

**UREDBA KOMISIJE (ES) št. 1883/2006****z dne 19. decembra 2006****o metodah vzorčenja in analitskih metodah za uradni nadzor vrednosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB v nekaterih živilih****(Besedilo velja za EGP)**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Uredbe (ES) št. 882/2004 Evropskega parlamenta in Sveta z dne 29. aprila 2004 o izvajanju uradnega nadzora, da se zagotovi preverjanje skladnosti z zakonodajo o krmi in živilih ter s pravili o zdravstvenem varstvu živali in zaščiti živali <sup>(1)</sup> ter zlasti člena 11(4) Uredbe,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Uredba Komisije (ES) št. 1881/2006 z dne 19. decembra 2006 o določitvi mejnih vrednosti nekaterih onesnaževal v živilih <sup>(2)</sup> določa mejne vrednosti dioksinov in furanov ter vsote dioksinov, furanov in dioksinom podobnih PCB v nekaterih živilih.

(2) Direktiva Komisije 2002/69/ES z dne 30. julija 2002 o določitvi postopkov vzorčenja in analitskih metod za uradni nadzor dioksinov in določanje dioksinom podobnih PCB v živilih <sup>(3)</sup> uvaja posebne določbe v zvezi s postopki vzorčenja in analitskimi metodami, ki jih je treba uporabiti za uradni nadzor.

(3) Uporaba novih mejnih vrednosti za vsote dioksinov, furanov in dioksinom podobnih PCB zahteva spremembe Direktive 2002/69/ES. Zaradi jasnosti je primerno Direktivo 2002/69/ES nadomestiti s to uredbo.

(4) Določbe iz te uredbe zadevajo le vzorčenje in analizo dioksinov in dioksinom podobnih PCB za izvajanje Uredbe (ES) št. 1881/2006 in ne vplivajo na strategije vzorčenja, vrednosti vzorčenja in pogostost, kot so določene v prilogah III in IV Direktive Sveta 96/23/ES z dne

29. aprila 1996 o ukrepih za spremljanje nekaterih snovi in njihovih ostankov v živih živalih in v živalskih proizvodih ter razveljavitvi direktiv 83/358/EGS in 86/469/EGS in odločb 89/187/EGS in 91/664/EGS <sup>(4)</sup>. Ne vplivajo na ciljna merila za vzorčenje iz Odločbe Komisije 98/179/ES z dne 23. februarja 1998 o podrobnih pravilih uradnega vzorčenja za spremljanje nekaterih snovi in njihovih ostankov v živih živalih in živalskih proizvodih <sup>(5)</sup>.

(5) Pri izbiri vzorcev z znatno vsebnostjo dioksinov in dioksinom podobnih PCB je treba uporabiti presejalno analitsko metodo z dokazano, splošno sprejemljivo validacijo in visoko prepustnostjo. Vsebnost dioksinov in dioksinom podobnih PCB v teh vzorcih je treba določiti s potrditveno analitsko metodo. Zato je primerno, da se določijo stroge zahteve za potrditvene analitske metode in minimalne zahteve za presejalno analizo.

(6) Pri velikih ribah je potreben poseben način vzorčenja, da bi zagotovili usklajen način vzorčenja po celotni Skupnosti.

(7) Vsebnost dioksinov in dioksinom podobnih PCB se lahko pri ribah iste vrste in ki izvirajo iz istega območja razlikujejo glede na velikost in starost rib. Poleg tega vsebnost dioksinov in dioksinom podobnih PCB ni nujno enaka v vseh delih ribe. Zato je treba v primeru vzorčenja rib določiti vzorčenje in pripravo vzorčenja, da se zagotovi usklajen pristop po celotni Skupnosti.

(8) Zelo pomembno je, da se analitski rezultati navajajo in interpretirajo na enoten način, da se tako zagotovi usklajeno ravnanje po celotni Skupnosti.

(9) Ukrepi, predvideni s to uredbo, so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za prehranjevalno verigo in zdravje živali –

<sup>(1)</sup> UL L 165, 30.4.2004, str. 1. Uredba, kakor je bila spremenjena z Uredbo Komisije (ES) št. 776/2006 (UL L 136, 24.5.2006, str. 3).

<sup>(2)</sup> Glej str. 5 tega Uradnega lista.

<sup>(3)</sup> UL L 209, 6.8.2002, str. 5. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 2004/44/ES (UL L 113, 20.4.2004, str. 17).

<sup>(4)</sup> UL L 125, 23.5.1996, str. 10. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 882/2004 Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 165, 30.4.2004, str. 1).

<sup>(5)</sup> UL L 65, 5.3.1998, str. 31. Odločba, kakor je bila spremenjena z Aktom o pristopu iz leta 2003.

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

*Člen 1*

Vzorčenje za uradni nadzor vsebnosti dioksinov in furanov ter dioksinu podobnih PBC v živilih, navedenih v oddelku 5 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006, se izvaja v skladu z metodami, določenimi v Prilogi I k tej uredbi.

*Člen 2*

Priprava vzorčenja in analiz za uradni nadzor vsebnosti dioksinov in furanov ter dioksinu podobnih PBC v živilih, navedenih

v oddelku 5 Priloge k Uredbi (ES) št. 1881/2006, se izvaja v skladu z metodami, določenimi v Prilogi II k tej uredbi.

*Člen 3*

Direktiva 2002/69/ES se razveljavi. Sklicevanje na razveljavljeno direktivo se razume kot sklicevanje na to uredbo.

