

II

(Μη νομοθετικές πράξεις)

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΙ

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΕ) αριθ. 252/2012 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 21ης Μαρτίου 2012

για καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε ορισμένα τρόφιμα και την κατάργηση του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1883/2006

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΥΡΩΠΑΪΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ,

Έχοντας υπόψη τη Συνθήκη για τη λειτουργία της Ευρωπαϊκής Ένωσης,

Έχοντας υπόψη τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 29ης Απριλίου 2004, για τη διενέργεια επίσημων ελέγχων της συμμόρφωσης προς τη νομοθεσία περί ζωοτροφών και τροφίμων και προς τους κανόνες για την υγεία και την καλή διαβίωση των ζώων⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 11 παράγραφος 4,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 της Επιτροπής, της 19ης Δεκεμβρίου 2006, για καθορισμό μέγιστων επιτρεπτών επιπέδων για ορισμένες ουσίες οι οποίες επιμολύνουν τα τρόφιμα⁽²⁾ προβλέπει μέγιστα επίπεδα για τα μη παρόμοια με τις διοξίνες PCB, για το άθροισμα των διοξινών και φουρανίων και για το άθροισμα των διοξινών, των φουρανίων και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε ορισμένα τρόφιμα.
- (2) Για να ενθαρρυνθεί μια προορατική προσέγγιση για τη μείωση της παρουσίας των πολυχλωριωμένων διβενζο-παρα-διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα, η σύσταση 2011/516/ΕΕ της Επιτροπής, της 23ης Αυγούστου 2011, για τη μείωση της παρουσίας διοξινών, φουρανίων και πολυχλωριωμένων διφαινυλίων (PCB) στις ζωοτροφές και στα τρόφιμα⁽³⁾ καθορίζει επίπεδα δράσης. Τα εν λόγω επίπεδα ανάληψης δράσης αποτελούν εργαλείο για τις αρμόδιες αρχές και τις επιχειρήσεις τροφίμων και ζωοτροφών, για την επισήμανση των περιπτώσεων εκείνων στις οποίες είναι σκόπιμο να προσδιοριστεί η πηγή μόλυνσης και να ληφθούν μέτρα για τη μείωση ή την εξάλειψη της.

- (3) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1883/2006 της Επιτροπής, της 19ης Δεκεμβρίου 2006, για καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε ορισμένα τρόφιμα⁽⁴⁾ θεσπίζει ειδικές διατάξεις για τη διαδικασία δειγματοληψίας και τις μεθόδους ανάλυσης που εφαρμόζονται στον επίσημο έλεγχο.
- (4) Η εφαρμογή νέων μέγιστων επιπέδων για τα μη παρόμοια με τις διοξίνες PCB, που θεσπίστηκαν με βάση τη διαθεσιμότητα επιστημονική γνωμοδότηση της Ευρωπαϊκής Αρχής για την Ασφάλεια των Τροφίμων (EFSA) σχετικά με τα μη παρόμοια με τις διοξίνες PCB, καθώς και η εναρμόνιση στο επίπεδο της Ένωσης και η επικαιροποίηση των κριτηρίων για μεθόδους διαλογής καθιστούν αναγκαίες σημαντικές τροποποιήσεις. Επομένως, για λόγους σαφήνειας κρίνεται σκόπιμο να αντικατασταθεί ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1883/2006 από τον παρόντα κανονισμό.
- (5) Οι διατάξεις που καθορίζονται στον παρόντα κανονισμό αφορούν μόνο τη δειγματοληψία και την ανάλυση των διοξινών, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB για την εφαρμογή του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006. Οι εν λόγω διατάξεις δεν επηρεάζουν τη στρατηγική δειγματοληψίας, τα επίπεδα και τη συχνότητα δειγματοληψίας όπως καθορίζονται στα παραρτήματα III και IV της οδηγίας 96/23/ΕΚ του Συμβουλίου, της 29ης Απριλίου 1996, περί λήψεως μέτρων ελέγχου για ορισμένες ουσίες και τα κατάλοιπά τους σε ζώα και στα προϊόντα τους και καταργήσεως των οδηγιών 85/358/ΕΟΚ και 86/469/ΕΟΚ και των αποφάσεων 89/187/ΕΟΚ και 91/664/ΕΟΚ⁽⁵⁾. Δεν επηρεάζουν τα κριτήρια στοχοθέτησης της δειγματοληψίας όπως καθορίζονται στην απόφαση 98/179/ΕΚ της Επιτροπής, της 23ης Φεβρουαρίου 1998, για τη θέσπιση λεπτομερών κανόνων όσον αφορά την επίσημη δειγματοληψία για τον έλεγχο της ανίχνευσης ορισμένων ουσιών και των καταλοίπων τους σε ζώα και στα προϊόντα τους⁽⁶⁾.

