

REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) 2017/644**tal-5 ta' April 2017****li jistabbilixxi metodi ta' teħid ta' kampjuni u analiżi għall-kontroll tal-livelli ta' diossini, PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel, u li jhassar ir-Regolament (UE) Nru 589/2014****(Test b'rilevanza għaž-ŻEE)**

IL-KUMMISSJONI EWROPEA,

Wara li kkunsidrat it-Trattat dwar il-Funzjonament tal-Unjoni Ewropea,

Wara li kkunsidrat ir-Regolament (KE) Nru 882/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tad-29 ta' April 2004 dwar il-kontrolli uffiċjali mwettqa biex tiġi żgurata l-verifikazzjoni tal-konformità mal-liġi tal-ġhalf u l-ikel, mas-sahha tal-annimali u mar-regoli dwar il-welfare tal-annimali ⁽¹⁾, u b'mod partikolari l-Artikolu 11(4) tiegħu,

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 1881/2006 ⁽²⁾ jistabbilixxi l-livelli massimi għall-poliklorobifenil (PCBs) mhux simili għad-diossini, għad-diossini u l-furani u għat-total tad-diossini, il-furani u l-PCBs simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel.
- (2) Ir-Rakkomandazzjoni tal-Kummissjoni 2013/711/UE ⁽³⁾ tistabbilixxi l-livelli ta' azzjoni biex thegġeg approach proattiv biex titnaqqas il-preżenza ta' poliklorodibenzo-p-diossini u poliklorodibenzo-furani (PCDD/Fs) u PCBs simili għad-diossini fl-ikel. Dawk il-livelli ta' azzjoni huma għodda użata mill-awtoritajiet kompetenti u l-operaturi biex jenfasizzaw dawk il-kazijiet fejn huwa xieraq li jiġi identifikat sors ta' kontaminazzjoni u li jittiehdu l-miżuri meħtieġa biex jiġi mnaqqas jew eliminat.
- (3) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (UE) Nru 589/2014 ⁽⁴⁾ jistabbilixxi dispożizzjonijiet speċifiċi dwar il-proċedura tat-teħid ta' kampjuni u l-metodi ta' analiżi li għandhom jiġu applikati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini, PCBs simili għad-diossini u PCB mhux simili għad-diossini.
- (4) Id-dispożizzjonijiet stabbiliti f'dan ir-Regolament jikkonċernaw biss it-teħid ta' kampjuni u l-analiżi ta' diossini, ta' PCBs simili għad-diossini u ta' PCBs mhux simili għad-diossini għall-implimentazzjoni tar-Regolament (KE) Nru 1881/2006 u r-Rakkomandazzjoni 2013/711/UE. Dawn ma jaffettwawx il-metodu, il-livelli u l-frekwenza tat-teħid ta' kampjuni kif stabbiliti fl-Annessi III u IV tad-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE ⁽⁵⁾. Ma jaffettwawx il-kriterji tal-mira għall-metodu tat-teħid ta' kampjuni stabbiliti fid-Deciżjoni tal-Kummissjoni 98/179/KE ⁽⁶⁾.
- (5) Huwa xieraq li jiġi żgurat li l-operaturi tan-negozju tal-ikel li japplikaw il-kontrolli mwettqa fil-qafas tal-Artikolu 4 tar-Regolament (KE) Nru 852/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill ⁽⁷⁾ japplikaw proċeduri ta' teħid ta' kampjuni ekwivalenti għall-proċeduri tat-teħid ta' kampjuni previsti minn dan ir-Regolament sabiex jiġi żgurat li l-kampjuni li jittiehdu għal dawk il-kontrolli jkunu kampjuni rappreżentattivi. Barra minn hekk, il-Laboratorju ta' Referenza tal-Unjoni Ewropea għad-Diossini u l-PCBs ipprova evidenza li r-riżultati analitiċi f'ċerti kazijiet mhumiex affidabbli meta l-kriterji tal-prestazzjoni kif provdut f'dan ir-Regolament ma jiġux applikati mil-laboratorji li jwettqu l-analiżi ta' kampjuni mehuda mill-operaturi tan-negozju tal-ikel fil-qafas tal-Artikolu 4 tar-Regolament (KE) Nru 852/2004. Għalhekk huwa xieraq li l-applikazzjoni tal-kriterji tal-prestazzjoni ssir obligatorja wkoll għall-analiżi ta' dawk il-kampjuni.

⁽¹⁾ ĠUL 165, 30.4.2004, p. 1.⁽²⁾ Ir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 tal-Kummissjoni tad-19 ta' Diċembru 2006 li jiffissal-livelli massimi ta' ċerti kontaminanti fl-oġġetti tal-ikel (ĠUL 364, 20.12.2006, p. 5).⁽³⁾ Ir-Rakkomandazzjoni tal-Kummissjoni 2013/711/UE tat-3 ta' Diċembru 2013 dwar it-tnaqqis tal-preżenza ta' diossini, furani u PCBs fl-ġhalf u fl-ikel (ĠUL 323, 4.12.2013, p. 37).⁽⁴⁾ Ir-Regolament tal-Kummissjoni (UE) Nru 589/2014 tat-2 ta' Ġunju 2014 li jistabbilixxi metodi ta' teħid ta' kampjuni u analiżi għall-kontroll tal-livelli ta' diossini, PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel, u li jhassar ir-Regolament (UE) Nru 252/2012 (ĠUL 164, 3.6.2014, p. 18).⁽⁵⁾ Id-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE tad-29 ta' April 1996 dwar miżuri għall-monitoraġġ ta' ċerti sustanzi u residwi tagħhom f'annimali hajjin u prodotti tal-annimali u li thassar id-Direttivi 85/358/KEE u 86/469/KEE u d-Deciżjonijiet 89/187/KEE u 91/664/KEE (ĠUL 125, 23.5.1996, p. 10).⁽⁶⁾ Id-Deciżjoni tal-Kummissjoni 98/179/KE tat-23 ta' Frar 1998 li tistabbilixxi regoli dettaljati dwar it-teħid uffiċjali ta' kampjuni għas-sorveljanza ta' ċerti sustanzi u residwi tagħhom f'annimali hajjin u prodotti tal-annimali (ĠUL 65, 5.3.1998, p. 31).⁽⁷⁾ Ir-Regolament (KE) Nru 852/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tad-29 ta' April 2004 dwar l-iġjene tal-oġġetti tal-ikel (ĠUL 139, 30.4.2004, p. 1).

- (6) Peress li l-metodu tal-użu ta' limitu tad-deċiżjoni biex jiġi żgurat li r-riżultat analitiku jkun oghla mil-livell massimu b'ċerta probabbiltà, kif previst fid-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE ⁽¹⁾, ma għadux japplika għall-analiżi tad-diossini u l-PCBs fl-ikel, huwa xieraq li jithassar dan il-metodu u li jinżamm biss il-metodu tal-inċertezza tal-kejl estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2, li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
- (7) F'konformità mar-rekwiżiti ta' rapportar għall-metodi ta' skrinjar bjoanalitiċi, huwa xieraq li jiġu stipulati wkoll il-metodi fiżikokimiċi użati għall-iskrinjar ta' rekwiżiti speċifiċi ta' rapportar.
- (8) Peress li l-analiżi tad-diossini, tal-PCB simili għad-diossini u tal-PCBs mhux simili għad-diossini f'hafna każijiet jiġu determinati flimkien, huwa xieraq li l-kriterji tal-prestazzjoni għall-PCBs mhux simili għad-diossini jiġu allinjati mal-kriterji tal-prestazzjoni għad-diossini u l-PCBs simili għad-diossini. Din hija simplifikazzjoni, mingħajr bidliet sostanzjali fil-prattika, peress li fil-każ tal-PCBs mhux simili għad-diossini l-intensità relattiva tal-joni kwalifikaturi meta mqabbla ma' tal-joni bersall hija > 50 %.
- (9) Barra minn hekk, hemm diversi modifiki minuri oħrajn proposti għad-dispożizzjonijiet attwali, li jehtieġu li r-Regolament (UE) Nru 589/2014 jithassar u jiġi sostitwit b'Regolament ġdid biex tinżamm il-leggibilità tat-test.
- (10) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament huma skont l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Pjanti, l-Annimali, l-Ikel u l-Għalf,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

Għall-finijiet ta' dan ir-Regolament, għandhom japplikaw id-definizzjonijiet u l-abbrevjazzjonijiet stabbiliti fl-Anness I.

Artikolu 2

It-tehid ta' kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini, furani, PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini fl-oġġetti tal-ikel elenkati fit-Taqsima 5 tal-Anness tar-Regolament (KE) Nru 1881/2006 għandu jsir skont il-metodi stipulati fl-Anness II ta' dan ir-Regolament.

Artikolu 3

Il-preparazzjonijiet u l-analiżi tal-kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini, furani u PCBs simili għad-diossini fl-oġġetti tal-ikel elenkati fit-Taqsima 5 tal-Anness tar-Regolament (KE) Nru 1881/2006 għandhom isiru skont il-metodi stipulati fl-Anness III ta' dan ir-Regolament.

Artikolu 4

L-analiżi għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCB mhux simili għad-diossini fl-oġġetti tal-ikel elenkati fit-Taqsima 5 tal-Anness tar-Regolament (KE) Nru 1881/2006 għandhom isiru skont ir-rekwiżiti għall-proċeduri analitiċi stipulati fl-Anness IV ta' dan ir-Regolament.

Artikolu 5

Ir-Regolament (UE) Nru 589/2014 għandu jiġi mħassar.

Ir-referenzi għar-Regolament imħassar għandhom jiġu interpretati bħala referenzi għal dan ir-Regolament.

⁽¹⁾ Id-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE tal-14 ta' Awwissu 2002 li timplimenta d-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE rigward il-hidma ta' metodi analitiċi u l-interpretazzjoni tar-riżultati (ĠU L 221, 17.8.2002, p. 8).

Artikolu 6

Dan ir-Regolament għandu jidhol fis-seħh fl-20 jum wara dak tal-pubblikazzjoni tiegħu f'*Il-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea*.

Dan ir-Regolament għandu jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

Magħmul fi Brussell, il-5 ta' April 2017.

Għall-Kummissjoni

Il-President

Jean-Claude JUNKER

ANNEX I

DEFINIZZJONIJIET U ABBREVIJAZZJONIJIET

I. DEFINIZZJONIJIET

Għall-finijiet ta' dan ir-Regolament għandhom japplikaw id-definizzjonijiet imniżżla fl-Anness I tad-Deċiżjoni 2002/657/KE.

Flimkien ma' daww id-definizzjonijiet, għall-finijiet ta' dan ir-Regolament għandhom japplikaw id-definizzjonijiet li ġejjin:

- 1.1. "Livell ta' azzjoni" tfisser il-livell ta' sustanza partikolari, kif stabbilit fl-Anness tar-Rakkomandazzjoni 2013/711/UE, li jagħti bidu għal investigazzjonijiet biex jiġi identifikat is-sors ta' dik is-sustanza f'każijiet fejn jinstabu livelli miżjuda tas-sustanza.
- 1.2. "Metodi ta' skrinjar" tfisser metodi użati għall-għażla ta' daww il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini li jaqbzu l-livelli massimi jew il-livelli ta' azzjoni. Dawn għandhom jippermettu volum kbir ta' kampjuni kosteffettivi, u b'hekk iżidu l-probabbiltà li jiġu skoperti każijiet godda fejn esponiment għoli jista' jwassal għal riskji għas-saħħa tal-konsumaturi. Il-metodi ta' skrinjar għandhom ikunu bbażati fuq metodi bjoanalitiċi jew metodi GC-MS. Ir-riżultati minn kampjuni li jaqbzu l-valur ta' limitu stabbilit biex tiġi kkontrollata l-konformità mal-livell massimu għandhom jiġu vverifikati permezz ta' analiżi mill-ġdid shiha mill-kampjun oriġinali permezz ta' metodu konfermatorju.
- 1.3. "Metodi konfermatorji" tfisser metodi li jipprovdu informazzjoni shiha jew kumplimentarja li tippermetti l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni inekwivoka tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini fil-livell massimu jew, f'każ ta' bżonn, fil-livell ta' azzjoni. Dawn il-metodi jużaw kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa b'riżoluzzjoni għolja (GC-HRMS) jew kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa tandem (GC-MS/MS).
- 1.4. "Metodi bjoanalitiċi" tfisser metodi bbażati fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal assaġġi bbażati fuq iċ-ċelloli, assaġġi bir-riċetturi jew immunoassaġġi. Dawn ma jagħtux riżultati fil-livell tal-kongeneri iżda sempliċement jagħtu indikazzjoni ⁽¹⁾ tal-livell TEQ, espress f'Ekwivalenti Bjoanalitiċi (BEQ) biex jiġi rikonoxxut il-fatt li mhux il-komposti kollha preżenti f'estratt ta' kampjun li jipproduċu reazzjoni fit-test jistgħu jissodisfaw ir-reqwiżiti kollha tal-prinċipju TEQ.
- 1.5. "Rkupru apparenti tal-bjoassaġġ" tfisser il-livell BEQ kkalkulat mit-TCDD jew mill-kurva ta' kalibrazzjoni tal-PCB 126 korretta għall-inbjan u mbagħad maqsuma bil-livell tat-TEQ iddeterminat bil-metodu konfermatorju. Dan jipprova jikkoreġi fatturi bħat-telf ta' PCDD/Fs u komposti simili għad-diossini matul il-fażijiet ta' estrazzjoni u ta' tindif, il-komposti koestratti li jzidu jew inaqqsu r-reazzjoni (l-effetti agonistiċi u antagonistiċi), il-kwalità tal-aġġustament tal-kurva, jew id-differenzi bejn il-valuri tat-TEF u tal-REP. L-irkupru apparenti tal-bjoassaġġ huwa kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adatti b'xejriet ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.
- 1.6. "Analiżi duplikata" tfisser analiżi separata tal-analiti ta' interess bl-użu tat-tieni alikwota tal-istess kampjun omogenizzat.
- 1.7. "Limitu speċifiku aċċettat ta' kwantifikazzjoni ⁽²⁾ ta' kongeneru individwali f'kampjun" tfisser l-aktar kontenut baxx tal-analit li jista' jitkejjel b'ċertezza statistika raġonevoli, u jissodisfa l-kriterji ta' identifikazzjoni kif deskritti fi standards rikonoxxuti b'mod internazzjonali, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 ("L-għalf tal-annimali — Id-determinazzjoni ta' diossini u PCBs simili għad-diossini b'GC/HRMS u ta' PCBs indikaturi b'GC/HRMS") u/jew bil-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