*Člen 4*

Ta uredba začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

Uporabljeni se začne 1. marca 2007.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 19. decembra 2006

Za Komisijo  
Markos KYPRIANOU  
Član Komisije

## PRILOGA I

**METODE VZORČENJA ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI DIOKSINOV (PCDD/PCDF) IN DIOKSINOM PODOBNIH PCB V NEKATERIH ŽIVILIH****1. PODROČJE UPORABE**

Odvzem vzorcev za uradni nadzor vsebnosti dioksinov (PCDD/PCDF) in dioksinom podobnih PCB v živilih se izvaja v skladu z metodami, opisanimi v tej prilogi. Tako dobljeni sestavljeni vzorci se štejejo za reprezentativne vzorce lotov ali subplotov, iz katerih so vzeti. Skladnost z mejnimi vrednostmi, določenimi v Uredbi Komisije (ES) št. 1881/2006 o določitvi mejnih vrednosti nekaterih onesnaževal v živilih, se ugotavlja na podlagi vsebnosti, določenih v laboratorijskih vzorcih.

**2. OPREDELITVE**

Lot: je določljiva količina naenkrat dostavljenega živila, za katerega pristojna oseba ugotovi skupne značilnosti, kot so poreklo, sorta, vrsta pakiranja, izvajalec pakiranja, pošiljatelj ali oznake. Če gre za ribe ali ribiške proizvode, se primerja tudi velikost rib. Če velikost in/ali teža rib v pošiljki nista primerljivi, se lahko pošiljka še vedno šteje za lot, vendar pa je treba uporabiti poseben postopek vzorčenja.

— Sublot: je del večjega lota, ki je določen za vzorčenje. Vsak sublot mora biti fizično ločen od preostalega dela lota in določljiv.

— Primarni vzorec: je količina materiala, vzeteja iz enega mesta v lotu ali subplotu.

— Sestavljeni vzorec: je vzorec, sestavljen iz vseh primarnih vzorcev, vzetih iz lotov ali subplotov.

— Laboratorijski vzorec: je reprezentativni del/količina sestavljenega vzorca, namenjen za laboratorijsko analizo.

**3. SPLOŠNE DOLOČBE****3.1 Osebj**

Vzorčenje opravi pooblaščen oseba, ki jo imenuje država članica.

**3.2 Material za vzorčenje**

Vsak lot ali subplot, namenjen za pregled, se vzorči ločeno.

**3.3 Previdnostni ukrepi**

Med vzorčenjem in pripravo vzorcev je treba upoštevati previdnostne ukrepe, da bi se izognili vsem spremembam, ki bi vplivale na vsebnost dioksinov ali dioksinom podobnih PCB, škodljivo vplivale na analitsko določanje ali povzročile nereprezentativnost sestavljenih vzorcev.

**3.4 Primarni vzorci**

Če je mogoče, se primarni vzorci odvzamejo na različnih mestih celotnega lota ali subplota. Odstopanje od tega postopka se zabeleži v zapisnik, določen v delu 3.8 te priloge.

**3.5 Priprava sestavljenega vzorca**

Sestavljeni vzorec se pripravi tako, da se združijo posamezni vzorci. Sestavljeni vzorec tehtaja najmanj 1 kg, razen če to ni izvedljivo, npr. če se vzorči en sam paket.

**3.6 Enakovredni vzorci**

Enakovredni vzorci za uradni nadzor dopolnilno izvedensko mnenje in referenčne namene se jemljejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če ta postopek ni v nasprotju s predpisi držav članic v zvezi s pravicami nosilca živilske dejavnosti. Velikost laboratorijskih vzorcev za uradni nadzor mora zadoščati vsaj za ponovitev analiz.

### 3.7 Pakiranje in prenos vzorcev

Vsak vzorec se zapre v čisto posodo iz inertnih materialov, ki med prevozom omogoča primerno zaščito pred onesnaženjem, izgubo analitov z adsorpcijo na notranje stene posode in pred poškodbami. Sprejmejo se vsi previdnostni ukrepi, da se prepreči kakršna koli sprememba v sestavi vzorca, ki bi lahko nastala med prevozom ali skladiščenjem.

### 3.8 Pečatenje in označevanje vzorcev

Vsak vzorec, odvzet za uradno uporabo, se zapečati na mestu vzorčenja in označi po predpisih držav članic.

O vsakem vzorčenju se napiše zapisnik, ki omogoča jasno prepoznavanje vsakega lota, navaja datum in mesto vzorčenja ter vse dodatne podatke, ki bi lahko pomagali analitiku.

## 4. NAČRTI VZORČENJA

Z uporabljenimi metodami vzorčenja se zagotovi, da je sestavljeni vzorec reprezentativen za (sub)lot, ki ga je treba preveriti.

### 4.1 Razdelitev lotov v sublote

Velike lote se razdeli na sublote, če je lote mogoče fizično ločiti. Za izdelke, ki se tržijo v velikih pošiljkah v razsutem stanju (npr. rastlinska olja), se uporablja preglednica 1. Za druge izdelke se uporablja preglednica 2. Ob upoštevanju, da masa lota ni vedno natančen večkratnik mase subplotov, lahko masa sublota presega navedeno maso za največ 20 %.