⁽¹⁾ ΕΕ L 165 της 30.4.2004, σ. 1.⁽²⁾ ΕΕ L 364 της 20.12.2006, σ. 5.⁽³⁾ ΕΕ L 218 της 24.8.2011, σ. 23.⁽⁴⁾ ΕΕ L 364 της 20.12.2006, σ. 32.⁽⁵⁾ ΕΕ L 125 της 23.5.1996, σ. 10.⁽⁶⁾ ΕΕ L 65 της 5.3.1998, σ. 31.

- (6) Μια αναλυτική μέθοδος διαλογής με ευρέως αποδεκτή επικύρωση και δυνατότητα ανάλυσης πολλών δειγμάτων γρήγορα μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την ταυτοποίηση των δειγμάτων με σημαντικά επίπεδα PCDD/F και παρόμοιων με τις διοξίνες PCB (με επιλογή, κατά προτίμηση, δειγμάτων τα οποία υπερβαίνουν τα επίπεδα ανάληψης δράσης και με εξασφάλιση της επιλογής δειγμάτων που υπερβαίνουν τα μέγιστα επίπεδα). Τα επίπεδα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα δείγματα αυτά πρέπει να προσδιοριστούν με μια αναλυτική μέθοδο επιβεβαίωσης. Επομένως, είναι σκόπιμο να θεσπιστούν κατάλληλες απαιτήσεις για τη μέθοδο διαλογής για να εξασφαλιστεί ότι το ποσοστό των ψευδώς συμμορφούμενων αποτελεσμάτων όσον αφορά τα μέγιστα επίπεδα να είναι κάτω από 5 %, και να οριστούν αυστηρές απαιτήσεις για τις αναλυτικές μεθόδους επιβεβαίωσης. Επιπλέον, οι μέθοδοι επιβεβαίωσης επιτρέπουν τον προσδιορισμό των επιπέδων και όταν παρατηρείται χαμηλή επιβάρυνση από το περιβάλλον. Αυτό είναι σημαντικό για την παρακολούθηση των χρονικών τάσεων, την αξιολόγηση της έκθεσης και για την εκ νέου αξιολόγηση των μέγιστων επιπέδων και των επιπέδων ανάληψης δράσης.
- (7) Για τη δειγματοληψία των πολύ μεγάλων ψαριών, είναι αναγκαίο να προσδιοριστεί η δειγματοληπτική μέθοδος, ώστε να εξασφαλιστεί εναρμονισμένη προσέγγιση σε όλη την Ένωση.
- (8) Στα ψάρια που ανήκουν στο ίδιο είδος και τα οποία προέρχονται από την ίδια περιοχή, το επίπεδο των διοξινών, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB μπορεί να είναι διαφορετικό, ανάλογα με το μέγεθος ή/και την ηλικία των ψαριών. Επιπλέον, το επίπεδο των διοξινών, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB δεν είναι οπωσδήποτε το ίδιο σε όλα τα μέρη του ψαριού. Επομένως, είναι αναγκαίο να προσδιοριστεί η δειγματοληψία και η προετοιμασία των δειγμάτων έτσι ώστε να εξασφαλιστεί εναρμονισμένη προσέγγιση σε όλη την Ένωση.
- (9) Έχει σημασία η ομοιόμορφη καταγραφή και ερμηνεία των αποτελεσμάτων των αναλύσεων για να εξασφαλιστεί η εναρμονισμένη εφαρμογή των μέτρων σε όλη την Ένωση.
- (10) Τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της μόνιμης επιτροπής για την τροφική αλυσίδα και την υγεία των ζώων και ούτε το Ευρωπαϊκό Κοινοβούλιο ούτε το Συμβούλιο αντιτάχθηκαν σ' αυτά,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού, ισχύουν οι ορισμοί και οι συντομογραφίες του παραρτήματος I.