Il-limitu ta' kwantifikazzjoni ta' kongeneru individwali jista' jkun identifikat bħala

- (a) il-koncentrazzjoni ta' analit fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi reazzjoni strumentali f'żewġ joni differenti li għandhom jiġu mmonitorjati bi proporzjon S/H (sinjal/hoss) ta' 3:1 għas-sinjal inqas intensiv ta' dejta mhux ipproċessata;

⁽¹⁾ Il-metodi bjoanalitiċi mhumex speċifiċi għal daww il-kongeneri inklużi fl-iskema TEF. Fl-estratt tal-kampjun jista' jkun hemm komposti oħra strutturalment relatati attivi fl-AhR li jikkontribwixxu għar-reazzjoni ġenerali. Għaldaqstant, ir-riżultati bjoanalitiċi ma jistgħux ikunu stima, iżda pjuttost indikazzjoni, tal-livell tat-TEQ fil-kampjun.

⁽²⁾ Il-prinċipji kif deskritti fid-'Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food' (Dokument ta' Gwida dwar l-Istima ta' LOD u LOQ għall-Kejl fil-Qasam tal-Kontaminanti fl-Għalf u fl-Ikel)[link to website] għandhom jiġu segwiti meta applikabbli.

jew, jekk għal raġunijiet tekniċi l-kalkolu tas-sinjal/hoss ma jipprovdix riżultati affidabbli,

- (b) l-aktar punt ta' konċentrazzjoni baxx fuq kurva ta' kalibrazzjoni li jagħti devjazzjoni aċċettabbli ($\leq 30\%$) u konsistenti (imkejla mill-inqas fil-bidu u fit-tmiem ta' serje analitika ta' kampjuni) mill-fattur ta' reazzjoni relattiv medju kkalkulat għall-punti kollha fuq il-kurva ta' kalibrazzjoni f'kull serje ta' kampjuni ⁽¹⁾.

- 1.8. "Livell superjuri" tfisser il-kunċett li jehtieg l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.9. "Livell inferjuri" tfisser il-kunċett li jehtieg l-użu ta' zero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.10. "Livell medju" tfisser il-kunċett li jehtieg l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni b'kalkolu tal-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.11. "Lott" tfisser kwantità identifikabbli ta' ikel ikkonsenjat f'darba u ddeterminat mill-uffiċjal li għandu karatteristiċi komuni, bhall-orijini, il-varjetà, it-tip ta' imballaġġ, l-imballatur, l-ispeditur jew l-immarkar. Fil-każ ta' hut u prodotti tas-sajd, id-daqs tal-hut ukoll għandu jkun komparabbli. F'każ li d-daqs u/jew il-piż tal-hut ma jkunx kumparabbli f'konsenja, il-konsenja xorta tista' titqies bħala lott iżda għandha tiġi applikata proċedura speċifika ta' tehid ta' kampjuni.
- 1.12. "Sublott" tfisser parti magħżula minn lott kbir sabiex jiġi applikat il-metodu ta' tehid ta' kampjuni fuq dik il-parti magħżula. Kull sublott għandu jkun fizikament separat u identifikabbli.
- 1.13. "Kampjun inkrimentali" tfisser kwantità ta' materjal meħuda minn post wiehed fil-lott jew fis-sublott.
- 1.14. "Kampjun aggregat" tfisser it-total shih tal-kampjuni inkrimentali kollha meħuda mil-lott jew mis-sublott.
- 1.15. "Kampjun tal-laboratorju" tfisser parti/kwantità rappreżentattiva tal-kampjun aggregat mahsub għal-laboratorju.

II. ABBREVIJAZZJONIJIET UŻATI

BEQ	Ekwivalenti Bijoanalitiċi
GC	Kromatografija b'fażi gassuża
HRMS	Spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni għolja
LRMS	Spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni baxxa
MS/MS	Spettrometrija ta' massa tandem
PCB	Poliklorobifenil
PCBs mhux simili għad-diossini	PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180
PCDD	Poliklorodibenzo-p-diossini
PCDF	Poliklorodibenzo-furani
QC	Kontroll tal-kwalità
REP	Potenza relattiva
TEF	Fattur ta' Ekwivalenza Tossika
TEQ	Ekwivalenti Tossiċi
TCDD	2,3,7,8-tetraklorodibenzo-p-diossina
U	Inċertezza tal-kejl estiża

⁽¹⁾ Il-LOQ huwa kkalkulat mill-aktar punt ta' konċentrazzjoni baxx filwaqt li jitqies l-irkupru ta' standards interni u t-tehid ta' kampjuni.

ANNEX II

METODI TA' TEHID TA' KAMPJUNI GHALL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TA' DIOSSINI (PCDD/PCDF), TA' PCBs SIMILI GHAD-DIOSSINI U TA' PCBs MHUX SIMILI GHAD-DIOSSINI F'ĊERTI OĠGETTI TAL-IKEL**I. AMBITU**

Il-kampjuni maħsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/Fs), PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini f'oġġetti tal-ikel għandhom jittiehdu skont il-metodi deskritti f'dan l-Anness. Il-kampjuni aggregati miksuba b'dan il-mod għandhom jitqiesu bħala rappreżentattivi tal-lottijiet jew tas-sublottijiet li jittiehdu minnhom. Il-konformità mal-livelli massimi stabbiliti fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 għandha tiġi stabbilita abbażi tal-livelli ddeterminati fil-kampjuni tal-laboratorju.

Sabiex tkun żgurata l-konformità mad-dispożizzjonijiet fl-Artikolu 4 tar-Regolament (KE) Nru 852/2004, meta jittiehdu l-kampjuni biex jiġu kkontrollati l-livelli ta' diossini (PCDD/Fs), ta' PCBs simili għad-diossini u ta' PCBs mhux simili għad-diossini, l-operaturi tan-negozji alimentari għandhom jiehdu l-kampjuni skont il-metodi deskritti fil-Kapitolu III ta' dan l-Anness jew japplikaw proċedura ta' tehid ta' kampjuni ekwivalenti li tkun uriet li għandha l-istess livell ta' rappreżentazzjoni bhall-proċedura ta' tehid ta' kampjuni deskritti fil-Kapitolu III ta' dan l-Anness.

II. DISPOŻIZZJONIJIET ĠENERALI**1. Persunal**

It-tehid ta' kampjuni uffiċjali għandu jsir minn persuna awtorizzata mahtura mill-Istat Membru.

2. Materjal li minnu għandu jittiehed kampjun

Il-kampjuni minn kull lott jew sublott li jridu jiġu eżaminati għandhom jittiehdu b'mod separat.

3. Prekawzjonijiet li għandhom jittiehdu

Waqt il-proċess tat-tehid tal-kampjuni u t-thejjija tal-kampjuni, għandhom jittiehdu l-prekawzjonijiet biex jiġi evitat kull tibdil li jkun jaffettwa l-kontenut ta' diossini u PCBs, jew li jaffettwa b'mod negattiv id-determinazzjoni analitika, jew li jwassal biex il-kampjuni aggregati ma jkunux rappreżentattivi.

4. Kampjuni inkrimentali

Sa fejn hu possibbli, il-kampjuni inkrimentali għandhom jittiehdu minn postijiet differenti mifruxa mal-lott jew mas-sublott kollu. Kull devjazzjoni minn din il-proċedura għandha tiġi rreġistrata fir-registru previst taht il-punt II.8.

5. Thejjija tal-kampjun aggregat

Il-kampjun aggregat għandu jkun magħmul billi jingħaqdu flimkien il-kampjuni inkrimentali. Dan għandu jkun jiżen mill-inqas 1 kg hlief meta dan ma jkunx prattiku, eż. meta jittiehed kampjun minn pakkett wiehed jew meta l-prodott ikollu valur kummerċjali għoli hafna.

6. Kampjuni rreplikati

Il-kampjuni rreplikati għal finijiet ta' infurzar, ta' difiża u ta' referenza għandhom jittiehdu mill-kampjun aggregat omogenizzat, hlief jekk it-tali proċedura tmur kontra r-regoli ta' Stat Membru fir-rigward tad-drittijiet tal-operatur tan-negozju alimentari. Id-daqs tal-kampjuni tal-laboratorju għall-infurzar għandu jkun biżżejjed biex jiġi evitat kwalunkwe tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjun li jista' jsehh waqt it-trasport jew waqt il-ħażna.

7. Imballaġġ u trażmissjoni tal-kampjuni

Kull kampjun għandu jitqiegħed f'kontenitur nadif u inert li joffri protezzjoni adegwata mill-kontaminazzjoni, mit-telf ta' analiti minhabba l-assorbiment mill-ħajt intern tal-kontenitur u kontra l-ħsara li tista' tirriżulta waqt it-trasport. Għandha tittiehed kull prekawzjoni meħtieġa biex jiġi evitat kwalunkwe tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjun li jista' jsehh waqt it-trasport jew waqt il-ħażna.

8. Siġillar u tikkettar tal-kampjuni

Kull kampjun li jittiehed għall-użu uffiċjali għandu jiġi ssiġillat fil-post fejn ikun ittiehed u jiġi identifikat skont ir-regoli tal-Istati Membri.

Għandu jinżamm rekord ta' kull darba li jittiehed kampjun, sabiex kull lott ikun jista' jiġi identifikat minghajr ambigwità, u dan ir-rekord juri d-data u l-post fejn ittiehdu l-kampjuni flimkien ma' kull informazzjoni addizzjonali li x'aktarx tkun ta' għajjnuna għall-analista.

III. PJAN TAT-TEHID TA' KAMPJUNI

Il-metodu applikat ta' tehid ta' kampjuni għandu jiżgura li l-kampjun aggregat ikun rappreżentattiv tal-lott jew tas-sublott li għandhom jiġu kkontrollati.

1. Tqassim ta' lottijiet f'sublottijiet

Il-lottijiet il-kbar għandhom jitqassmu f'sublottijiet bil-kundizzjoni li s-sublott ikun jista' jiġi separat fizikament. Għall-prodotti li huma nnegozjati f'konsenji bl-ingrossa kbar (eż. żjut veġetali) għandha tapplika t-Tabella 1. Għall-prodotti l-oħrajn għandha tapplika t-Tabella 2. Billi l-piż tal-lott mhux dejjem jidhol fih b'mod eżatt il-piż tas-sublottijiet, il-piż tas-sublott jista' jaqbez il-piż imsemmi b'massimu ta' 20 %.

Tabella 1

Subdiviżjoni tal-lottijiet f'sublottijiet għall-prodotti nnegozjati f'konsenji bl-ingrossa

Piż tal-lott (ftunnellati)	Piż jew għadd ta' sublottijiet
$\geq 1\ 500$	500 tunnellata
> 300 u $< 1\ 500$	3 sublottijiet
≥ 50 u ≤ 300	100 tunnellata
< 50	—

Tabella 2

Subdiviżjoni tal-lottijiet f'sublottijiet għal prodotti oħra

Piż tal-lott (ftunnellati)	Piż jew għadd ta' sublottijiet
≥ 15	15–30 tunnellata
< 15	—

2. Għadd ta' kampjuni inkrimentali

Il-kampjun aggregat li jgħaqqad il-kampjuni inkrimentali kollha għandu jkun ta' mill-inqas 1 kg (ara l-punt II.5).