Preglednica 1

#### Razdelitev lotov v sublote za izdelke, ki se tržijo v velikih pošiljkah v razsutem stanju

Masa lota (tone)	Masa ali število subplotov
$\geq 1\ 500$	500 ton
$> 300$ in $< 1\ 500$	3 sublote
$\geq 50$ in $\leq 300$	100 ton
$< 50$	—

Preglednica 2

#### Razdelitev lotov v sublote za druge izdelke

Masa lotov (tone)	Masa ali število subplotov
$\geq 5$	15–30 ton
$< 15$	—

### 4.2 Število posameznih vzorcev

Sestavljeni vzorec, ki združuje vse posamezne vzorce, tehta najmanj 1 kg (glej del 3.5 te priloge).

Najmanjše število posameznih vzorcev, ki se odvzamejo iz lota ali sublota, je navedeno v preglednicah 3 in 4.

Za razsute tekoče izdelke se lot ali subplot, kolikor je temeljito mogoče, ročno ali mehansko premeša neposredno pred vzorčenjem, če to ne vpliva na kakovost izdelka. V tem primeru se sklepa na homogeno porazdelitev onesnaževal v zadevnem lotu ali sublodu. Zato zadošča, da se za oblikovanje sestavljenega vzorca odvzamejo trije posamezni vzorci iz lota.

Posamezni vzorci morajo imeti podobno maso. Masa posameznega vzorca mora biti najmanj 100 gramov.

Odstopanje od tega postopka je treba zabeležiti v zapisnik, določen v delu 3.8 te priloge. V skladu z določbami Odločbe Komisije 97/747/ES z dne 27. oktobra 1997 o obsegu in pogostnosti vzorčenja, predvidenega v Direktivi Sveta 96/23/ES za nadzor nekaterih snovi in njihovih ostankov v nekaterih živalskih proizvodih<sup>(1)</sup>, je velikost sestavljenega vzorca za kokošja jajca najmanj 12 jajc (za nepakirane lote, kot tudi lote s posameznimi pakiranj, preglednici 3 in 4).

<sup>(1)</sup> UL L 303, 6.11.1997, str. 12.

Preglednica 3

**Najmanjše število posameznih vzorcev, ki se odvzamejo iz lota ali sublota**

Masa ali prostornina lota/sublota (v kg ali l)	Najmanjše število posameznih vzorcev za odvzem
< 50	3
50 do 500	5
> 500	10

Če je lot ali sublot sestavljen iz posameznih pakiranj ali enot, je število pakiranj ali enot, ki se odvzamejo za oblikovanje sestavljenega vzorca, navedeno v preglednici 4.

Preglednica 4

**Število pakiranj ali enot (posameznih vzorcev), ki se odvzamejo iz sestavljenega vzorca, če so loti ali sublotti sestavljeni iz posameznih pakiranj ali enot**

Število pakiranj ali enot v lotu/sublotu	Število pakiranj ali enot za odvzem
1 do 25	najmanj 1 pakiranje ali enota
26 do 100	približno 5 %, najmanj 2 pakiranj ali enoti
> 100	približno 5 %, največ 10 pakiranj ali enot

**4.3 Posebne določbe za vzorčenje lotov, ki vsebujejo cele ribe primerljive velikosti in teže**

Ribe se štejejo za primerljive glede velikosti in teže, če razlika v velikosti in teži ni večja od približno 50 %.

Število posameznih vzorcev, ki jih je treba odvzeti iz lota, je določeno v preglednici 3. Sestavljeni vzorec, ki združuje vse posamezne vzorce, tehta najmanj 1 kg (glej točko 3.5).

- Če lot za vzorčenje vsebuje majhne ribe (posamezne ribe, teže < približno 1 kg), se iz primarnega vzorca vzame cela riba, da se oblikuje sestavljeni vzorec. Če sestavljeni vzorec tehta več kot 3 kg, lahko posamezne vzorce sestavlja srednji del rib, ki tvorijo sestavljeni vzorec, pri čemer vsak posamezni vzorec tehta najmanj 100 g. Celoten del, za katerega velja mejna vrednost, se uporabi za homogenizacijo vzorca.

Riba ima težišče v srednjem delu, ki se v večini primerov nahaja pri hrbtne plavuti (če jo riba ima) ali med škrgo in anusom.

- Če lot, ki ga je treba vzorčiti, vsebuje večje ribe (posamezne ribe, ki so težje od približno 1 kg), se posamezni vzorec sestoji iz srednjega dela ribe. Vsak posamezni vzorec tehta najmanj 100 g.

Pri ribah srednje velikosti (približno 1 do 6 kg) se posamezni vzorec odvzame iz srednjega dela ribe, iz predela med hrbtenico in trebuhom.

Pri zelo velikih ribah (npr. > približno 6 kg), se posamezni vzorec mesa mišic odvzame iz srednjega dela ribe, in sicer iz desnega hrbtno-bočnega dela (pogled od spredaj). Če bi odvzem takšnega dela iz srednjega dela ribe povzročil bistveno gospodarsko škodo, zadošča odvzem treh posameznih vzorcev po najmanj 350 g, ne glede na velikost lota. Lahko pa se posamezni vzorec, ki je reprezentativen glede vsebnosti dioksina v celi ribi, dobi tako, da se odvzame ustrezeni del mesa mišic ene ribe iz predela v bližini repa in glave.