Άρθρο 2

Η δειγματοληψία για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών, των φουρανίων, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα που παρατίθενται στο τμήμα 5 του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 διεξάγεται σύμφωνα με τις μεθόδους που καθορίζονται στο παράρτημα II του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 3

Η προετοιμασία των δειγμάτων και οι αναλύσεις για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών, των φουρανίων και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα, που παρατίθενται στο τμήμα 5 του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 διεξάγονται σύμφωνα με τις μεθόδους που καθορίζονται στο παράρτημα III του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 4

Οι αναλύσεις για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα που παρατίθενται στο τμήμα 5 του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 διεξάγονται σύμφωνα με τις απαιτήσεις για τις αναλυτικές διαδικασίες που καθορίζονται στο παράρτημα IV του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 5

Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1883/2006 καταργείται.

Οι παραπομπές στον καταργούμενο κανονισμό θεωρούνται ως παραπομπές στον παρόντα κανονισμό.

Άρθρο 6

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Εφαρμόζεται από την ημερομηνία έναρξης ισχύος.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 21 Μαρτίου 2012.

Για την Επιτροπή
Ο Πρόεδρος
José Manuel BARROSO

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

Ορισμοί και συντομογραφίες

I. ΟΡΙΣΜΟΙ

Για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού, ισχύουν οι ορισμοί του παραρτήματος Ι της απόφασης 2002/657/ΕΚ της Επιτροπής, της 14ης Αυγούστου 2002, για εφαρμογή της οδηγίας 96/23/ΕΚ του Συμβουλίου σχετικά με την επίδοση των αναλυτικών μεθόδων και την ερμηνεία των αποτελεσμάτων⁽¹⁾.

Εκτός από τους εν λόγω ορισμούς, για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού ισχύουν οι ακόλουθοι ορισμοί:

- 1.1. «Επίπεδο ανάληψης δράσης»: το επίπεδο μιας δεδομένης ουσίας, όπως καθορίζεται στο παράρτημα της σύστασης 2011/516/ΕΕ, το οποίο επιβάλλει τη διεξαγωγή ερευνών για τον εντοπισμό της πηγής αυτής της ουσίας σε περίπτωση που διαπιστώνεται αύξηση των επιπέδων της ουσίας.
- 1.2. «Βιοαναλυτικές μέθοδοι»: μέθοδοι που βασίζονται στη χρήση βιολογικών αρχών όπως οι δοκιμασίες με βάση κύτταρα, οι δοκιμασίες με υποδοχείς ή οι ανοσολογικές δοκιμασίες. Τα αποτελέσματά τους δεν αφορούν το επίπεδο των ομοειδών αλλά αποτελούν απλώς μια ένδειξη (?) του επιπέδου ΤΕQ, εκφρασμένου σε βιοαναλυτικά ισοδύναμα (BEQ), για να ληφθεί υπόψη ότι όλες οι ενώσεις που βρίσκονται σε ένα εκχύλισμα δείγματος και οι οποίες παράγουν ανταπόκριση μπορεί να μην ικανοποιούν όλες τις απαιτήσεις της αρχής ΤΕQ.
- 1.3. «Φαινόμενη ανάκτηση βιολογικής δοκιμασίας»: το επίπεδο BEQ υπολογισμένο από την καμπύλη βαθμονόμησης TCDD ή PCB 126 με διόρθωση για τυφλό και κατόπιν διαίρεση διά της τιμής ΤΕQ που καθορίζεται με τη μέθοδο GC/HRMS. Αποσκοπεί στη διόρθωση παραγόντων όπως η απώλεια PCDD/PCDF και παρόμοιων με τις διοξίνες ενώσεων κατά τα στάδια της εκχύλισης και του καθαρισμού, οι συνεκχυλιζόμενες ενώσεις που αυξάνουν ή μειώνουν την ανταπόκριση (συναγωνιστικές ή ανταγωνιστική επιδράσεις), η ποιότητα της προσαρμογής της καμπύλης ή οι διαφορές μεταξύ των τιμών ΤΕF και REP. Η φαινόμενη ανάκτηση της βιολογικής δοκιμασίας υπολογίζεται από κατάλληλα δείγματα αναφοράς με αντιπροσωπευτική τυπική κατανομή ισομερών κοντά στο επίπεδο που ενδιαφέρει.
- 1.4. «Ημιποσοτικές μέθοδοι»: μέθοδοι που παρέχουν κατά προσέγγιση ένδειξη της συγκέντρωσης της υποτιθέμενης προσδιοριζόμενης ουσίας, ενώ το αριθμητικό αποτέλεσμα δεν πληροί τις απαιτήσεις για ποσοτικές μεθόδους.
- 1.5. «Το αποδεκτό ειδικό όριο ποσοτικού προσδιορισμού ενός μεμονωμένου ομοειδούς»: η συγκέντρωση μιας προσδιοριζόμενης ουσίας στο εκχύλισμα ενός δείγματος το οποίο παράγει ανταπόκριση του οργάνου σε δύο διαφορετικά ιόντα που πρέπει να παρακολουθούνται με λόγο S/N (σήμα/θόρυβος) 3:1, για το λιγότερο ισχυρό σήμα, και ικανοποίηση των κριτηρίων ταυτοποίησης όπως περιγράφονται, για παράδειγμα, στο πρότυπο prEN 16215 (Ζωοτροφές – Προσδιορισμό των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB με την τεχνική GC/HRMS και των δεικτών PCB με την τεχνική GC/HRMS) ή/και στη μέθοδο EPA 1613 αναθεώρηση Β.
- 1.6. «Ανώτατο όριο συγκέντρωσης»: έννοια για την οποία απαιτείται η χρήση του ορίου ποσοτικού προσδιορισμού για τη συμβολή κάθε ομοειδούς που δεν προσδιορίζεται ποσοτικά.
- 1.7. «Κατώτερο όριο συγκέντρωσης»: έννοια για την οποία απαιτείται η χρήση του μηδενός για τη συμβολή κάθε ομοειδούς που δεν προσδιορίζεται ποσοτικά.
- 1.8. «Ενδιάμεσο όριο συγκέντρωσης»: έννοια για την οποία απαιτείται η χρήση του μισού ορίου ποσοτικού προσδιορισμού για τη συμβολή κάθε ομοειδούς που δεν προσδιορίζεται ποσοτικά.
- 1.9. «Παρτίδα»: η ταυτοποιήσιμη ποσότητα τροφίμου που παραδίδεται άπαξ και για την οποία έχει διευκρινιστεί από τον αρμόδιο ότι παρουσιάζει κοινά χαρακτηριστικά, όπως είναι η προέλευση, η ποικιλία, το είδος συσκευασίας, ο συσκευαστής, ο αποστολέας ή η σήμανση. Στην περίπτωση των ψαριών και των αλιευτικών προϊόντων πρέπει και το μέγεθός τους να είναι συγκρίσιμο. Στην περίπτωση που το μέγεθος ή/και το βάρος του ψαριού δεν είναι συγκρίσιμο σε ένα φορτίο, το φορτίο αυτό μπορεί να θεωρηθεί ως παρτίδα αλλά πρέπει να εφαρμοστεί ειδική διαδικασία δειγματοληψίας.
- 1.10. «Υποπαρτίδα»: τμήμα μεγάλης παρτίδας που έχει οριστεί για την εφαρμογή της μεθόδου δειγματοληψίας στο εν λόγω ορισθέν τμήμα. Κάθε υποπαρτίδα πρέπει να υφίσταται φυσικό διαχωρισμό και να είναι ταυτοποιήσιμη.
- 1.11. «Στοιχειώδες δείγμα»: ποσότητα υλικού που λαμβάνεται από ένα μόνο σημείο της παρτίδας ή της υποπαρτίδας.
- 1.12. «Συνλικό δείγμα»: το συνδυασμένο σύνολο όλων των στοιχειωδών δειγμάτων που έχουν ληφθεί από την παρτίδα ή την υποπαρτίδα.
- 1.13. Εργαστηριακό δείγμα: αντιπροσωπευτικό τμήμα/ποσότητα σολικού δείγματος που προορίζεται για το εργαστήριο.

