú bianko vzorka zaznamenala na tejto úrovni.
- Keďže pri biologických skúškach nie je možné využívať vnútorné normy, je nutné vykonávať testy opakovateľnosti na získanie informácie o štandardnej odchýlke v rámci jednej testovacej série. Variačný koeficient musí byť nižší ako 30 %.
- Pre biologické skúšky je nutné definovať cieľové zlúčeniny, možné interferencie a maximálne prípustné hodnoty bianko vzorky.

Kvantitatívny prístup

Kvantitatívny prístup si vyžaduje štandardné zriedovacie série, dvojnásobné alebo trojnásobné vyčistenie a meranie, ako aj kontroly bianko vzoriek a výťažnosti. Výsledok je možné vyjadriť ako TEQ za predpokladu, že zlúčeniny, ktoré sa významnou mierou podieľajú na signále, zodpovedajú princípu TEQ. To je možné uskutočniť využitím TCDD (alebo kombináciou noriem dioxínu/furánu/dioxínu podobných PCB), aby sa dosiahla kalibračná krivka na výpočet úrovne TEQ v extrakte, a tým aj vo vzorke. Výsledok sa následne upraví na úroveň TEQ, ktorá sa prepočíta na bianko vzorku (aby sa zohľadnili nečistoty z použitých roztokov a chemických látok) a na výťažnosť (počíta sa z úrovne TEQ vo vzorke na kontrolu kvality na približnej požadovanej úrovni). Je nevyhnutné uvedomiť si, že časť zdanlivej straty výťažnosti môže byť spôsobená účinkami matrice a/alebo rozdielmi medzi hodnotami TEF pri biologickej skúške a oficiálnymi hodnotami TEF, ktoré stanovuje Svetová zdravotnícka organizácia.

7.2. Požiadavky na metódy analýzy, ktoré sa využívajú pri skríningu

- Pri skríningu je možné využívať metódy analýzy a biologických skúšok PC/HS. Pre metódy PC/HS sa majú využívať požiadavky stanovené v bode 6. Pre bunkové biologické skúšky sú špecifické požiadavky stanovené v časti 7.3 tejto prílohy a pre biologické skúšky v súprave v časti 7.4 tejto prílohy.
- Informácie o počte chybných pozitívnych a chybných negatívnych výsledkov rozsiahlej sady vzoriek pod a nad maximálnou úrovňou alebo akčnou úrovňou sú potrebné na porovnanie obsahu TEQ, ako je stanovené konfirmačnou metódou analýzy. Skutočné chybné negatívne hodnoty musia byť nižšie ako 1 %. Miera chybných pozitívnych vzoriek musí byť dostatočne nízka na využitie výhod skríningového nástroja.
- Pozitívne výsledky je vždy nutné potvrdiť konfirmačnou metódou analýzy (HRGC/HRMS). Okrem toho je nutné overiť vzorky zo širokého rozsahu TEQ prostredníctvom HRGC/HRMS (približne 2 – 10 % z počtu negatívnych vzoriek). Informácie o súlade medzi výsledkami biologických skúšok a výsledkami HRGC/HRMS sa sprístupnia.

7.3. Špecifické požiadavky pre bunkové biologické skúšky

- Pri vykonávaní biologickej skúšky si každý skúšobný chod vyžaduje sériu referenčných koncentrácií TCDD alebo zmesi dioxínov/furánov/dioxínom podobných PCB (krivka odozvy plnej dávky s $R^2 > 0,95$). Na účely skríningu by sa však mala na analýzu vzoriek s nízkou úrovňou využívať rozšírená krivka s nízkou úrovňou.
- Referenčná koncentrácia TCDD (približne 3-násobok maximálnej úrovne kvantifikácie) sa využíva v protokole kontroly kvality na uvedenie výsledku biologickej skúšky za konštantné časové obdobie. Alternatívou môže byť relatívna odozva referenčnej vzorky v porovnaní s kalibračnou priamkou TCDD vzhľadom na skutočnosť, že odozva buniek závisí od mnohých faktorov.
- Je nutné vyplniť a skontrolovať tabuľku kontroly kvality (QC) pre každý typ referenčného materiálu a uistiť sa, že výsledok je v súlade so stanovenými pokynmi.
- Predovšetkým pri kvantitatívnych výpočtoch musí byť vyvolanie zriedenia vzorky v rámci lineárnej časti krivky odozvy. Vzorky nad lineárnou časťou krivky odozvy je nutné zriediť a podrobiť opakovanej skúške. Z toho dôvodu je nutné testovať zároveň najmenej 3, alebo viac roztokov.
- Pri trojnásobnom zisťovaní pre každé zriedenie vzorky nesmie medzi tromi nezávislými skúškami prekročiť percentuálna štandardná odchýlka úroveň 15 % ani klesnúť pod úroveň 30 %.
- Maximálnu úroveň zisťovania je možné stanoviť ako 3-násobok štandardnej odchýlky bianko roztoku alebo 3-násobok odozvy pozadia. Ďalším spôsobom je uplatňovanie odozvy, ktorá prekračuje hodnotu pozadia (indukčný faktor na úrovni 5-násobku bianko roztoku), ktorá sa vypočíta z kalibračnej krivky dňa. Najvyššiu úroveň kvantifikácie je možné určiť na úrovni 5- až 6-násobku štandardnej odchýlky bianko roztoku alebo odozvy pozadia, alebo uplatniť odozvu, ktorej úroveň presahuje hodnotu pre pozadie (indukčný faktor na úrovni 10-násobku bianko roztoku), ktorá sa vypočíta z kalibračnej krivky dňa.