#### 4.4 Vzorčenje lotov, ki vsebujejo cele ribe različne velikosti in/ali teže

- V zvezi s sestavljanjem vzorca se uporabljajo določbe iz točke 4.3.
- Če je kategorija/razred velikosti in teže prevladujoča (približno 80 % lota ali več), se odvzame vzorec rib s prevladujočo težo ali velikostjo. Ta vzorec se šteje kot reprezentativen za celoten lot.
- Če nobena posebna kategorija/razred velikosti ali teže ni prevladujoča, potem je treba zagotoviti, da so ribe, ki se jih izbere za odvzem vzorca, reprezentativne za celotno pošiljko. Posebna navodila za takšne primere vsebujejo „Navodila za vzorčenje lotov rib, ki vsebujejo cele ribe različnih velikosti in/ali teže <sup>(1)</sup>“.

#### 4.5 Vzorčenje na stopnji prodaje na drobno

Vzorčenje živil na stopnji prodaje na drobno se po možnosti izvede v skladu z določbami za vzorčenje iz dela 4.2 te priloge.

Če to ni mogoče, se lahko na stopnji prodaje na drobno uporablja nadomestna metoda vzorčenja, če zagotavlja, da je vzorčeni lot ali subplot dovolj reprezentativen.

### 5. SKLADNOST LOTA ALI SUBLOTA S SPECIFIKACIJO

Lot se sprejme, če rezultat posamezne analize ne presega zadevne mejne vrednosti dioksinov ter vsote dioksinov in dioksinu podobnih PBC, določenih v skladu z Uredbo (ES) št. 1881/2006, ob upoštevanju merilne negotovosti.

Lot ni v skladu z mejno vrednostjo iz Uredbe (ES) št. 1881/2006, če zgornji rezultat <sup>(2)</sup> analiznega preskušanja, potrjen z dvakratno analizo <sup>(3)</sup>, ob upoštevanju merilne negotovosti nedvomno presega zgornjo mejno vrednost.

Merilna negotovost se lahko upošteva v skladu z naslednjimi pristopi:

- Z izračunom razširjene nezanesljivosti, ob uporabi faktorja za zajetje 2, ki da omogoča 95-odstotno stopnjo zaupanja. Lot ali subplot je neskladen, če je izmerjena vrednost minus U nad določeno dovoljeno vrednostjo. V primeru ločenega preskušanja za določitev dioksinov in dioksinom podobnih PCB je treba vsoto ocenjene razširjene nezanesljivosti ločenih rezultatov analize vsebnosti dioksinov in dioksinu podobnih PCB uporabiti za vsoto dioksinov in dioksinom podobnih PCB.
- Z uvedbo odločitvene meje (CC<sub>α</sub>) v skladu z Odločbo Komisije 2002/657/ES z dne 12. avgusta 2002 o izvajanju Direktive Sveta 96/23/ES glede opravljanja analitskih metod in razlage rezultatov <sup>(4)</sup> (točka 3.1.2.5. te priloge – primer snovi z določeno dovoljeno vrednostjo) je lot ali subplot neskladen, če je izmerjena vrednost enaka ali večja od odločitvene meje.

Sedanja pravila razlage se uporabljajo za rezultat analitskega preskušanja, dobljenega na vzorcu za uradni nadzor. V primeru analize za prepoved in referenčne namene se uporabljajo nacionalni predpisi.

<sup>(1)</sup> ([http://europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)).

<sup>(2)</sup> Za koncept „zgornje meje“ je treba uporabiti mejo kvantifikacije za izračun prispevka vseh kongenerov, ki količinsko še niso določeni, k ekvivalentu toksičnosti (TEQ).

Za koncept „spodnje meje“ je treba uporabiti ničlo za izračun prispevka vseh kongenerov, ki količinsko še niso določeni, k TEQ. Za koncept „srednje meje“ je treba uporabiti polovico meje kvantifikacije za izračun prispevka vseh kongenerov, ki količinsko še niso določeni, k TEQ.

<sup>(3)</sup> Dvakratna analiza je potrebna za izključitev možnosti notranje navzkrižne kontaminacije ali naključne zamenjave vzorcev. Prva analiza se, ob upoštevanju merilne negotovosti, uporablja za preverjanje skladnosti.

Če se analiza izvaja v okviru kontaminacije z dioksinom, se lahko izpusti potrjevanje z dvakratno analizo, če so vzorci, izbrani za analizo, preko sledljivosti povezani s kontaminacijo z dioksinom.

<sup>(4)</sup> UL L 221, 17.8.2002, str. 8. Odločba, kakor je bila spremenjena z Odločbo 2004/25/ES (UL L 6, 10.1.2004, str. 38).

## PRILOGA II

**PRIPRAVA VZORCA IN ZAHTEVE ZA ANALITSKE METODE ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI DIOKSIKOV (PCDD/PCDF) IN DIOKSIKOM PODOBNIH PCB V NEKATERIH ŽIVILIH**

## 1. PODROČJE UPORABE

Zahteve, določene v tej prilogi, se uporabijo, kadar se živila analizirajo za uradni nadzor vsebnosti dioksinov (poliklorirani dibenzodioksini (PCDD) in poliklorirani dibenzofurani (PCDF)) in dioksinom podobnih PCB.

Spremljanje in nadzor prisotnosti dioksinov v živilih se lahko izvaja s presejalno metodo z namenom, da se izberejo tisti vzorci, katerih vrednosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB so pod mejno vrednostjo do 25 % ali presegajo mejno vrednosti. Koncentracijo dioksinov ter vsoto dioksinov in dioksinom podobnih PCB v navedenih vzorcih z znatno vrednostjo je treba določiti/potrditi s potrditveno metodo.