L-għadd minimu ta' kampjuni inkrimentali li għandhom jittiehdu mil-lott jew mis-sublott għandu jkun kif indikat fit-Tabelli 3 u 4.

Fil-każ ta' prodotti likwidi bl-ingrossa, il-lott jew is-sublott għandhom jithalltu tajjeb kemm hu possibbli u sakemm ma tiġix affettwata l-kwalità tal-prodott, jew b'mezzi manwali jew b'mezzi mekkanici immedjatament qabel it-tehid tal-kampjun. F'dak il-każ, wiehed jassumi li d-distribuzzjoni tal-kontaminanti flott jew f'sublott partikolari tkun omogenja. Għaldaqstant, huwa biżżejjed li jittiehdu tliet kampjuni inkrimentali minn lott jew minn sublott biex jiffurmaw il-kampjun aggregat.

Il-kampjuni inkrimentali għandhom ikunu simili fil-piż. Il-piż ta' kampjun inkrimentali għandu jkun ta' mill-inqas 100 gramma.

Kull devjazzjoni minn din il-proċedura għandha tiġi rreġistrata fir-reġistru previst taħt il-punt II.8 ta' dan l-Anness. Skont id-dispożizzjonijiet tad-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 97/747/KE ⁽¹⁾, id-daqs tal-kampjun aggregat għall-bajd tat-tiġieġ huwa ta' mill-inqas 12-il bajda (għal lottijiet bl-ingrossa kif ukoll għal lottijiet li jkunu jikkonsistu minn pakketti individwali, għandhom japplikaw it-Tabelli 3 u 4).

Tabella 3

Numru minimu ta' kampjuni inkrimentali li għandu jittiehed mil-lott jew mis-sublott

Piż jew volum tal-lott/tas-sublott (f'kilogrammi jew flitri)	Għadd minimu ta' kampjuni inkrimentali li għandu jittiehed
< 50	3
50 sa 500	5
> 500	10

Jekk il-lott jew is-sublott ikun magħmul minn pakketti jew unitajiet individwali, l-għadd ta' pakketti jew ta unitajiet li għandu jittiehed biex jifforma l-kampjun aggregat, jidher fit-Tabella 4.

Tabella 4

L-għadd ta' pakketti jew ta' unitajiet (kampjuni inkrimentali) li għandu jittiehed biex jiġi fformat il-kampjun aggregat jekk il-lott jew is-sublott ikun magħmul minn pakketti jew unitajiet individwali

L-għadd ta' pakketti jew ta' unitajiet fil-lott/fis-sublott	L-għadd ta' pakketti jew ta' unitajiet li għandu jittiehed
1 sa 25	mill-inqas pakkett wiehed jew unità waħda
26 sa 100	madwar 5 %, mill-inqas 2 pakketti jew unitajiet
> 100	madwar 5 %, massimu ta' 10 pakketti jew unitajiet

3. Dispożizzjonijiet speċifiċi għat-tehid ta' kampjuni ta' lottijiet li jkun fihom hut shih ta' daqs u piż kumparabbli

Il-hut jitqies li jkun ta' daqs u piż kumparabbli f'każ li d-differenza fid-daqs u fil-piż ma tkunx taqbeż madwar 50 %.

L-għadd ta' kampjuni inkrimentali li għandu jittiehed mil-lott huwa ddefinit fit-Tabella 3. Il-kampjun aggregat li jgħaqqad il-kampjuni inkrimentali kollha għandu jkun ta' mill-inqas 1 kg (ara l-punt II.5).

— F'każ li l-lott li minnu għandu jittiehed il-kampjun ikollu fih hut żgħir (hut individwali li jiżen < madwar 1 kg), il-huta shiha tittiehed bhala kampjun inkrimentali biex tiffurma l-kampjun aggregat. F'każ li l-kampjun aggregat li jirriżulta jiżen aktar minn 3 kg, il-kampjuni inkrimentali jistgħu jikkonsistu mill-parti tan-nofs, li kull waħda tiżen mill-inqas 100 gramma, tal-hut li jifforma l-kampjun aggregat. Il-parti shiha li għaliha japplika l-livell massimu, tintuża għall-omoġenizzazzjoni tal-kampjun.

Il-parti tan-nofs tal-huta hija dik fejn jinsab iċ-ċentru ta' gravità. Fil-biċċa l-kbira tal-każijiet dan jinsab fix-xewka tad-dahar (f'każ li l-huta jkollha xewka tad-dahar) jew fin-nofs bejn il-fetha tal-gargi u l-anus.

— F'każ li l-lott li għandu jittiehed kampjun minnu jkollu fih hut ikbar (hut individwali li jiżen aktar minn bejn wiehed u iehor 1 kg), il-kampjun inkrimentali jikkonsisti mill-parti tan-nofs tal-hut. Kull kampjun inkrimentali jiżen mill-inqas 100 gramma.

Għal hut ta' daqs intermedju (madwar 1–6 kg) il-kampjun inkrimentali jittiehed bhala biċċa huta maqtugħa mis-sinsla saż-zaqq fil-parti tan-nofs tal-huta.

⁽¹⁾ Id-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 97/747/KE tas-27 ta' Ottubru 1997 li tiffissal-livelli u l-frekwenzi tat-tehid tal-kampjuni provduti fid-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE sabiex jiġu monitorjati ċerti sustanzi u l-fdalijiet tagħhom f'ċerti prodotti mill-annimali (GU L 303, 6.11.1997, p. 12).

Għall-hut kbir hafna (eż bejn wiehied u iehor > 6 kg), il-parti inkriminali tittiehed mill-parti leminja (aspett frontali) tal-laħam mill-muskolu dorso-laterali fil-parti ċentrali tal-huta. Meta t-tehid ta' tali biċċa tal-parti tan-nofs tal-huta tkun tirriżulta fi ħsara ekonomika sinifikattiva, jista' jiġi kkunsidrat it-tehid ta' tliet kampjuni inkriminali ta' mill-inqas 350 gramma kull wiehied, meqjusa bħala suffiċjenti indipendentament mid-daqs tal-lott, jew alternattivament jistgħu jittiehdu parti ugwali mil-laħam muskolat qrib il-parti tad-denb u mil-laħam muskolat qrib il-parti tar-ras ta' huta wahda biex dawn jiffurmaw parti mill-kampjun inkriminali li jkun rappreżentattiv għal-livell tad-diossini fil-huta shiha.

4. Tehid ta' kampjuni minn lottijiet ta' hut li fihom hut shih ta' daqsijiet u/jew piżijiet differenti

- Fir-rigward tal-kostituzzjoni tal-kampjun għandhom japplikaw id-dispożizzjonijiet tal-punt III.3.
- F'każ li klassi/kategorija ta' daqs jew ta' piż tkun predominanti (madwar 80 % jew aktar tal-lott), il-kampjun jittiehed minn hut li għandu d-daqs jew il-piż predominanti. Dan il-kampjun għandu jitqies bħala rappreżentattiv għal-lott kollu.
- F'każ li l-ebda klassi/kategorija partikolari ta' daqs jew ta' piż ma tkun predominanti, għandu jiġi żgurat li l-hut magħżul għall-kampjun ikun rappreżentattiv tal-lott. Għal każijiet bħal dawn hemm gwida speċifika fil-“Guidance document on sampling of whole fishes of different size and/or weight” (Dokument ta' gwida dwar it-tehid ta' kampjuni ta' hut shih ta' daqsijiet u/jew piżijiet differenti) ⁽²⁾.

5. Tehid ta' kampjuni fl-istadju tal-bejgh bl-imnut

Meta jkun possibbli, it-tehid ta' kampjuni tal-oġġetti tal-ikel fl-istadju tal-bejgh bl-imnut għandu jsir skont id-dispożizzjonijiet għat-tehid ta' kampjuni stipulati fil-punt III.2.

Meta dan ma jkunx possibbli, jista' jintuża metodu alternattiv ta' tehid ta' kampjuni fl-istadju tal-bejgh bl-imnut, bil-kundizzjoni li dan jiżgura rappreżentanza suffiċjenti tal-lott jew tas-sublott li minnu jittiehed il-kampjun.

IV. KONFORMITÀ TAL-LOTT MAL-ISPEĊIFIKAZZJONI

1. Fir-rigward ta' PCBS mhux simili għad-diossini

Il-lott ikun konformi jekk ir-riżultat analitiku għas-somma ta' PCBs mhux simili għad-diossini ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv, kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża ⁽³⁾.

Il-lott ikun nonkonformi mal-livell massimu kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 jekk il-medja taż-żewġ riżultati analitiċi tal-livell superjuri miksuba minn analiżi duplikata ⁽⁴⁾, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża, taqbeż il-livell massimu mingħajr ebda dubju raġonevoli.

L-inċertezza tal-kejl estiża hija kkalkulata bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lott ikun nonkonformi jekk il-medja tal-valuri mkejla meta tnaqqas minnha l-inċertezza estiża tal-medja hija 'l fuq mil-livell massimu stabbilit.

Ir-regoli, imsemmija fil-paragrafi hawn fuq taħt dan il-punt għandhom japplikaw għar-riżultat analitiku li jinkiseb fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal finijiet ta' difiża jew ta' referenza, japplikaw ir-regoli nazzjonali.

2. Fir-rigward tad-diossini (PCDD/Fs) u tal-PCBS simili għad-diossini

Il-lott ikun konformi jekk ir-riżultat ta' analiżi wahda

- li tkun saret permezz ta' metodu ta' skrinjar b'rata ta' konformità falza inqas minn 5 %, jindika li l-livell ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv tal-PCDD/Fs u s-somma tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006;

⁽²⁾ https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_catalogue_dioxins_guidancesampling_exemples-dec2006_en.pdf

⁽³⁾ Il-prinċipji kif deskritti fid- “Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry” (Dokument ta' Gwida dwar l-Inċertezza tal-Kejl għal Laboratorji li jkunu qed iwettqu Analizi ta' PCDD/F u PCB bl-użu ta' Dilwizzjoni ta' Isotopi bi Spettrometrija ta' Massa) [link to website] għandhom jiġu segwiti fejn japplikaw.

⁽⁴⁾ L-analiżi duplikata tkun neċessarja jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni jkun nonkonformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja sabiex tiġi eskluża l-possibiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata interna jew ta' tahlita aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analiżi ssir waqt incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analiżi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi jkunu marbuta permezz tat-traċċabbiltà mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell li jinsab ikun b'mod sinifikanti oghla mil-livell massimu.

— li tkun saret permezz ta' metodu konfermatorju, ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża ⁽⁵⁾.

Għal assaġġi ta' skrinjar għandu jiġi stabbilit valur ta' limitu għad-deċiżjoni dwar il-konformità mal-livelli massimi rispettivi stabbiliti jew għall-PCDD/Fs jew għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini.

Il-lott ikun nonkonformi mal-livell massimu kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 jekk il-medja taż-żewġ riżultati analitiċi tal-livell superjuri (analizi duplikata ⁽⁶⁾) miksuba bl-użu ta' metodu konfermatorju, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża, taqbeż il-livell massimu mingħajr ebda dubju raġonevoli.

L-inċertezza tal-kejl estiża hija kkalkulata bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lott ikun nonkonformi jekk il-medja tal-valuri mkejla bl-inċertezza estiża tal-medja mnaqqsa tkun 'il fuq mil-livell massimu stabbilit.

Is-somma tal-inċertezzi estiżi stmata tar-riżultati analitiċi separati ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini għandha tintuża għall-inċertezza estiża stmata tas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini,

Ir-regoli, imsemmija fil-paragrafi hawn fuq taht dan il-punt, għandhom japplikaw għar-riżultat analitiku miksub fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analizi għal finijiet ta' difiża jew ta' referenza, japplikaw ir-regoli nazzjonali.

V. IL-QBIŻ TAL-LIVELLI TA' AZZJONI

Il-livelli ta' azzjoni jservu ta' għodda biex jintgħażlu l-kampjuni f'dawk il-każijiet fejn jixraq li jiġi identifikat sors ta' kontaminazzjoni u li jittiehdu miżuri għat-tnaqqis jew għat-tnehhija tiegħu. Il-metodi ta' skrinjar għandhom jistabbilixxu l-valuri ta' limitu xierqa għall-għażla ta' dawk il-kampjuni. F'każ li jkun mehtieġa sforzi sinifikanti biex jiġi identifikat is-sors u biex titnaqqas jew titneħħa l-kontaminazzjoni, jista' jkun il-każ li l-qbiż tal-livell ta' azzjoni jiġi kkonfermat b'analizi duplikata bl-użu ta' metodu konfermatorju u billi titqies l-inċertezza tal-kejl estiża ⁽⁷⁾.