7.4. Špecifické požiadavky pre biologické skúšky v súprave

- Je nutné zabezpečiť, aby sa pri biologických skúškach v súprave uplatňovala na potraviny dostatočná citlivosť a spoľahlivosť.
- Je nevyhnutné dodržiavať pokyny výrobcu na prípravu vzoriek a analýzy.
- Testovacie súpravy sa nesmú využívať po dátume expirácie.
- Nesmú sa využívať materiály alebo zložky určené na využitie s inými súpravami.
- Testovacie súpravy je nutné uchovávať v stanovenom rozsahu skladovacej teploty a využívať pri určenej pracovnej teplote.
- Najvyššia úroveň detekcie sa pre imunologické testy stanovuje ako 3-násobok štandardnej odchýlky, na základe 10 duplikátnych analýz biako vzorky, ktorý je nutné deliť šikmou hodnotou lineárnej regresnej rovnice.
- Referenčné normy sa využívajú na testy v laboratóriu, aby sa zabezpečila reprezentatívnosť normy v rámci akceptovateľného rozsahu.

8. OZNAMOVANIE VÝSLEDKU

Pokiaľ to využívaná analytická metóda umožňuje, musia analytické výsledky obsahovať úrovne jednotlivých náprotivkov PCDD/F a PCB a je nutné uvádzať ich ako dolnú hranicu, hornú hranicu a strednú hranicu, aby bolo pri oznamovaní možné zahrnúť čo najviac informácií, a tým umožniť interpretáciu výsledkov v súlade so špecifickými požiadavkami.

Správa musí obsahovať aj hodnotu obsahu lipidov vo vzorke, ako aj metódu, ktorá sa na získavanie lipidu použila.

V prípade, že sa výťažnosť nachádza mimo intervalu uvedeného v bode 6, ak bola prekročená maximálna úroveň alebo v iných prípadoch na požiadanie, musia byť k dispozícii výťažnosti jednotlivých vnútorných noriem.

Keďže je nutné pri rozhodovaní o súlade vzorky zohľadniť nepresnosť merania, tento parameter musí byť tiež k dispozícii. Analytické výsledky je teda nutné uvádzať v tvare $x \pm U$, kde x je analytický výsledok a U je rozšírená nepresnosť merania s využitím faktora krytia 2, ktorý zabezpečí úroveň spoľahlivosti približne 95 %. V prípade samostatného určovania dioxínov a dioxínom podobných PCB sa na celkový obsah dioxínov a dioxínom podobných PCB využije súčet odhadovanej rozšírenej nepresnosti samostatných analytických výsledkov obsahu dioxínov a dioxínom podobných PCB.

Ak sa nepresnosť merania zohľadní uplatnením CCa (ako je uvedené v prílohe I časti 5), je nutné uviesť aj tento parameter.

Výsledky sa vyjadrujú v identických jednotkách a s (najmenej) rovnakým počtom podstatných hodnôt, ako sú maximálne úrovne stanovené v nariadení (ES) č. 1881/2006.

Dodatok k Prílohe II

Tabuľka WHO TEF na posudzovanie rizika pre ľudí na základe záverov kongresu Svetovej zdravotníckej organizácie v Štokholme, Švédsko, 15. – 18. júna 1997 [Van den Berg a kol., (1998) Faktory toxikologickej ekvivalencie (TEF) pre PCB, PCDD, PCDF pre ľudí a pre voľne žijúce zvieratá. *Perspektíva hygieny životného prostredia* 106(12), 775]

Náprotivok	Hodnota TEF	Náprotivok	Hodnota TEF
Dibenzo-p-dioxíny (PCDD)		„Dioxinom podobné“ PCB non-ortho PCB + mono-ortho PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Non-ortho 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	0,0001
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		
Dibenzofurány (PCDF)		Mono-ortho PCB	
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		

Využívané skratky: „T“ = tetra, „Pe“ = penta; „Hx“ = hexa, „Hp“ = hepta, „O“ = okta, „CDD“ = chlórdibenzodioxín, „CDF“ = chlórdibenzofurán, „CB“ = chlór-bifenyľ.