Presejalne metode so metode, ki se uporabljajo za ugotavljanje prisotnosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB pri predpisani vrednosti. Te metode imajo visoko prepustnost vzorcev in se uporabljajo za presejanje velikega števila vzorcev za določitev vzorci z morebitnimi pozitivnimi rezultati. Oblikovane so tako, da se z njimi izognemo lažno negativnim rezultatom.

Potrditvene metode so metode, ki zagotavljajo celovite ali dopolnilne informacije, ki omogočajo, da se dioksini in dioksinom podobni PCB ugotovijo in nedvoumno kvantificirajo pri predpisani vrednosti.

## 2. OZADJE

Koncentracije posameznih snovi v danem vzorcu se pomnožijo z njihovim ustreznim faktorjem ekvivalence toksičnosti (TEF), ki ga je uvedla Svetovna zdravstvena organizacija in je naveden v dodatku k tej prilogi, in se nato seštejejo, da se dobi skupna koncentracija dioksinom podobnih spojin, izraženih kot toksični ekvivalenti (TEQ-i).

Za namene te uredbe je sprejemljiva specifična meja kvantifikacije posameznega kongenerja koncentracija analita v ekstraktu vzorca, ki ustvari instrumentalni odziv na dva različna iona, ki ju je treba spremljati z razmerjem med signalom in šumom S/N 3:1 pri manj občutljivem signalu, in izpolnitev osnovnih zahtev, kot so retencijski čas, razmerje izotopov v skladu s postopkom določanja, kakor je naveden v metodi EPA 1613, revizija B.

## 3. ZAHTEVE ZA ZAGOTAVLJANJE KAKOVOSTI, KI JIH JE TREBA IZPONJEVATI PRI PRIPRAVI VZORCA

- Sprejeti je treba ukrepe za preprečitev navzkrižne kontaminacije na vseh stopnjah vzorčenja in analitskega postopka.
- Vzorci se morajo hraniti in prevažati v steklenih, aluminijastih, polipropilenskih ali polietilenskih posodah. Iz posode za vzorce morajo biti odstranjeni sledovi papirnega prahu. Steklene posode je treba sprati s topli, ki dokazano ne vsebujejo dioksinov ali pa je treba prisotnost dioksinov v toplih predhodno preveriti.
- Hramba in prevoz vzorcev morata biti izvedena tako, da se ohrani neoporečnost vzorca živila.
- Če je ustrezno, se vsak laboratorijski vzorec drobno zmelje in temeljito premeša po postopku, s katerim se dokazano doseže popolna homogenizacija (npr. zmleto tako, da se preseje z 1-milimetrskim sitom); če je vsebnost vlage previsoka, je treba vzorce pred mletjem posušiti.
- Izvedba slepe analize z izvedbo celotnega analitskega postopka, iz katerega se izpusti le vzorec.
- Masa vzorca, uporabljenega za ekstrakcijo, mora biti zadostna, da so izpolnjene zahteve glede občutljivosti.
- Posebne postopke za pripravo vzorca, ki se uporabljajo za obravnavane proizvode, je treba validirati v skladu z mednarodno priznanimi smernicami.

- V primeru rib je treba odstraniti kožo, saj mejna vrednost velja za meso mišic brez kože. Vendar pa je treba vse preostalo meso mišic in maščobnega tkiva na notranji strani kože temeljito in popolnoma odstraniti, preostanek mesa mišic in maščobnega tkiva pa je treba dodati vzorcu za analizo.

#### 4. ZAHTEVE ZA LABORATORIJE

- Laboratoriji dokažejo zmogljivost metode v območju predpisane vrednosti, npr. 0,5-kratna, 1-kratna in 2-kratna predpisana vrednost s sprejemljivim koeficientom variacije za ponovljene analize. Za podrobnosti glede meril sprejemljivosti glej del 5.
- Meja kvantifikacije za potrditveno metodo mora biti v območju približno ene petine predpisane vrednosti.
- Redne slepe kontrole in preskusi z dodatkom ali analize kontrolnih vzorcev (če je na voljo, je zaželen certificiran referenčni material) se izvajajo kot notranji nadzorni ukrepi za zagotavljanje kakovosti.
- Sposobnost laboratorijev se dokazuje z nenehnim uspešnim sodelovanjem v medlaboratorijskih študijah za določanje dioksinov in dioksinom podobnih PCB v ustreznih matrikah krme/hrane.
- V skladu z določbami Uredbe (ES) št. 882/2004 akreditirajo laboratorije priznani organi, ki delujejo v skladu z zahtevami ISO Guide 58, s čimer je zagotovljeno, da le-ti uporabljajo analitsko zagotavljanje kakovosti. Laboratoriji se akreditirajo na podlagi standarda EN ISO/IEC/17025.