⁽⁵⁾ Dokument ta' Gwida dwar l-Inċertezza tal-Kejl għal Laboratorji li jkunu qed iwettqu Analizi ta' PCDD/F u PCB bl-użu ta' Dilwizzjoni ta' Isotopi bi Spettrometrija ta' Massa [link to website], Dokument ta' Gwida dwar l-Istima ta' LOD u LOQ għall-Kejl fil-Qasam tal-Kontaminanti fl-Għalf u l-Ikel [link to website].

⁽⁶⁾ L-analizi duplikata tkun neċessarja jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni bl-applikazzjoni ta' metodi konfermatorji bl-użu ta' standard intern tat-tikketta ¹³C għall-analiti rilevanti jkun nonkonformi. L-analizi duplikata hija neċessarja sabiex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata interna jew xi tahlita aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analizi ssir waqt inċident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżula għall-analizi jkunu konnessi permezz tat-traċċabbiltà mal-inċident ta' kontaminazzjoni u mal-livell misjub huwa b'mod sinifikanti oghla mil-livell massimu.

⁽⁷⁾ Spjegazzjoni u rekwiżiti identici għal analizi duplikata għall-kontroll ta' livelli ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota 6 f'qiegħ il-paġna għal-livelli massimi.

ANNEX III

THEJJJA TAL-KAMPJUNI U REKWIZITI GHALL-METODI TA' ANALIŻI LI JINTUŻAW FIL-KONTROLL TAL-LIVELLI TAD-DIOSSINI (PCDD/Fs) U TAL-PCBS SIMILI GHAD-DIOSSINI F'ĊERTI OĠĠETTI TAL-IKEL**1. KAMP TA' APPLIKAZZJONI**

Ir-rekwiziti stabbiliti f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-oġġetti tal-ikel jiġu analizzati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' 2,3,7,8-poliklorodibenzo-p-diossini u poliklorodibenzofurani (PCDD/Fs) u poliklorobifenili simili għad-diossini (PCBs simili għad-diossini) sostitwiti, u fir-rigward tat-thejjja ta' kampjuni u r-rekwiziti analitiċi għal finijiet regolatorji oħra, inklużi l-kontrolli li jwettaq l-operatur tan-negozju alimentari sabiex tiġi żgurata l-konformità mad-dispożizzjonijiet fl-Artikolu 4 tar-Regolament (KE) Nru 852/2004.

Il-monitoraġġ għall-preżenza ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini fl-oġġetti tal-ikel jista' jsir b'żewġ tipi differenti ta' metodi analitiċi:

(a) Metodi ta' skrinjar

L-għan tal-metodi ta' skrinjar huwa li jintgħażlu dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini li jaqbu l-livelli massimi jew il-livelli ta' azzjoni. Il-metodi ta' skrinjar għandhom jiżguraw volum kbir ta' kampjuni kosteffettivi, u b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda fejn esponiment għoli jista' jwassal għal riskji tas-saħħa għall-konsumaturi. L-applikazzjoni tagħhom għandha l-għan li jiġu evitati riżultati ta' konformità falza. Dawn jistgħu jinkludu metodi bijoanalitiċi u ta' GC-MS.

Il-metodi ta' skrinjar iqabblu r-riżultat analitiku ma' valur ta' limitu, billi jipprovdu deċiżjoni ta' iva/le dwar il-possibbiltà ta' qbiż tal-livell massimu jew tal-livell ta' azzjoni. Il-konċentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini f'kampjuni suspettati li huma nonkonformi mal-livell massimu għandha tiġi ddeterminata jew ikkonfermata b'metodu konfermatorju.

Barra minn hekk, il-metodi ta' skrinjar jistgħu jagħtu indikazzjoni tal-livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini preżenti fil-kampjun. F'każ li jiġu applikati metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi, ir-riżultat jiġi espress b'ħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ), filwaqt li jekk jiġu applikati metodi GC-MS fiżiko-kimiċi dan jiġi espress b'ħala Ekwivalenti Tossiċi (TEQ). Ir-riżultati tal-metodi ta' skrinjar indikati numerikament huma adattati biex tintwera l-konformità jew is-suspett ta' nonkonformità jew il-qbiż tal-livelli ta' azzjoni u jagħtu indikazzjoni tal-medda ta' livelli f'każ ta' segwitu permezz ta' metodi konfermatorji. Dawn mhumix adatti għal finijiet b'ħall-evalwazzjoni tal-livelli ta' sfond, l-istima tat-tehid, is-segwitu tax-xejriet matul iż-żminijiet fil-livelli jew l-evalwazzjoni mill-ġdid tal-livelli ta' azzjoni jew tal-livelli massimi.

(b) Metodi konfermatorji

Il-metodi konfermatorji jippermettu l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni inekwivoki ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini preżenti f'kampjun u jipprovdu l-informazzjoni kollha fuq bażi kongenera. Għaldaqstant, dawn il-metodi jippermettu l-kontroll tal-livelli massimi u ta' azzjoni, inkluża l-konferma tar-riżultati li jinkisbu permezz tal-metodi ta' skrinjar. Barra minn hekk, ir-riżultati jistgħu jintużaw għal għanijiet oħra b'ħad-determinazzjoni ta' livelli ta' sfond baxxi fil-monitoraġġ tal-ikel, is-segwitu tax-xejriet matul iż-żminijiet, il-valutazzjoni tal-esponiment tal-popolazzjoni u biex tinholq bażi tad-dejta għall-possibbiltà tar-rievalwazzjoni tal-livelli massimi u l-livelli ta' azzjoni. Dawn huma importanti wkoll biex jiġu stabbiliti l-profil tal-kongeneri sabiex jiġi identifikat is-sors f'każ ta' kontaminazzjoni. Dawn il-metodi jużaw il-GC-HRMS. Jistgħu jintużaw ukoll il-GC-MS/MS għall-konferma tal-konformità jew tan-nonkonformità mal-livell massimu.

2. SFOND

Sabiex jiġu kkalkulati l-konċentrazzjonijiet ta' TEQ, il-konċentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu multiplikati bit-TEF rispettiv tagħhom, kif stabbilit mill-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa u kif elenkat fl-Appendiċi ta' dan l-Anness, u sussegwentement jingħaddu biex jinkiseb it-total tal-konċentrazzjoni tal-komposti simili għad-diossini espressi b'ħala TEQs.

Il-metodi konfermatorji u ta' skrinjar jistgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerta matriċi jekk il-metodi jkun sensittivi biżżejjed li jindividwaw il-livelli b'mod affidabbli fil-livell massimu jew fil-livell ta' azzjoni.

3. REKWIŻITI TA' GARANZIJA TAL-KWALITÀ

- Għandhom jittiehdu miżuri sabiex tiġi evitata l-kontaminazzjoni kroċjata f'kull stadju tal-proċedura tat-tehid ta' kampjuni u tal-analiżi.
- Il-kampjuni għandhom jinhażnu u jingarru f'kontenituri tal-ħġieġ, tal-aluminju, tal-polipropilen jew tal-poliutilen adattati għall-ħżin mingħajr ma jaffettwaw il-livelli ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini fil-kampjuni. It-traċċi tat-trab tal-karti għandhom jitnehhew mill-kontenitur tal-kampjuni.
- Il-ħażna u l-ġarr tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li tinżamm l-integrità tal-kampjun tal-oġġett tal-ikel.
- Sa fejn huwa rilevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun mithun fin u mħallat bl-użu ta' proċess li jkun wera li jwassal għal omogenizzazzjoni totali (eż. thin sabiex jgħaddi minn 60 għarbiel ta' 1 mm); il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel it-thin jekk il-kontenut tal-indewwa jkun għoli wisq.
- Il-kontroll ta' reagenti, oġġetti tal-ħġieġ u tagħmir għall-possibbiltà li jiġu influwenzati r-risultati bbażati fuq it-TEQ jew il-BEQ huwa ta' importanza ġenerali.
- Għandha ssir analiżi inbjank billi ssir il-proċedura analitika shiha filwaqt li jithalla barra l-kampjun biss.
- Għall-metodi bijoanalitiċi, huwa ta' importanza kbira li l-oġġetti tal-ħġieġ u s-solventi kollha li jintużaw fl-analiżi għandhom jiġu ttestjati biex jintwera li huma hielsa minn komposti li jfixxlu s-sejba tal-komposti fil-mira fil-medda tal-hidma. L-oġġetti tal-ħġieġ għandhom jitlethalhu b'solventi jew/u jissahhnu għal temperaturi adattati biex jitnehhew it-traċċi ta' PCDD/Fs, il-komposti simili għad-diossini u l-komposti ta' tfixkil mis-superfície tagħhom.
- Il-kwantità tal-kampjun li jintuża għall-estrazzjoni għandha tkun biżżejjed biex jiġu ssodisfati r-rekwiżiti fir-rigward tal-medda ta' hidma baxxa biżżejjed inklużi l-koncentrazzjonijiet tal-livelli massimi jew il-livelli ta' azzjoni.
- Il-proċeduri speċifiċi għall-preparazzjoni tal-kampjun li jintużaw għall-prodotti inkwistjoni għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati fuq livell internazzjonali.
- Fil-każ tal-hut, il-ġilda għandha titneħħa billi l-livell massimu japplika għal-laħam tal-muskoli mingħajr ġilda. Madankollu, jehtieġ li l-fdalijiet kollha tal-laħam immuskolat u tat-tessut tax-xaħam li jinsabu fuq il-parti ta' ġewwa tal-ġilda jitnehhew bil-galbu u kompletament mill-ġilda u jinżiedu mal-kampjun li jrid jiġi analizzat.

4. REKWIŻITI GĦAL-LABORATORJI

- B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korpi rikonoxxuti li jopera skont il-Gwida ISO 58 biex ikun żgur li dawn qegħdin japplikaw l-assigurazzjoni tal-kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati billi jiġi segwit l-istandard EN ISO/IEC 17025. Il-prinċipji kif deskritti fil-Linji Gwida Tekniċi għall-istima tal-inċertezza tal-kejl u l-limiti ta' kwantifikazzjoni għall-analiżi ta' PCDD/Fs u PCBs għandhom jiġu segwiti fejn applikabbli ⁽¹⁾.
- Il-proficienza tal-laboratorju għandha tintwera permezz tal-partecipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini fil-matrici tal-ikel u fil-firxiet ta' koncentrazzjoni rilevanti.
- Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontroll ta' rutina tal-kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib mal-laboratorji li japplikaw metodu konfermatorju, kemm għall-kontroll tal-kwalità kif ukoll għall-konferma tar-risultati analitiku tal-kampjuni suspetti.

5. REKWIŻITI BAŻIĊI LI GĦANDHOM JIĠU SSODISFATI BIL-PROĊEDURA ANALITIKA GĦAD-DIOSSINI (PCDD/Fs) U PCBs SIMILI GĦAD-DIOSSINI

5.1. Medda ta' hidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni

- Fir-rigward tal-PCDD/Fs, il-kwantitajiet li jistgħu jiġu individwati għandhom ikunu fil-medda tal-femtogrammi superjuri (10^{-15} g) minhabba t-tossicità estrema ta' whud minn dawn il-komposti. Għall-biċċa l-kbira tal-konġeneri tal-PCBs il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogrammi (10^{-9} g) diġà huwa biżżejjed. Madankollu, għall-kejl tal-konġeneri tal-PCBs simili għad-diossini l-aktar tossiċi (b'mod partikolari l-konġeneri nonortosostitwiti), il-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma għandu jilhaq il-livelli tal-pikogrammi inferjuri (10^{-12} g).

⁽¹⁾ Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry [link to website], (Dokument ta' Gwida dwar l-Inċertezza tal-Kejl għal Laboratorji li jkunu qed iwettqu Analizi ta' PCDD/Fs u PCBs bl-użu ta' Dilwizzjoni ta' Isotopi bi Spettrometrija ta' Massa), Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food [link to website] (Dokument ta' Gwida dwar l-Istima ta' LOD u LOQ għall-Kejl fil-Qasam tal-Kontaminanti fl-Għalf u l-Ikel) ()

5.2. Għażla għolja (specificità)

- Jehtieg li ssir distinzjoni bejn PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini u għadd kbir ta' komposti oħra koestratti u li possibbilment jinterferixxu li jkunu preżenti f'koncentrazzjonijiet ta' daqs ferm akbar minn daww tal-analiti ta' interess. Għall-metodi ta' kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa (GC/MS), jehtieg li ssir differenzjazzjoni fost diversi kongeneri, pereżempju bejn il-kongeneri tossiċi (eż. is-sbatax-il PCDD/F sostitwiti fil-pożizzjoni 2,3,7,8 u t-tnaix-il PCB simili għad-diossini) u kongeneri oħra.
- Il-metodi bijoanalitiċi għandhom ikunu kapaċi jindividwaw il-komposti fil-mira fl-ghamla tas-somma tal-PCDD/Fs, u/jew tal-PCBs simili għad-diossini. It-tindif tal-kampjun għandu jimmira li jneħhi l-komposti li jikkawżaw riżultati ta' nonkonformità falza jew il-komposti li jistgħu jnaqqsu r-reazzjoni, u b'hekk jikkawżaw riżultati ta' konformità falza.