II. ΣΥΝΤΟΜΟΓΡΑΦΙΕΣ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΝΤΑΙ

BEQ Βιοαναλυτικά ισοδύναμα

GC Αέριος χρωματογραφία

⁽¹⁾ ΕΕ L 221 της 17.8.2002, σ. 8.

⁽²⁾ Οι βιοαναλυτικές μέθοδοι δεν είναι ειδικές για αυτά τα ομοειδή που περιλαμβάνονται στο σύστημα των ΤΕF (συντελεστών τοξικής ισοδυναμίας). Άλλες ανάλογης δομής ενώσεις με δράση στους AhR (υποδοχείς αρυλικών υδρογονανθράκων) μπορεί να υπάρχουν στο δείγμα και να συμβάλλουν στη συνολική ανταπόκριση. Επομένως, τα βιοαναλυτικά αποτελέσματα δεν μπορούν να αποτελούν εκτίμηση αλλά μάλλον ένδειξη του επιπέδου ΤΕQ στο δείγμα.

HRMS	Φασματομετρία μαζών υψηλής διακριτικής ικανότητας
LRMS	Φασματομετρία μαζών χαμηλής διακριτικής ικανότητας
PCB	Πολυχλωριωμένα διφαινύλια
PCDD	Πολυχλωριωμένες διβενζο-παρα-διοξίνες
PCDF	Πολυχλωριωμένα διβενζοφουράνια
QC	Έλεγχος ποιότητας
REP	Σχετική δραστικότητα
TEF	Συντελεστής τοξικής ισοδυναμίας
TEQ	Τοξικά ισοδύναμα
TCDD	Τετραχλωροδιβενζοδιοξίνη
U	Διευρυμένη αβεβαιότητα της μέτρησης

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

Μέθοδοι δειγματοληψίας για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών (PCDD/PCDF), των παρομοίων με τις διοξίνες PCB και των μη παρομοίων με τις διοξίνες PCB σε ορισμένα τρόφιμα

I. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Τα δείγματα που προορίζονται για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών (PCDD/PCDF), των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, που εφεξής αναφέρονται ως διοξίνες και PCB, στα τρόφιμα λαμβάνονται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο παρόν παράρτημα. Τα συνολικά δείγματα που προκύπτουν θεωρούνται αντιπροσωπευτικά των παρτίδων ή των υποπαρτίδων από τις οποίες λαμβάνονται. Η συμμόρφωση με τα μέγιστα επίπεδα που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 της Επιτροπής μέγιστων επιτρεπτών επιπέδων για ορισμένες ουσίες οι οποίες επιμολύνουν τα τρόφιμα προσδιορίζεται με βάση τα επίπεδα που καθορίζονται στα εργαστηριακά δείγματα.

II. ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ

1. Προσωπικό

Η δειγματοληψία πραγματοποιείται από εξουσιοδοτημένο προσωπικό που ορίζεται από το κράτος μέλος.

2. Υλικό που υπόκειται σε δειγματοληψία

Κάθε παρτίδα ή υποπαρτίδα που πρόκειται να εξεταστεί αποτελεί αντικείμενο ξεχωριστής δειγματοληψίας.