#### 5. ZAHTEVE ZA ANALITSKE POSTOPKE ZA DIOKSINE IN DIOKSINOM PODOBNE PCB

##### Osnovne zahteve za sprejetje analitskih postopkov:

- *Visoka občutljivost in nizke meje zaznavanja* Zaradi izredne toksičnosti nekaterih od teh spojin morajo biti za PCDD in PCDF zaznavne količine v pikogramskem območju TEQ ( $10^{-12}$  g). Za PCB je znano, da se pojavljajo pri višjih vrednostih kot PCDD in PCDF. Za večino kongenerov PCB je občutljivost v nanogramskem območju ( $10^{-9}$  g) že zadostna. Vendar pa mora biti za merjenje bolj toksičnih dioksinom podobnih kongenerov PCB (zlasti ne-orto substituiranih kongenerov) dosežena ista občutljivost kakor za PCDD in PCDF.
- *Visoka selektivnost (specifičnost)* Zahteva se razlikovanje med PCDD, PCDF in dioksinom podobnimi PCB ter številnimi drugimi, motečimi spojinami, ki se ekstrahirajo hkrati in so morda s svojo prisotnostjo moteče pri koncentracijah, ki so za več velikostnih razredov višje od predpisanega analita. Za metode plinske kromatografije/masne spektrometrije (GC/MS) je potrebno razlikovanje med različnimi kongeneri, kot na primer med toksičnimi (npr. sedemnajst 2,3,7,8-substituiranimi PCDD, PCDF in dioksinom podobnimi PCB) in drugimi kongeneri. Biološki testi morajo omogočati določanje vrednosti TEQ selektivno kot seštevke PCDD, PCDF in dioksinom podobnih PCB.
- *Visoka točnost (pravilnost in natančnost)* Določanje zagotovi veljavne in zanesljive ocene pravih koncentracij v vzorcu. Visoka točnost (točnost meritve: ujemanje merilnega rezultata s pravo ali dogovorjeno vrednostjo meritve) je potrebna, da se prepreči zavrnitev rezultata analize vzorca na podlagi slabe zanesljivosti ocene TEQ. Točnost se izrazi kot pravilnost (razlika med srednjo vrednostjo izmerjenega analita v certificiranem materialu in njegovo certificirano vrednostjo, izraženo kot odstotek te vrednosti) in natančnost ( $RSD_R$  natančnost se običajno izračuna kot relativni standardni odklik od rezultatov, pridobljenih pri vnaprej določenih pogojih).

Presejalne analitske metode lahko obsegajo metode bioloških testov in metode GC/MS; potrditvene metode so visoko ločljive plinske kromatografske/visoko ločljive masne spektrometrične (HRGC/HRMS) metode. Glede celotne vrednosti TEQ mora biti zagotovljena skladnost z naslednjimi merili:

	Presejalne metode	Potrditvene metode
Delež navidezno negativnih rezultatov	< 1 %	
Pravilnost		– 20 % do + 20 %
Natančnost ( $RSD_R$ )	< 30 %	< 15 %

## 6. POSEBNE ZAHTEVE, S KATERIMI MORAJO BITI USKLAJENE METODE GC/MS ZA IZLOČITEV ALI POTRDITEV

— Dodatek  $^{13}\text{C}$ -označenih 2,3,7,8-klor substituiranih notranjih PCDD/F standardov in  $^{13}\text{C}$ -označenih notranjih standardov za dioksinom podobne PCB je treba izvesti na samem začetku analitske metode, na primer pred ekstrakcijo, da se validira analitski postopek. Dodati je treba vsaj en kongener za vsako od tetra- do okta-kloriranih homolognih skupin za PCDD/F in vsaj en kongener za vsako od homolognih skupin za dioksinom podobne PCB in alternativno vsaj en kongener za vsak spektrometričen izbran ion s funkcijo evidentiranja, ki se uporablja za spremljanje PCDD/F in dioksinom podobnih PCB. Prednost ima, še zlasti v primerih potrditvenih metod, uporaba vseh sedemnajstih  $^{13}\text{C}$ -označenih 2,3,7,8-klor substituiranih notranjih PCDD/F standardov in vseh dvanajstih  $^{13}\text{C}$ -označenih notranjih standardov za dioksinom podobne PCB.

Prav tako je treba določiti relativne odzivne faktorje za tiste kongenerje, za katere ni dodan noben od  $^{13}\text{C}$ -označenih analogov z uporabo ustreznih raztopin za umerjanje.

— Za živila rastlinskega izvora in živila živalskega izvora, ki vsebujejo manj kot 10 % maščob, je dodatek notranjih standardov pred ekstrakcijo obvezen. Za živila živalskega izvora, ki vsebujejo več kot 10 % maščob, se lahko notranji standardi dodajo pred ekstrakcijo ali po ekstrakciji maščob. Izvesti je treba ustrezno validacijo učinkovitosti ekstrakcije, ki je odvisna od faze, pri kateri se dodajo notranji standardi, in od tega, ali se o rezultatih poroča na podlagi proizvoda ali maščob.

— Pred analizo GC/MS je treba dodati en ali dva standarda za izkoristek (surogat).

— Potreben je nadzor izkoristka. Za potrditvene metode naj bi bili izkoristki posameznih notranjih standardov v območju 60 % do 120 %. Nižji ali višji izkoristki za posamezne kongenere, še zlasti za nekatere hepta in okta klorirane dibenzodioxine in dibenzofurane, so sprejemljivi pod pogojem, da njihov prispevek k vrednosti TEQ ne presega 10 % celotne vrednosti TEQ (temelji zgolj na PCDD/F). Pri presejalnih metodah naj bi bili izkoristki v območju 30 % do 140 %.

— Ločevanje dioksinov od motečih kloriranih spojin, kakor so PCB in klorirani difenil etri, je treba izvesti z ustreznimi kromatografskimi tehnikami (prednost imajo florizil, koloni iz aluminijevega oksida in/ali ogljikovi koloni).

— Plinsko kromatografsko ločevanje izomerov naj bi bilo zadostno (< 25 % od vrha do vrha med 1,2,3,4,7,8-HxCDF in 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Določanje naj poteka v skladu z metodo EPA, 1613 revizija B: Tetra- skozi okta-klorirani dioksini in furani z izotopsko razredčeno HRGC/HRMS ali drugo z enakovrednimi merili zmogljivosti.