5.3. Akkuratezza kbira (eżattezza u preċiżjoni, rkupru apparenti bjoassaġġ)

- Għall-metodi GC/MS, id-determinazzjoni għandha tipprovdi stima valida tal-koncentrazzjoni reali f'kampjun. Akkuratezza kbira (akkuratezza tal-kejl: il-grubija tal-qbil bejn ir-riżultat tal-kejl mal-valur, reali jew assenjat, tal-kwantità li trid titkejjel) biex jiġi evitat li r-riżultat ta' analiżi tal-kampjun jiġi rrifjutat abbażi ta' dipendenza mhux rakkomandabbli tal-valur TEQ iddeterminat. L-akkuratezza hija espressa bħala eżattezza (id-differenza bejn il-valur medju mkejje għal analit f'materjal iċċertifikat u l-valur iċċertifikat tiegħu, li huwa espress bħala perċentwal ta' dan il-valur) u preċiżjoni (id-devjazzjoni standard relattiva RSD_R ikkalkolata mir-riżultati ġenerati f'kundizzjonijiet ta' riproduċibilità).
- Għall-metodi bijoanalitiċi, għandu jiġi ddeterminat l-irkupru apparenti tal-bjoassaġġ.

5.4. Il-validazzjoni fil-medda tal-livell massimu u ġenerali tal-miżuri tal-kontroll tal-kwalità

- Il-laboratorji għandhom juru r-rendiment ta' metodu fil-medda tal-livell massimu, eż. 0,5x, 1x u 2x il-livell massimu b'koeffiċjenti aċċettabbli ta' varjazzjoni għal analiżi ripetuta, matul il-proċedura ta' validazzjoni u/jew matul l-analiżi ta' rutina.
- Bħala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità, għandhom jitwettqu kontrolli inbjank regolari u esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll (preferibbilment, jekk ikun hemm, materjal iċċertifikat ta' referenza). Għandhom jiġu rreġistrati u ċċekkati it-tabelli għall-kontroll tal-kwalità tal-kontrolli inbjank, tal-esperimenti miżjuda jew tal-analiżi tal-kontroll tal-kampjuni biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti.

5.5. Limitu ta' kwantifikazzjoni

- Għal metodu ta' skrinjar bjoanalitiku, mhuwix indispensabbli li jiġi stabbilit LOQ iżda l-metodu għandu juri li jista' jiddistingwi bejn il-valur inbjank u dak ta' limitu. Meta jingħata l-livell BEQ, għandu jiġi stabbilit livell ta' rappurtar għat-trattament ta' kampjuni li juru reazzjoni taħt dan il-livell. Għandu jintwera li l-livell ta' rappurtar hu differenti mill-kampjuni inbjank tal-proċedura mill-inqas b'fattur ta' tlieta, b'reazzjoni taħt il-medda ta' hidma. Għaldaqstant, dan għandu jiġi kkalkulat minn kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu mehtieg, u mhux minn proporzjon S/H jew test inbjank.
- Il-limitu ta' kwantifikazzjoni (LOQ) għal metodu konfermatorju għandu jkun ta' madwar għoxrin fil-mija tal-livell massimu.

5.6. Kriterji analitiċi

- Għal riżultati affidabbli minn metodi konfermatorji jew ta' skrinjar, il-kriterji li ġejjin għandhom jiġu ssodisfati fil-medda tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni għall-valur TEQ u l-valur BEQ rispettivament, kemm jekk iddeterminat bħala TEQ totali jew BEQ totali (bħala somma tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini) jew separatament għal PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini.

	Skrinjar b'metodi bijoanalitiċi jew fiżi-kokimiċi	Metodi konfermatorji
Rata ta' konformità falza (*)	< 5 %	
Eżattezza		- 20 % sa + 20 %

	Skrinjar b'metodi bijoanalitiċi jew fiżi-kokimiċi	Metodi konfermatorji
Ripetibbiltà (RSD _r)	< 20 %	
Preciżjoni intermedja (RSD _r)	< 25 %	< 15 %

(*) Fir-rigward tal-livelli massimi.

5.7. Ir-rekwiżiti speċifiċi għall-metodi ta' skrinjar

- Għall-iskrinjar jistgħu jintużaw kemm il-metodi GC-MS kif ukoll dawk bijoanalitiċi. Għall-metodi GC/MS għandhom jintużaw ir-rekwiżiti stabbiliti fil-punt 6. Għall-metodi bijoanalitiċi bbażati fuq iċ-ċelloli hemm stipulati rekwiżiti speċifiċi fil-punt 7.
- Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontrolli ta' rutina tal-kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodu konfermatorju.
- Il-verifika tar-rendiment tal-metodu ta' skrinjar hija meħtieġa matul l-analiżi ta' rutina, b'kontroll tal-kwalità tal-analiżi u b'validazzjoni kontinwa tal-metodu. Għandu jkun hemm programm kontinwu għall-kontroll ta' riżultati konformi.
- Kontroll tas-soppressjoni potenzjali tar-reazzjoni ċellulari u ċ-ċitotossicità

20 % tal-estratti tal-kampjuni għandhom jitkejlu fi skrinjar ta' rutina biż-żieda ta' TCDD u mingħajrha, b'konformità mal-livell massimu jew mal-livell ta' azzjoni, biex jiġi vverifikat jekk ir-reazzjoni tistax tkun imħassra minn sustanzi ta' tfixkil li jinsabu fl-estratt tal-kampjun. Il-konċentrazzjoni mkejla tal-kampjun miżjud titqabbel mas-somma tal-konċentrazzjoni tal-estratt mhux miżjud flimkien mal-konċentrazzjoni miżjuda. Jekk din il-konċentrazzjoni mkejla tkun inqas minn 25 % tal-konċentrazzjoni kkalkolata (is-somma), dan jindika li s-sinjal potenzjali seta' thassar, u l-kampjun rispettiv għandu jintbagħat għall-analiżi konfermatorja. Ir-riżultati għandhom jiġu mmonitorjati f'tabelli ta' kontroll tal-kwalità.

- Il-kontroll tal-kwalità fuq kampjuni konformi

Għandhom jiġu kkonfermati bejn 2 % sa 10 % tal-kampjuni konformi, skont il-matriċi tal-kampjuni u l-esperjenza tal-laboratorju.

- Id-determinazzjoni tar-rati ta' konformità falza mid-dejta tal-QC

Għandha tiġi ddeterminata r-rata tar-riżultati ta' konformità falza mill-iskrinjar ta' kampjuni inqas u oghla mil-livell massimu jew mil-livell ta' azzjoni. Ir-rati reali ta' konformità falza għandhom ikunu inqas minn 5 %.

Wara li l-kontroll tal-kwalità tal-kampjuni konformi juri minimu ta' 20 riżultat ikkonfermat għal kull matriċi jew grupp ta' matriċi, il-konkluzjonijiet dwar ir-rata ta' konformità falza jistgħu jifasslu minn din il-bażi tad-dejta. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fi provi interlaboratorji jew waqt incidenti ta' kontaminazzjoni li jkopru sa medda ta' konċentrazzjoni ta' eż. 2x il-livell massimu (ML), jistgħu wkoll jiġu inklużi fil-minimu ta' 20 riżultat għall-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profil tal-kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrappreżentaw diversi sorsi.

Għalkemm it-testijiet ta' skrinjar għandhom bi preferenza jimmiraw li jindividwaw kampjuni li jaqbzu l-livell ta' azzjoni, il-kriterju għad-determinazzjoni tar-rati ta' konformità falza huwa l-livell massimu, filwaqt li titqies l-incertezza tal-kejl estiza tal-metodu konfermatorju.

- Ir-riżultati tal-iskrinjar li jkunu potenzjalment nonkonformi għandhom dejjem jiġu vverifikati permezz ta' analiżi mill-ġdid shiha tal-kampjun oriġinali permezz ta' metodu konfermatorju. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tiġi evalwata r-rata ta' riżultati ta' nonkonformità falza. Għall-metodi ta' skrinjar, ir-rata ta' riżultati ta' nonkonformità falza hija l-frazzjoni tar-riżultati kkonfermati li huma konformi minn analiżi konfermatorja, filwaqt li fi skrinjar preċedenti l-kampjun kien gie ddikjarat li hu suspettat bħala nonkonformi. Madankollu, l-evalwazzjoni ta' kemm hu vantaġġuż il-metodu ta' skrinjar għandha tkun imsejsa fuq it-tqabbil tal-kampjuni ta' nonkonformità falza mal-ghadd totali ta' kampjuni kkontrollati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed biex jibqa' vantaġġuż l-użu ta' għodda ta' skrinjar.

- Il-metodi bijoanalitiċi għandhom jagħtu indikazzjoni valida tal-livell tat-TEQ, ikkalkulat u espress bħala BEQ, tal-anqas taht il-kundizzjonijiet ta' validazzjoni.
- Anki għall-metodi bijoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ta' ripetibbiltà, l-RSD_r intralaboratorju tkun tipikament iżgħar mill-RSD_R tar-riproduċibilità.

6. REKWIŻITI SPECIFIĊI GĦAL METODI GC-MS LI GĦANDHOM JIĠU SSODISFATI GĦAL RAĠUNIJET TA' KONFERMA U TA' SKRINJAR

6.1. **Id-differenzi aċċettabbli bejn il-livelli WHO-TEQ superjuri u inferjuri**

- Id-differenza bejn il-livell superjuri u l-livell inferjuri ma għandhiex taqbeż l-20 % għall-konferma tal-qbiż tal-livell massimu, jew f'każ ta' bżonn, tal-livell ta' azzjoni.

6.2. **Kontroll tal-irkupri**

- Iż-żieda tal-istandards PCDD/F interni sostitwiti għal 2,3,7,8-kloru ttikkettati ¹³C u tal-istandards interni ta' PCB simili għad-diossini ttikkettati ¹³C għandha ssir fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tiġi vvalidata l-proċedura analitika. Tal-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi tetra sa ottaklorinati għall-PCDD/Fs u tal-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi għall-PCBs simili għad-diossini għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, tal-inqas kongeneru wiehed għal kull funzjoni ta' registrazzjoni ta' jon magħżula għal kull spettrometrija ta' massa użata għall-monitoraġġ ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini). Fil-każ tal-metodi konfermatorji, għandhom jintużaw is-17-il standard intern kollha tal-PCDD/Fs sostitwiti għal 2,3,7,8 ttikkettati ¹³C u t-12-il standard intern kollha tal-PCBs simili għad-diossini ttikkettati ¹³C.
- Għandhom jiġu ddeterminati wkoll il-fatturi ta' reazzjoni relattivi għal dawk il-kongeneri li għalihom ma hu miżjud l-ebda analoġu ttikkettat ¹³C bl-użu ta' soluzzjonijiet ta' kalibrizzjoni adatti.
- Għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-pjanti u għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-annimali li jkun fihom inqas minn 10 % ta' xaham, iż-żieda ta' standards interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-annimali li jkun fihom aktar minn 10 % ta' xaham, l-istandards interni jistgħu jinżiedu qabel jew wara l-estrazzjoni tax-xaham. Għandha titwettag validazzjoni adatta tal-effiċjenza tal-estrazzjoni, skont l-istadju li fih jiġu introdotti l-istandards interni u skont jekk ir-riżultati jkunux irrappurtati abbażi tal-prodott jew tax-xaham.
- Qabel l-analiżi GC/MS, għandu jinżied standard wiehed jew jinżiedu żewġ standards ta' rkupru (surrogat/i).
- Il-kontroll tal-irkupru huwa neċessarju. Għall-metodi konfermatorji, l-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu fil-medda ta' bejn 60 u 120 %. Irkupri oġġetivi aktar baxxi għal kongeneri individwali, b'mod partikolari għal ċerti dibenzo-p-diossini u dibenzofurani ettaklorinati u ottaklorinati huma aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur tat-TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur tat-TEQ totali (ibbażat fuq is-somma tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini). Għal metodi ta' skrinjar GC-MS, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' minn 30 sa 140 %.

6.3. **It-tnehhija ta' sustanzi ta' tfixkil**

- Is-separazzjoni ta' PCDD/Fs minn komposti klorinati ta' tfixkil bħal PCB mhux simili għad-diossini u eteri tad-difenil klorinati għandha ssir permezz ta' tekniki kromatografiċi adattati (preferibbilment b'kolonna ta' florisil, ta'alumina u/jew ta' karbonju).
- Is-separazzjoni permezz ta' kromatografija b'fażi gassuża ta' isomeri għandha tkun biżżejjed (< 25 % quċċata ma' quċċata bejn 1,2,3,4,7,8-HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

6.4. **Kalibrizzjoni b'kurva standard**

- Il-medda tal-kurva ta' kalibrizzjoni għandha tkopri l-medda rilevanti tal-livell massimu jew tal-livell ta' azzjoni.