3. Προφυλάξεις που πρέπει να λαμβάνονται

Κατά τη διάρκεια της δειγματοληψίας και της προετοιμασίας των δειγμάτων λαμβάνονται προφυλάξεις προκειμένου να αποφευχθεί οποιαδήποτε αλλοίωση, η οποία μπορεί να τροποποιήσει την περιεκτικότητα σε διοξίνες και PCB, να επηρεάσει αρνητικά τον αναλυτικό προσδιορισμό ή να καταστήσει μη αντιπροσωπευτικά τα συνολικά δείγματα.

4. Στοιχειώδη δείγματα

Τα στοιχειώδη δείγματα συλλέγονται από διάφορα σημεία όσον το δυνατόν πιο διεσπαρμένα σε όλη την παρτίδα ή την υποπαρτίδα. Τυχόν παρέκκλιση από τη διαδικασία αυτή καταγράφεται στο αρχείο που προβλέπεται στο σημείο II.8. του παρόντος παραρτήματος.

5. Προετοιμασία του συνολικού δείγματος

Το συνολικό δείγμα λαμβάνεται με το συνδυασμό των στοιχειωδών δειγμάτων. Το βάρος του ολικού δείγματος είναι τουλάχιστον 1 kg, εκτός εάν αυτό δεν είναι δυνατόν, π.χ. στην περίπτωση που έχει ληφθεί για δειγματοληψία μία μόνο συσκευασία ή στην περίπτωση που το προϊόν έχει πολύ μεγάλη εμπορική αξία.

6. Δείγματα για επανάληψη μετρήσεων

Από το ομογενοποιημένο συνολικό δείγμα λαμβάνονται δείγματα για επανάληψη των μετρήσεων για λόγους επιβολής της νομοθεσίας, άσκησης έφεσης και διαιτησίας, εκτός εάν η διαδικασία αυτή αντίκειται στους κανόνες των κρατών μελών σχετικά με τα δικαιώματα του υπευθύνου επιχείρησης τροφίμων. Το μέγεθος των εργαστηριακών δειγμάτων που προορίζονται για την εφαρμογή μέτρων εκτέλεσης είναι αρκετό ώστε να μπορεί να γίνει τουλάχιστον διπλή ανάλυση.

7. Συσκευασία και διαβίβαση των δειγμάτων

Κάθε δείγμα τοποθετείται σε έναν καθαρό περιέκτη από αδρανή ύλη, ο οποίος παρέχει την κατάλληλη προστασία από μόλυνση, από απώλεια των προσδιοριζόμενων ουσιών λόγω απορρόφησης από τα εσωτερικά τοιχώματα του περιέκτη και από οποιαδήποτε βλάβη που μπορεί να προκύψει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς. Πρέπει να ληφθούν επίσης όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για να αποτραπεί κάθε αλλοίωση της σύνθεσης του δείγματος, η οποία μπορεί να επέλθει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς ή της αποθήκευσης.

8. Σφράγιση και σήμανση των δειγμάτων

Κάθε δείγμα που λαμβάνεται για επίσημη χρήση σφραγίζεται στον τόπο της δειγματοληψίας και ταυτοποιείται σύμφωνα με τους κανόνες που ισχύουν στα κράτη μέλη.

Για κάθε δειγματοληψία τηρείται αρχείο, το οποίο επιτρέπει την αναμφισβήτητη αναγνώριση της εκάστοτε παρτίδας και στο οποίο αναγράφεται η ημερομηνία και ο τόπος δειγματοληψίας, καθώς και κάθε άλλη συμπληρωματική πληροφορία που ενδέχεται να είναι χρήσιμη για τον αναλυτή.

III. ΣΧΕΔΙΟ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ

Η μέθοδος δειγματοληψίας που εφαρμόζεται εξασφαλίζει ότι το συνολικό δείγμα είναι αντιπροσωπευτικό της (υπο)παρτίδας που πρόκειται να ελεγχθεί.