— Razlika med vrednostjo, zaokroženo navzgor in vrednostjo, zaokroženo navzdol, naj ne presega 20 % pri živilih, kontaminiranih z dioksinom, približno 1 pg WHO-TEQ/g maščobe (na podlagi vsote PCDD/PCDF in dioksinom podobnih PCB). Pri živilih z nizko vsebnostjo maščob je treba uporabiti iste zahteve za ravni kontaminacije, in sicer približno 1 pg WHO-TEQ/g proizvoda. Za nižje ravni kontaminacije, na primer 0,50 pg WHO-TEQ/g proizvoda, je lahko razlika med zgornjo in spodnjo vrednostjo v območju 25 do 40 %.

## 7. PRESEJALNE ANALITSKE METODE

### 7.1 Uvod

Pri uporabi presejalne metode so analitski pristopi lahko različni: čisti presejalni pristop in kvantitativni pristop.

#### *Presejalni pristop*

Odziv vzorcev se primerja z odzivom referenčnega vzorca pri predpisani vrednosti. Vzorci z odzivom, ki je manjši od referenčnega, se opredelijo kot negativni, za tiste z višjim odzivom pa se domneva, da so pozitivni. Zahteve:

— V vsak preskusni lot je treba vključiti slepi(-e) vzorec(-e) in referenčni(-e) vzorec(e), ki se ekstrahirajo in preskušajo hkrati in po enakimi pogoji. Referenčni vzorec mora kazati izrazito višji odziv v primerjavi s slepim.

— Vključijo se dodatni referenčni vzorci z 0,5-kratno in 2-kratno predpisano vrednostjo, da se dokaže primerna zmogljivost preskusa v območju predpisane vrednosti.

- Pri preskušanju drugih matrik se mora dokazati ustreznost referenčnega vzorca/vzorcev, prednostno z vključitvijo vzorcev, pri katerih se z HRGC/HRMS pokaže, da je vrednost TEQ v bližini vrednosti v referenčnem vzorcu, ali s slepim vzorcem z dodatkom pri tej vrednosti.
- Ker se pri bioloških testih ne morejo uporabiti notranji standardi, so preskusi ponovljivosti zelo pomembni za pridobitev podatkov o standardnem odmiku v okviru enega preskusnega lota. Koeficient variacije mora biti pod 30 %.
- Za biološke teste je treba opredeliti ciljne spojine, možne interference in najvišje sprejemljive slepe vrednosti.

#### *Količinski pristop*

Količinski pristop zahteva standardne lote razredčitev, dvakratno ali trikratno čiščenje in merjenje ter kontrolo slepih vrednosti in izkoristka. Rezultat se lahko izrazi kot TEQ, pri tem se predpostavlja, da spojine, odgovorne za signal, ustrezajo principu TEQ. To se lahko izvaja z uporabo TCDD (ali standardne dioksin/furan mešanice), s katero pripravimo umeritveno krivuljo za izračun vrednosti TEQ v ekstraktu in s tem v vzorcu. Ta se nato korigira za vrednost TEQ, izračunano za slepi vzorec (da se upošteva nečistost uporabljenih topil in kemikalij), in izkoristek (izračunan iz vrednosti TEQ v vzorcu za obvladovanje kakovosti v bližini predpisane vrednosti). Bistveno je omeniti, da do dela navidezne izgube izkoristka pride zaradi vplivov matrice in/ali razlik med vrednostmi TEF pri bioloških testih in uradnimi vrednostmi TEF, ki jih določa Svetovna zdravstvena organizacija.

### **7.2 Zahteve za analitske metode, uporabljane pri presejanju**

- Pri presejanju se lahko uporabijo GC/MS analitske metode in biološki testi. Za metode GC/MS je treba uporabiti zahteve iz točke 6. Za biološke teste na celični osnovi so posebne zahteve določene v točki 7.3 in za biološke teste na osnovi opreme v točki 7.4 te priloge.
- Potrebna je informacija o številu lažno pozitivnih in lažno negativnih rezultatov večjega števila vzorcev pod ali nad njo mejno vrednostjo, ali vrednost ukrepanja, v primerjavi z vsebnostjo TEQ, določeno s potrditveno analitsko metodo. Dejanska stopnja lažnih negativnih rezultatov bi morala biti pod 1 %. Stopnja lažnih pozitivnih vzorcev bi morala biti dovolj nizka, da je uporaba presejalnega orodja koristnejša.
- Pozitivne rezultate je treba vedno potrditi s kvantitativno analitsko metodo (HRGC/HRMS). Poleg tega bi bilo treba vzorce iz širokega TEQ območja potrditi z HRGC/HRMS (približno 2 % do 10 % negativnih vzorcev). Na voljo bi morali biti tudi podatki o ujemanju med biološkim testom in rezultati HRGC/HRMS.