6.5. **Kriterji speċifiċi għal metodi konfermatorji**

- Fil-każ tal-GC-HRMS:

Fl-HRMS, ir-riżoluzzjoni għandha tipikament tkun akbar minn jew daqs 10 000 għall-medda shiha tal-massa f'qiegħ ta' 10 %.

Għandhom jiġu ssodisfatti aktar kriterji ta' identifikazzjoni u ta' konferma kif deskritt fl-istandards rikonoxxuti b'mod internazzjonali, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (L-għalf tal-annimali — Id-determinazzjoni tad-diossini u tal-PCBs simili għad-diossini b'GC/HRMS u ta' PCBs indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

— Fil-każ tal-GC-MS/MS:

Il-monitoraġġ ta' mill-anqas żewġ joni prekursori speċifiċi, kull wiehied b'jon tal-prodott ta' tranżizzjoni speċifiku korrispondenti, għall-analiżi kollha tikkettati u mhux tikkettati fl-ambitu tal-analiżi.

It-tolleranza massima permessa tal-intensitajiet tal-ioni relattivi ta' $\pm 15\%$ għall-ioni ta' prodott ta' tranżizzjoni magħżula meta mqabbla ma' valuri kkalkulati jew imkejla (medja minn standards tal-kalibrizzjoni), li japplikaw kundizzjonijiet MS/MS identiċi, b'mod partikolari tal-enerġija tal-hbit u l-pressjoni tal-hbit tal-gass, għal kull tranżizzjoni ta' analita.

Ir-riżoluzzjoni għal kull kwadropolu għandha tiġi stabbilita daqs jew ahjar mir-riżoluzzjoni tal-massa tal-unità (riżoluzzjoni tal-massa tal-unità: riżoluzzjoni biżżejjed sabiex tissepara żewġ quċċati b'unità ta' massa waħda bejniethom) sabiex titnaqqas il-possibbiltà ta' interferenzi fuq l-analiżi ta' interess.

Għandhom jiġu ssodisfatti l-kriterji ulterjuri kif deskritt fi standards rikonoxxuti b'mod internazzjonali, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf tal-annimali — Id-determinazzjoni ta' diossini u PCBs simili għad-diossini b'GC/HRMS u ta' PCBs indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti, hlief l-obbligu tal-użu ta' GC-HRMS.

7. REKWIŻITI SPECIFIĊI GĦALL-METODI BIJOANALITIĊI

Il-metodi bijoanalitiċi huma metodi bbażati fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal testijiet ibbażati fuq iċ-ċelloli, assaġġi fuq ir-riċevituri jew immunoassaġġi. Dan il-punt jistabbilixxi r-rekwiżiti għall-metodi bijoanalitiċi b'mod ġenerali.

Bħala prinċipju, metodu ta' skrinjar jikklassifika kampjun bħala konformi jew suspettat li hu nonkonformi. Għal dan il-ghan, il-livell tal-BEQ ikkalkulat jitqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 7.3). Il-kampjuni taht il-valur ta' limitu jiġu ddikjarati konformi, il-kampjuni daqs jew oghla mill-valur ta' limitu jiġu ddikjarati li huma nonkonformi u jirrikjedu analiżi permezz ta' metodu konfermatorju. Fil-prattika, livell tal-BEQ li jikkorrispondi għal żewġ terzi tal-livell massimu jista' jservi bħala valur ta' limitu dment li jiżgura rata ta' konformità falza taht il-5 % u rata aċċettabbli għal riżultati ta' nonkonformità falza. B'livelli massimi separati għall-PCDD/Fs u għas-somma ta' PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini, il-kontroll tal-konformità ta' kampjuni mingħajr frazzjo-nament jirrikjedi valuri ta' limitu għall-bijoassaġġi adattati għall-PCDD/Fs. Għall-verifika tal-kampjuni li jaqbzu l-livelli ta' azzjoni, jista' jintuża perċentwal adattat tal-livell ta' azzjoni rispettiv bħala valur ta' limitu.

Jekk livell indikattiv jiġi espress f'BEQ, ir-riżultati mill-kampjun għandhom jinghatw fil-medda tal-hidma u jaqbzu l-limitu tar-rappurtar (ara l-punti 7.1.1 u 7.1.6).

7.1. Evalwazzjoni tar-reazzjoni għat-test

7.1.1. Rekwiżiti ġenerali

— Meta jiġu kkalkolati l-konċentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrizzjoni tat-TCDD, il-valuri fil-limitu superjuri tal-kurva juru varjazzjoni għolja (koeffiċjent għoli ta' varjazzjoni (CV)). Il-medda tal-hidma hija l-erja fejn dan is-CV ikun iżgħar minn 15 %. Il-limitu inferjuri tal-medda tal-hidma (limitu ta' rappurtar) għandu wkoll jiġi stabbilit b'mod sinifikanti flivell oghla (mill-inqas b'fattur ta' tlieta) mill-bjanki tal-proċedura. Il-limitu superjuri tal-medda tal-hidma normalment huwa rrappreżentat bil-valur EC_{70} (70 % tal-konċentrazzjoni effettiva massima), iżda huwa iktar baxx jekk is-CV jkun oghla minn 15 % f'din il-medda. Il-medda ta' hidma għandha tiġi stabbilita waqt il-validazzjoni. Il-valuri ta' limitu (ara l-punt 7.3) għandhom ikunu fil-medda tal-hidma.

— Is-soluzzjonijiet standard u l-estratti tal-kampjuni għandhom jiġu ttestjati għall-inqas b'mod duplikat. Meta jintużaw id-duplikati, soluzzjoni standard jew estratt ta' kontroll ittestjat f'minn erbgħa sa sitt "wells" imqasna fuq il-platt għandhom jipproduċu reazzjoni jew konċentrazzjoni (possibbli biss fil-medda tal-hidma) abbażi ta' CV < 15 %.

7.1.2. Kalibrazzjoni

7.1.2.1. Kalibrazzjoni b'kurva standard

- Il-livelli fil-kampjuni jistgħu jiġu stmati billi titqabbell ir-reazzjoni tat-test ma' kurva ta' kalibrazzjoni tat-TCDD (jew PCB 126 jew tahlita standard ta' PCDD/F/PCB simili għad-diossini) biex jiġi kkalkulat il-livell BEQ fl-estratt u wara dan, fil-kampjun.
- Il-kurvi ta' kalibrazzjoni għandhom jinkludu minn tmienja sa 12-il konċentrazzjoni (għall-inqas f'duplikati), b'konċentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti t'isfel tal-kurva (il-medda ta' hidma). Għandha tingħata attenzjoni speċjali għall-kwalità tal-aġġustament tal-kurva fil-medda ta' hidma. Fih innifsu, il-valur R^2 għandu f'it jew xejn valur fl-istima tal-adegwatezza tal-aġġustament fir-rigressjoni nonlineari. It-tnaqqis tad-differenza bejn il-livelli kkalkulati u dawk osservati fil-medda ta' hidma tal-kurva jtejjeb l-aġġustament (eż. billi tiġi minimizzata s-somma ta' residwi kwadrati).
- Wara jiġi kkoreġut il-livell stmat fl-estratt tal-kampjun għal-livell tal-BEQ ikkalkolat għall-kampjun inbjank ta' matriċi jew solvent (sabiex ikopri l-impurità minn solvanti u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkolat mil-livell tal-BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi qrib il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni). Sabiex jiġi kkoreġut irkupru, l-irkupru apparenti għandu dejjem ikun fil-medda meħtieġa (ara l-punt 7.1.4). Il-kampjuni ta' referenza li jintużaw għall-korrezzjoni tal-irkupru għandhom jikkonformaw mar-rekwiżiti mogħtija fil-punt 7.2.

7.1.2.2. Kalibrazzjoni b'kampjuni ta' referenza

Bħala alternattiva, tista' tintuża kurva ta' kalibrazzjoni mhejjija minn tal-inqas 4 kampjuni ta' referenza (ara l-punt 7.2: jistgħu jintużaw bjank tal-matriċi wiehed, flimkien ma' tliet kampjuni ta' referenza b'0,5x, 1,0x u 2,0x il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni, filwaqt li titneħħa l-htieġa ta' korrezzjoni tal-bjank u tal-irkupru jekk il-proprietajiet tal-matriċi tal-kampjuni ta' referenza jaqblu ma' dawk tal-kampjuni mhux magħrufa. F'dan il-każ, ir-reazzjoni tat-test li tikkorrispondi ma' żewġ terzi tal-livell massimu (ara l-punt 7.3) tista' tiġi kkalkulata direttament minn dawn il-kampjuni u użata bħala valur ta' limitu. Għall-kontroll ta' kampjuni li jaqbzū l-livelli ta' azzjoni, il-valur ta' limitu jista' jkun perċentwal adattat ta' dawn il-livelli ta' azzjoni.

7.1.3. Id-determinazzjoni separata tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini

L-estratti jistgħu jinqasmu fi frazzjonijiet li jkun fihom il-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini, u li jippermettu indikazzjoni separata tal-livelli tat-TEQ tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini (f'BEQs). Preferibbilment għandha tintuża kurva ta' kalibrazzjoni standard tal-PCB 126 biex jiġu evalwati r-riżultati għall-frazzjoni li fiha l-PCBs simili għad-diossini.

7.1.4. Rkupri apparenti tal-bijoassaggi

L-"irkupru apparenti tal-bijoassaggi" għandu jiġi kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi qrib il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni u espress bħala perċentwal tal-livell tal-BEQ meta mqabbel mal-livell tat-TEQ. Skont it-tip ta' assaggi u t-TEFs (1) li jintużaw, id-differenzi bejn il-fatturi tat-TEF u tal-REP għall-PCBs simili għad-diossini jistgħu jwasslu biex il-PCBs simili għad-diossini jkollhom irkupri apparenti baxxi meta mqabbla mal-PCDD/Fs. Għaldaqstant, jekk titwettaq determinazzjoni separata tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini, l-irkupri apparenti tal-bijoassaggi għandhom ikunu: bejn 20 % u 60 % għall-PCBs simili għad-diossini, bejn 50 % u 130 % għall-PCDD/Fs (il-meded japplikaw għall-kurva ta' kalibrazzjoni tat-TCDD). Billi l-kontribuzzjoni tal-PCBs simili għad-diossini għas-somma tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossina tista' tvarja bejn il-matriċi u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tal-bijoassaggi għall-parametru tas-somma jirriflettaw dawk il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % u 130 %.

7.1.5. Kontroll tal-irkupri għat-tindif

It-telf ta' komposti waqt it-tindif għandu jiġi kkontrollat waqt il-validazzjoni. Kampjun inbjank miżjud b'tahlita ta' kongeneri differenti għandu jiġi ppreżentat għat-tindif (mill-inqas $n = 3$) u l-irkupru u l-varjabbiltà għandhom jiġu kkontrollati permezz ta' metodu konfermatorju. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għall-kongeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell tat-TEQ f'tahlitiet diversi.

(1) Ir-rekwiżiti attwali huma msejsa fuq it-TEFs ippubblikati fi: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).

7.1.6. Limitu tar-Rappurtar

Meta jkunu qed jiġu rrapportati l-livelli tal-BEQs, il-limitu tar-rappurtar għandu jiġi ddeterminat mill-kampjuni matrici rilevanti bl-involvement ta' profili ta' kongeneri tipiċi, imma mhux mill-kurva ta' kalibrazzjoni tal-istandards minhabba preċiżjoni baxxa fil-medda inferjuri tal-kurva. Għandhom jitqiesu l-effetti mill-estrazzjoni u t-tindif. Il-limitu ta' rappurtar għandu jiġi stabbilit b'mod sinifikanti flivell oghla (mill-inqas b'fattur ta' tlieta) mill-bjanki tal-proċedura.

7.2. Użu ta' kampjuni ta' referenza

- Il-kampjuni ta' referenza għandhom jirrappreżentaw il-matrici tal-kampjuni, il-profilu tal-kongeneri u l-medda tal-konċentrazzjoni għall-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini qrib il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.
- F'kull serje ta' testijiet għandhom jiġu inklużi bjank tal-proċedura, jew preferibbilment bjank tal-matrici, u kampjun ta' referenza fil-livell massimu jew fil-livell ta' azzjoni. Dawn il-kampjuni għandhom jiġu estratti u ttestjati fl-istess hin f'kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri biċ-ċar reazzjoni elevata meta mqabbel mal-kampjun inbjank, u b'hekk jiżgura l-adegwatezza tat-test. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw għall-korrezzjonijiet tal-bjank u tal-irkupru.
- Il-kampjuni ta' referenza li jintgħażlu biex titwettaq il-korrezzjoni tal-irkupru għandhom ikunu rappreżentattivi tal-kampjuni tat-test, u dan ifisser li l-profilu tal-kongeneri ma għandhomx iwasslu għal sottostima tal-livelli.
- Il-kampjuni ta' referenza żejda, eż. b'0,5x u 2x il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni jistgħu jiġu inklużi sabiex juru r-rendiment korrett tat-test fil-medda ta' interess għall-kontroll tal-livell massimu jew tal-livell ta' azzjoni. Meta jitqieghdu flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex jiġu kkalkulati l-livelli tal-BEQ fil-kampjuni tat-test (ara l-punt 7.1.2.2).

7.3. Determinazzjoni tal-valuri ta' limitu

Ir-relazzjoni bejn ir-riżultati bjoanalitiċi fil-BEQ u r-riżultati minn metodi konfermatorji fit-TEQ għandha tiġi stabbilita (eż. permezz ta' esperimenti ta' kalibrazzjoni adattati għall-matrici, li jinvolvu kampjuni ta' referenza miżjuda b'0, 0,5x, 1x u 2x il-livell massimu (ML), b'6 ripetizzjonijiet fuq kull livell (n = 24)). Il-fatturi ta' korrezzjoni (tal-bjank u tal-irkupru) jistgħu jiġu stmati permezz ta' din ir-relazzjoni iżda għandhom jiġu kkontrollati f'kull serje ta' testijiet billi jiġu inklużi bjanki tal-proċedura/tal-matrici u kampjuni tal-irkupru (il-punt 7.2).

Il-valuri ta' limitu għandhom jiġu stabbiliti għad-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun mal-livelli massimi jew għall-kontroll tal-livelli ta' azzjoni, jekk ikun ta' interess, mal-livell massimu jew mal-livell ta' azzjoni rispettiv stabbilit, jew għall-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini wahidhom, jew għas-somma tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini. Dawn huma rrappreżentati mill-punti tat-tmiem *aktar baxxi* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bjoanalitiċi (korretti għall-irkupru u inbjank) li jikkorrispondu mal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju bbażat fuq livell ta' fiduċja ta' 95 %, li jimplika rata ta' konformità falza ta' < 5 %, u fuq RSD_R ta' < 25 %. Il-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju huwa l-livell massimu, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża.

Fil-prattika, il-valur ta' limitu (fil-BEQ) jista' jiġi kkalkulat permezz tal-approċċi li ġejjin (ara l-Illustrazzjoni 1):

7.3.1. L-użu tal-bandeġġ aktar baxx tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju

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

fejn:

BEQ_{DL}	BEQs jikkorrispondu għal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju, li huwa l-ML filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl estiża
$s_{y,x}$	devjazzjoni standard tar-residwi
$t_{\alpha,f=m-2}$	fattur student ($\alpha = 5\%$, $f =$ gradi ta' libertà, b'naħa wahda)
m	għadd totali ta' punti ta' kalibrazzjoni (indiċi j)
n	għadd ta' ripetizzjonijiet f'kull livell

x_i konċentrazzjoni fil-kampjun (fit-TEQ) tal-punt tal-kalibrazzjoni i ddeterminata permezz ta' metodu konfermatorju

$\bar{x}$ medja tal-konċentrazzjonijiet (fit-TEQ) tal-kampjuni kollha ta' kalibrazzjoni

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2 \text{ parametru tas-somma tal-kwadri}$$

i = l-indiċi għall-punt ta' kalibrazzjoni i

- 7.3.2. Kalkolu mir-riżultati bjoanalitiċi (korretti għall-irkupru u inbjank) ta' analiżi tal-kampjuni multipla ($n \geq 6$) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju, bħala l-punt tat-tmiem *aktar baxx* tad-distribuzzjoni tad-dejta fil-valur tal-BEQ medju korrispondenti:

$$\text{Valur ta' limitu} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

fejn:

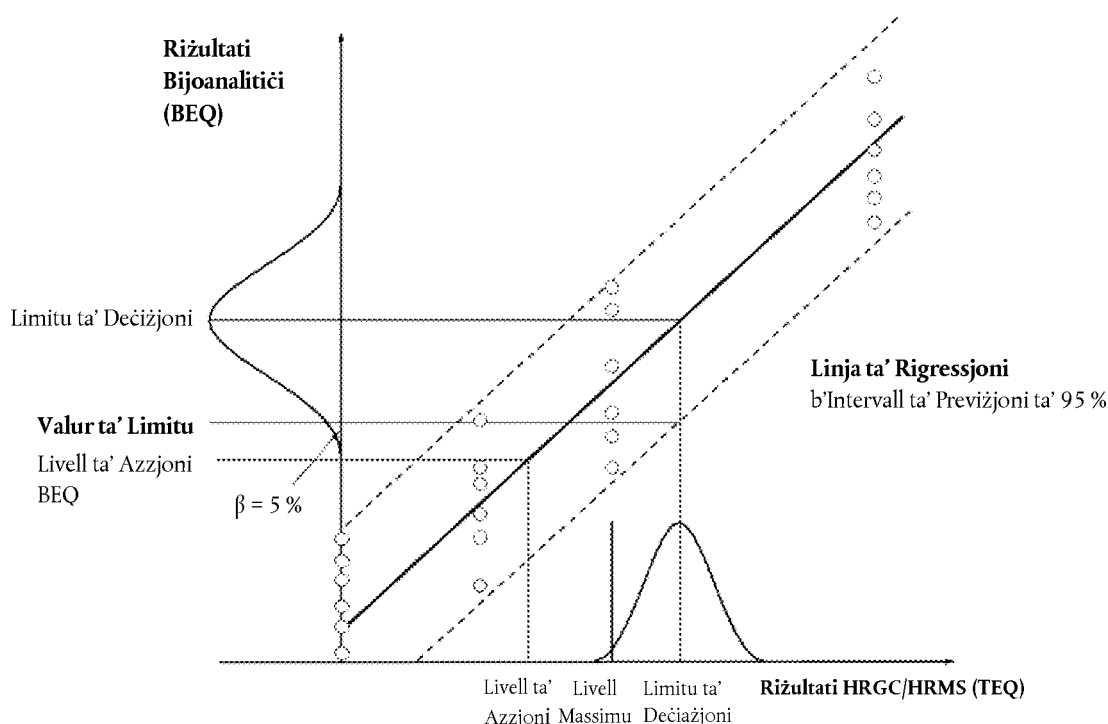
SD_R devjazzjoni standard tar-riżultati tal-biojassaġġ fil- BEQ_{DL} , imkejla f'kundizzjonijiet ta' riproducibilità intralaboratorju

- 7.3.3. Il-kalkolu bħala l-valur medju tar-riżultati bjoanalitiċi (fil-BEQ, ikkoreġuti għall-irkupru u inbjank) mill-analiżi tal-kampjuni multipla ($n > 6$) ikkontaminati f'zewġ terzi tal-livell massimu jew tal-livell ta' azzjoni. Dan hu bbażat fuq l-osservazzjoni li dan il-livell se jkun qrib il-valur ta' limitu ddeterminat fil-punt 7.3.1 jew 7.3.2.

Il-kalkolu tal-valuri ta' limitu abbażi ta' livell ta' fiduċja ta' 95 % li jimplika rata ta' konformità falza $< 5 \%$, u $\text{RSD}_R < 25 \%$:

1. mill-bandeġġ *aktar baxx* tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju,
2. mill-analiżi tal-kampjuni multipla ($n \geq 6$) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju bħala l-punt tat-tmiem *aktar baxx* tad-distribuzzjoni tad-dejta (irrappreżentat fl-illustrazzjoni b'kurva b'forma ta' qanqiena) fil-valur tal-BEQ medju korrispondenti.

Illustrazzjoni 1



7.3.4. Restrizzjonijiet għall-valuri ta' limitu

Il-valuri ta' limitu msejsa fuq il-BEQ ikkalkulati mill-RSD_R miksuba waqt il-validazzjoni bl-użu ta' numru limitat ta' kampjuni bi profili ta' kongeneri/matriċi differenti jistgħu jkunu oghla mil-livell massimu jew mil-livell ta' azzjoni msejsa fuq it-TEQ minhabba preċiżjoni ahjar minn dik miksuba f'analizi ta' rutina fejn irid jiġi kkontrollat spettru mhux magħruf ta' profili ta' kongeneri potenzjali. F'dawn il-każijiet, il-valuri ta' limitu għandhom jiġu kkalkulati b'RSD_R = 25 %, jew preferibbilment, b'żewġ terzi tal-livell massimu jew tal-livell ta' azzjoni.

7.4. Karatteristiċi tar-rendiment

- Billi ma jista' jintuża l-ebda standard intern fil-metodi bijoanalitiċi, għandhom isiru testijiet fuq ir-ripetibbiltà sabiex tinkiseb informazzjoni dwar id-devjazzjoni standard f'serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-ripetibbiltà għandha tkun inqas minn 20 %, u r-riproducibilità intralaboratorju għandha tkun inqas minn 25 %. Dan għandu jkun ibbażat fuq il-livelli kkalkulati f'BEQs wara l-korrezzjoni tal-bjank u tal-irkupru.
- Bhala parti mill-proċess ta' validazzjoni, it-test għandu juri distinzjoni bejn kampjun inbjank u livell fil-valur ta' limitu, kif ukoll jippermetti l-identifikazzjoni ta' kampjuni oghla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 7.1.2).
- Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli inbjank.
- Id-devjazzjoni standard relattiva mfissra bhala persentaġġ fir-reazzjoni jew fil-koncentrazzjoni kkalkulata mir-reazzjoni (possibbli biss fil-medda ta' hidma) ta' determinazzjoni tripla ta' estratt tal-kampjun, ma għandhiex tkun oghla minn 15 %.
- Ir-riżultati mhux korretti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQs (inbjank u fil-livell massimu jew fil-livell ta' azzjoni) għandhom jintużaw għall-evalwazzjoni tar-rendiment tal-metodu bijoanalitiku tul perjodu ta' żmien kostanti.
- Għandhom jiġu rrekordjati u kkontrollati t-tabelli għall-kontroll tal-kwalità għall-proċeduri inbjank u għal kull tip ta' kampjun ta' referenza biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti, b'mod partikolari għall-proċeduri inbjank fir-rigward tad-differenza minima mitluba meta mqabbla mal-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproducibilità intralaboratorju. Il-proċeduri inbjank għandhom jiġu kkontrollati sew biex meta jitnaqqsu jiġu evitati riżultati ta' konformità falza.
- Għandhom jingabru u jintużaw ir-riżultati mill-metodi konfermatorji tal-kampjuni suspettati u bejn 2 u 10 % tal-kampjuni konformi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matriċi) biex jiġi evalwat ir-rendiment tal-metodu ta' skrinjar u r-relazzjoni bejn il-BEQs u t-TEQs. Din il-bażi tad-dejta tista' tintuża għall-evalwazzjoni mill-ġdid tal-valuri ta' limitu applikabbli għall-kampjuni ta' rutina għall-matriċi vvalidati.
- Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' parteċipazzjoni fi provi interlaboratorji. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji, li jkopru sa medda ta' koncentrazzjoni ta' eż. 2x ML, jistgħu jiġu inkluzi wkoll fl-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza, jekk laboratorju jkun jista' juri r-rendiment b'suċċess tiegħu. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profil tal-kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrap-prezentaw diversi sorsi.
- F'xi każijiet, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, b'riflessjoni tal-matriċi speċifika u l-profil tal-kongeneri ta' dan l-inċident partikolari.

8. RAPPORTAR TAR-RIŻULTAT

Metodi konfermatorji

- Ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossini u l-valuri tat-TEQ għandhom jiġu rrapportati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex jiġi inkluz il-massimu tal-informazzjoni fir-rapportar tar-riżultati u tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.
- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu li jkun intuża għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs, tal-PCBs simili għad-diossini u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-matriċi tal-ikel b'livelli massimi espressi abbażi ta' xaham u koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0 – 2 % (b'korrispondenza mal-leġiżlazzjoni eżistenti). Għal kampjuni ohra, id-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva.

- L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jinsabu barra mill-medda msemmija fil-punt 6.2, f'każ li jinqabeż il-livell massimu (f'dan il-każ, l-irkupri għal wahda miż-żewġ analizzijiet duplikati) u f'każijiet oħra fuq talba.
- Billi għandha titqies l-inċertezza tal-kejl estiża meta tittiehed deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun, dan il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għalhekk, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrapportati bħala $x \pm$ U fejn x huwa r-riżultat analitiku u U hija l-inċertezza tal-kejl estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Fil-każ ta' determinazzjoni separata tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini, is-somma tal-inċertezza stmata estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini għandha tintuża għas-somma tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini.
- Ir-riżultati għandhom jiġu espressi bl-istess unitajiet ta' kejl u bl-istess għadd ta' ċifri sinifikanti bħalma huma tal-livelli massimi stipulati fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.

Metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi

- Ir-riżultat tal-iskrinjar għandu jiġi espress bħala konformi jew suspettat li hu nonkonformi ("suspettat").
- Barra minn hekk, jista' jinghata riżultat indikattiv għall-PCDD/Fs u/jew għall-PCBs simili għad-diossini f'BEQ (mhux TEQ) (ara l-punt 1). Il-kampjuni b'reazzjoni taht il-limitu ta' rappurtar għandhom jiġu espressi bħala taht il-limitu ta' rappurtar. Il-kampjuni b'reazzjoni 'l fuq mill-medda ta' hidma għandhom jiġu rrapportati bħala li jaqbuż l-medda tal-hidma u l-livell korrispondenti għal-limitu superjuri tal-medda tal-hidma għandu jinghata f'BEQ.
- Għal kull tip ta' matriċi tal-kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni li fuqu hija bbażata l-evalwazzjoni.
- Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' test applikat, il-prinċipju bażiku tat-test u t-tip ta' kalibrizzjoni.
- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs, tal-PCBs simili għad-diossini u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-matriċi tal-ikel b'livelli massimi espressi abbażi ta' xaham u b'koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0 – 2 % (skont il-leġiżlazzjoni eżistenti). Għal kampjuni oħrajn, id-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva.
- F'każ ta' kampjuni suspettati li huma nonkonformi, ir-rapport irid jinkludi nota dwar l-azzjoni li trid tittiehed. Il-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli għoljin jehtieg li tiġi ddeterminata/kkonfermata b'metodu konfermatorju.
- Ir-riżultati nonkonformi għandhom jiġu rrapportati biss minn analiżi konfermatorja.

Metodi ta' skrinjar fiżiko-kimiċi

- Ir-riżultat tal-iskrinjar għandu jiġi espress bħala konformi jew suspettat li hu nonkonformi ("suspettat").
- Għal kull tip ta' matriċi tal-kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni li fuqu hija bbażata l-evalwazzjoni.
- Barra minn hekk, jistgħu jinghataw il-livelli għal kongeneri individwali tal-PCDD/Fs u/jew tal-PCBs simili għad-diossini u l-valuri tat-TEQ irrappurtati bħala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi bl-istess unitajiet ta' kejl u (tal-anqas) bl-istess għadd ta' ċifri sinifikanti bħalma huma tal-livelli massimi stipulati fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.
- L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra mill-medda msemmija fil-punt 6.2 u f'każijiet oħra fuq talba.
- Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' metodu GC-MS applikat.
- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs, tal-PCBs simili għad-diossini u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi fil-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-matriċi tal-ikel b'livelli massimi espressi abbażi ta' xaham u b'koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0 – 2 % (skont il-leġiżlazzjoni eżistenti). Għal kampjuni oħra, id-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva.

-
- F'każ ta' kampjuni li dwarhom ikun hemm suspett li ma humiex konformi, ir-rapport ghandu jinkludi nota dwar l-azzjoni li ghandha tittiehed. Il-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini fil-kampjuni b'livelli għoljin jehtieg li jiġu ddeterminati/kkonfermati b'metodu konfermatorju.
 - In-nonkonformità tista' tiġi deċiża biss wara analiżi konfermatorja.
-

Appendiċi

WHO-TEFs għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bnedmin abbażi tal-konklużjonijiet tal-laqqgħa ta' esperti tal-Programm Internazzjonali dwar is-Sigurtà tas-Sustanzi Kimiċi (IPCS) tal-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa (WHO) li saret f'Ginevra f'Ġunju 2005 ⁽¹⁾

Kongeneru	Valur TEF	Kongeneru	Valur TEF
Dibenzo-p-diossini ("PCDDs")		PCBs "simili għad-diossini"	
		PCBs non-orto + PCBs mono-orto	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCBs non-orto	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
Dibenzofurani ("PCDFs")		PCBs Mono-orto	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		
Abbrevjazzjonijiet użati: "T" = tetra; "Pe" = penta; "Hx" = eżxa; "Hp" = etta; "O" = otta; "CDD" = klorodibenžodiossina; "CDF" = klorodibenžofuran; "CB" = klorobifenil.			

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

ANNEX IV

THEJJJA TAL-KAMPJUNI U REKWIŻITI GHALL-METODI TAL-ANALIŻI UŻATI FIL-KONTROLL TAL-LIVELLI TA' PCBs MHUX SIMILI GHAD-DIOSSINI F'CERTI OGĠETTI TAL-IKEL

Ir-rekwiżiti stabbiliti f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-ogġetti tal-ikel jiġu analizzati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCBs mhux simili għad-diossini u fir-rigward tat-thejjja ta' kampjuni u rekwiżiti analitiċi għal finijiet regolatorji oħra, inkluż il-kontrolli li jitwettqu mill-operaturi ta' negozji alimentari biex tkun żgurata l-konformità mad-dispożizzjonijiet fl-Artikolu 4 tar-Regolament (KE) Nru 852/2004.

Id-dispożizzjonijiet dwar it-thejjja tal-kampjuni previsti fil-punt 3 tal-Anness III ta' dan ir-Regolament għandhom ukoll ikunu applikabbli għall-kontroll tal-livelli ta' PCBs mhux simili għad-diossini fl-ikel.

1. Metodi ta' detezzjoni applikabbli:

Il-kromatografija b'fażi gassuża/Detezzjoni tal-Qabda tal-Elettron (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS jew metodi ekwivalenti.

2. Identifikazzjoni u konferma tal-analiti ta' interess:

- Hin ta' żamma relattiv b'rabta mal-istandards interni jew standards ta' referenza (devjazzjoni aċċettabbli ta' $\pm 0,25\%$).
- Għandha tiġi kkonfermata s-separazzjoni permezz ta' kromatografija b' fażi gassuża tal-PCBs mhux simili għad-diossini (minn sustanzi ta' tfixkil, speċjalment PCBs ta' koelużjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda tal-limiti legali u n-nonkonformità għadha trid tiġi kkonfermata ⁽¹⁾).
- Għal tekniki GC/MS:
 - Monitoraġġ ta' mill-inqas l-għadd li ġej ta' joni molekulari jew joni karatteristiċi mir-raggruppament molekulari:
 - żewġ joni speċifiċi għall-HRMS,
 - tliet joni speċifiċi għal LRMS,
 - żewġ joni prekursori speċifiċi, kull wiehied b'jon tal-prodott ta' tranżizzjoni korrispondenti speċifiku għal MS-MS.
 - Tolleranzi massimi permessi għall-proporzjonijiet ta' abbondanza għall-frammenti ta' mases magħżula:
Id-devjazzjoni relattiva tal-proporzjon ta' abbondanza tal-frammenti ta' massa magħżula minn abbondanza teoretika jew standard ta' kalibrizzjoni għall-jon fil-mira (il-jon l-aktar abbondanti mmonitorjat) tal-jon jew joni kwalifikaturi: $\pm 15\%$.
- Għal GC/ECD:
Konferma tar-riżultati li jaqbu l-livell massimu b'żewġ kolonni GC b'fażijiet stazzjonarji ta' polarità differenti.

3. Dimostrazzjoni tar-rendiment tal-metodu:

Il-validazzjoni fil-medda tal-livell massimu (0,5 sa darbtejn il-livell massimu) b'koeffiċjent ta' varjazzjoni aċċettabbli għal analiżi ripetuta (ara r-rekwiżiti għall-preċiżjoni intermedja fil-punt 8).

4. Limitu ta' kwantifikazzjoni:

Is-somma tal-LOQs ⁽²⁾ tal-PCBs mhux simili għad-diossini ma għandux ikun oghla minn terz tal-livell massimu ⁽³⁾.

5. Kontroll tal-kwalità:

Il-kontrolli inbjank regolari, l-analiżi ta' kampjuni miżjuda, il-kampjuni ta' kontroll tal-kwalità, il-partecipazzjoni fi studji interlaboratorji dwar matriċijiet rilevanti.

⁽¹⁾ Il-kongeneri li hafna drabi jkunu f'koelużjoni huma eż. PCB 28/31, PCB 52/69 u PCB 138/163/164. Fir-rigward tal-GC/MS għandhom jitqiesu wkoll interferenzi potenzjali minn frammenti ta' kongeneri aktar klorinati.

⁽²⁾ Il-prinċipji kif deskritti fil-"Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food" (id-Dokument ta' Gwida dwar l-Istima ta' LOD u LOQ għall-Kejl fil-Qasam tal-Kontaminanti fl-Għalf u l-Ikel) [link to website] għandhom jiġu segwiti meta applikabbli.

⁽³⁾ Huwa rrakkomandat hafna li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tal-livell tar-reagent inbjank minn dik tal-livell ta' kontaminant f'kampjun. Il-laboratorju huwa responsabbli għall-kontroll tal-varjazzjoni tal-livelli inbjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli inbjank jitnaqqsu.

6. Kontroll tal-irkupri:

- L-użu ta' standards interni xierqa bi proprjetajiet fiżikokimiċi komparabbli mal-analiti ta' interess.
- Iż-żieda ta' standards interni:
 - Iż-żieda mal-prodotti (qabel il-proċess ta' estrazzjoni u tindif);
 - Hi possibbli wkoll iż-żieda max-xaham estratt (qabel il-proċess ta' tindif), jekk il-livell massimu jkun espress abbażi ta' xaham.
- Ir-rekwiżiti għall-metodi li jużaw is-sitt kongeneri kollha tal-PCBs mhux simili għad-diossini ttikkettati b'isotopu:
 - Il-korrezzjoni tar-riżultati għall-irkupri tal-istandards interni,
 - L-irkupri ġeneralment aċċettabbli tal-istandards interni ttikkettati b'isotopu huma bejn 60 u 120 %,
 - Irkupri anqas jew aktar għal kongeneri individwali b'kontribuzzjoni għas-somma tal-PCBs mhux simili għad-diossini taħt 1-10 % huma aċċettabbli.
- Rekwiżiti għall-metodi li ma jużawx is-sitt standards interni kollha ttikkettati b'isotopu jew standards interni ohra:
 - Il-kontroll tal-irkupru tal-istandard(s) intern(i) għal kull kampjun,
 - L-irkupri aċċettabbli tal-istandard(s) intern(i) bejn 60 u 120 %,
 - Il-korrezzjoni tar-riżultati għall-irkupri tal-istandards interni.
- L-irkupri tal-kongeneri mhux ittikkettati għandhom jiġu vverifikati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'konċentrazzjonijiet fil-medda tal-livell massimu. L-irkupri aċċettabbli għal dawn il-kongeneri huma bejn 60 u 120 %.

7. Rekwiżiti għal-laboratorji:

B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati minn korp rikonoxxut li jaħdem skont il-Gwida ISO 58 biex jiżgura li dawn qeghdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati billi jiġi segwit l-istandard EN ISO/IEC 17025. Barra minn hekk, il-prinċipji kif deskritti fil-Linji Gwida Tekniċi għall-istima tal-inċertezza tal-kejl u l-limiti ta' kwantifikazzjoni għall-analiżi tal-PCBs għandhom jiġu segwiti meta applikabbli ⁽¹⁾.

8. Karatteristiċi tar-rendiment: Kriterji għas-somma tal-PCBs mhux simili għad-diossini fil-livell massimu:

	Dilwizzjoni ta' isotopi bi spettrometrija ta' massa (*)	Tekniki oħrajn
Eżattezza	– 20 sa + 20 %	– 30 sa + 30 %
Preciżjoni intermedja (RSD _R)	≤ 15 %	≤ 20 %
Differenza bejn il-kalkolu tal-livell superjuri u dak tal-livell inferjuri	≤ 20 %	≤ 20 %

(*) Huwa mehtieg l-użu tas-sitt analogi kollha ttikkettati ¹³C bhala standards interni

9. Rappurtar tar-riżultati

- Ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCBs mhux simili għad-diossini u s-somma tal-PCBs mhux simili għad-diossini, irrappurtati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex jiġi inkluz il-massimu tal-informazzjoni fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont ir-rekwiżiti speċifiċi.

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

- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCBs u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrappurtat għall-matriċi tal-ikel b'livelli massimi espressi abbażi ta' xaham u b'koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0 — 2 % (skont il-leġislazzjoni eżistenti). Għal kampjuni ohra, id-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva.
 - L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra mill-medda msemija fil-punt 6, f'każ li l-livell massimu jinqabeż, u f'każijiet ohra meta dawn jintalbu.
 - Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità ta' kampjun għandha titqies l-inċertezza tal-kejl estiża, dak il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għalhekk, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrappurtati bħala $x \pm U$ fejn x huwa r-riżultat analitiku u U hija l-inċertezza tal-kejl estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
 - Ir-riżultati għandhom jiġu espressi bl-istess unitajiet ta' kejl u bl-istess għadd ta' ċifri sinifikanti bħal-livelli massimi stipulati fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.
-