### **7.3 Posebne zahteve za biološke teste na celični osnovi**

- Pri izvajanju biološkega testa vsaka serija preskusov zahteva serijo referenčnih koncentracij TCDD ali dioksin/furan mešanice (celotna krivulja odziva odmerka z  $R^2 > 0,95$ ). Vendar pa se za namene izločitve lahko za analizo vzorcev pri nizkih vrednostih uporabi razširjena krivulja nizkih vrednosti.
- Uporabiti bi bilo treba TCDD referenčno koncentracijo (približno trikratna meja kvantifikacije) na diagramu obvladovanja kakovosti rezultatov za rezultate biološkega testa v neprekinjenem časovnem obdobju. Druga možnost je lahko relativni odziv referenčnega vzorca v primerjavi z umeritveno premico TCDD, ker je odziv celic lahko odvisen od številnih dejavnikov.
- Za vsako vrsto referenčnega materiala je treba voditi in preverjati kontrolne karte (QC) za zagotovitev, da so rezultati v skladu z zastavljenimi smernicami.
- Zlasti pri količinskih izračunih mora biti uvedba uporabljene razredčitve vzorca znotraj linearnega dela krivulje odziva. Vzorci nad linearnim delom krivulje odziva se morajo razredčiti in ponovno preskusiti. Zato se hkrati preskušajo najmanj tri razredčitve ali več.
- Odstotni standardni odmik naj ne bo nad 15 % pri trikratnem določanju za vsako razredčitev vzorca in ne nad 30 % med tremi neodvisnimi poskusi.
- Meja zaznavanja se lahko določi kot trikratni standardni odmik slepega topila ali odziva ozadja. Drugi pristop je uporaba odziva, ki je nad ozadjem (uporabljeni faktor petkratno slepo topilo), izračunan iz umeritvene krivulje za tisti dan. Meja kvantifikacije se lahko določi kot petkratni ali šestkratni standardni odmik slepega topila ali odziva ozadja, ali pa se uporabi odziv, ki je razločno nad ozadjem (uporabljeni faktor desetkratno slepo topilo), izračunan iz umeritvene krivulje za tisti dan.

#### 7.4 Posebne zahteve za biološke teste na osnovi pribora

- Zagotoviti je treba, da je biološki test na osnovi pribora dovolj občutljiv in zanesljiv za uporabo v živilih.
- Glede priprave vzorca in analize je treba slediti navodilom proizvajalca.
- Preskusna oprema se ne bi smela uporabljati po pretečenem roku.
- Ne sme se uporabljati materialov ali sestavnih delov, ki so namenjeni za drug pribor.
- Preskusno opremo je treba hraniti v ustreznem območju temperature hranjenja in jo uporabljati pri ustrezni delovni temperaturi.
- Meja zaznavnosti za imunoelektroanalize se določi kot trikratni standardni odmik, ki temelji na 10 ponovitvah analize slepega vzorca, ki se deli z naklonom linearne regresijske enačbe.
- Referenčne standarde bi bilo treba uporabiti za preskuse v laboratorijih, da se zagotovi odzivnost na standard v sprejemljivem območju.

#### 8. POROČANJE O REZULTATIH

Če uporabljeni analitski postopki to omogočajo, bi morali analitski rezultati vsebovati vrednosti posameznih PCDD/F in kongenerov PCB predložiti pa bi jih morali zaokrožene navzdol, navzgor ali na sredino, da se v poročilo o rezultatih vključi kar največ podatkov in tako omogoči razlago rezultatov glede na posebne zahteve.

Poročilo bi moralo vključiti tudi vsebnost lipidov v vzorcu in metodo, uporabljeno za ekstrakcijo lipidov.

Izkoristki posameznih notranjih standardov morajo biti na voljo v primeru, da so ti izkoristki izven območja, navedenega v točki 6, v primeru, da je presežena najvišja vrednost, in na zahtevo tudi v drugih primerih.

Ker je treba pri odločanju o skladnosti vzorca upoštevati negotovost meritve, mora biti na voljo tudi ta parameter. Rezultat analize mora biti izražen kot  $x \pm U$ , pri čemer je  $x$  rezultat analize,  $U$  pa razširjena merilna negotovost, kar pri količniku zajetja 2 pomeni približno 95-odstotno stopnjo zaupanja. V primeru dveh ločenih testiranj določitve dioksinov in dioksinom podobnih PCB je treba vsoto ocenjene razširjene nezanesljivosti ločenih rezultatov analize vsebnosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB uporabiti za vsoto dioksinov in dioksinom podobnih PCB.

Če se negotovost meritve upošteva z uporabo CCa (kot je opisana v delu 5 te priloge) je treba navesti ta parameter.

Rezultati analize mejne vrednosti se izrazijo z istimi enotami in zaokrožijo (vsaj) na enako število decimalnih mest, kakor je določeno v Uredbi (ES) št. 1881/2006.

---

## Dodatek k Prilogi II

Preglednica Svetovne zdravstvene organizacije (STO) TEF v zvezi z oceno tveganja za ljudi, ki temelji na zaključkih srečanja STO v Stockholmu na Švedskem od 15. do 18. junija 1997 (Van den Berg et al., (1998) Faktorji ekvivalence toksičnosti (TEFi za PBC, PCDD, PCDF za ljudi in prostoživeče živali *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775)

Kongener	Vrednost faktorja toksične ekvivalence (TEF)	Kongener	Vrednost faktorja toksične ekvivalence (TEF)
<b>Dibenzo-p-dioksini (PCDD)</b>		<b>„Dioksinom podobni“ ne-orto PCB + mono-orto PCB</b>	
2,3,7,8-TCDD	1	<i>Ne-orto PCB</i>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	<i>Mono-orto PCB</i>	
OCDD	0,0001	PCB 105	0,0001
<b>Dibenzofurani (PCDF)</b>		PCB 114	0,0005
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 123	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 156	0,0005
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Uporabljene okrajšave: „T“ = tetra; „Pe“ = penta; „Hx“ = heksa; „Hp“ = hepta; „O“ = okta; „CDD“ = klorodibenzodioksin; „CDF“ = klorodibenzofuran; „CB“ = klorobifenil.