1. Κατανομή των παρτίδων σε υποπαρτίδες

Οι μεγάλες παρτίδες κατανέμονται σε υποπαρτίδες υπό την προϋπόθεση ότι είναι δυνατός ο φυσικός διαχωρισμός της υποπαρτίδας. Ο πίνακας 1 εφαρμόζεται στα προϊόντα που διατίθενται στο εμπόριο χύμα σε μεγάλα φορτία (π.χ. φυτικά έλαια). Στα άλλα προϊόντα εφαρμόζεται ο πίνακας 2. Δεδομένου ότι το βάρος της παρτίδας δεν αποτελεί πάντα ακριβές πολλαπλάσιο του βάρους των υποπαρτίδων, το βάρος των υποπαρτίδων ενδέχεται να υπερβεί το αναφερόμενο βάρος κατά ποσοστό έως 20 %.

Πίνακας 1

Υποδιαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες για προϊόντα που διατίθενται στο εμπόριο χύμα

Βάρος της παρτίδας (σε τόνους)	Βάρος ή αριθμός υποπαρτίδων
≥ 1 500	500 τόνοι
> 300 και < 1 500	3 υποπαρτίδες
≥ 50 και ≤ 300	100 τόνοι
< 50	—

Πίνακας 2

Υποδιαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες για άλλα προϊόντα

Βάρος της παρτίδας (σε τόνους)	Βάρος ή αριθμός υποπαρτίδων
≥ 15	15-30 τόνοι
<15	—

2. Αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων

Το συνολικό δείγμα που απαρτίζεται απ' όλα τα στοιχειώδη δείγματα είναι τουλάχιστον 1 kg (βλέπε σημείο III.5 του παρόντος παραρτήματος).

Ο ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ή την υποπαρτίδα είναι αυτός που αναφέρεται στους πίνακες 3 και 4.

Στην περίπτωση χύδην υγρών προϊόντων, η παρτίδα ή η υποπαρτίδα αναμιγνύεται όσο το δυνατόν επιμελότερα και στο βαθμό που αυτό δεν επηρεάζει την ποιότητα του προϊόντος, είτε με χειρωνακτικά είτε μηχανικά μέσα αμέσως πριν από τη δειγματοληψία. Στην περίπτωση αυτή, μπορεί να θεωρηθεί ότι η κατανομή των επιμολυντών είναι ομοιογενής σε μια δεδομένη παρτίδα ή υποπαρτίδα. Επομένως, για το σχηματισμό του συνολικού δείγματος αρκεί να ληφθούν τρία στοιχειώδη δείγματα από μια παρτίδα ή υποπαρτίδα.

Τα στοιχειώδη δείγματα πρέπει να έχουν παρόμοιο βάρος. Το βάρος ενός στοιχειώδους δείγματος πρέπει να είναι τουλάχιστον 100 γραμμάρια.

Τυχόν παρέκκλιση από τη διαδικασία αυτή πρέπει να καταγράφεται στο αρχείο που προβλέπεται στο σημείο II.8. του παρόντος παραρτήματος. Σύμφωνα με τις διατάξεις της απόφασης 97/747/EK της Επιτροπής, της 27ης Οκτωβρίου 1997, για τον καθορισμό των επιπέδων και των συχνότητων δειγματοληψίας που προβλέπονται στην οδηγία 96/23/EK του Συμβουλίου με σκοπό την ανίχνευση ορισμένων ουσιών και καταλοίπων που απαντώνται σε ορισμένα ζωικά προϊόντα (1), το μέγεθος του συνολικού δείγματος για τα αυγά κότας είναι τουλάχιστον 12 αυγά (για χύδην παρτίδες καθώς και για παρτίδες που αποτελούνται από μεμονωμένες συσκευασίες, ισχύουν οι πίνακες 3 και 4).

Πίνακας 3

Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ή υποπαρτίδα

Βάρος ή όγκος της παρτίδας/υποπαρτίδας (σε kg ή λίτρα)	Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να ληφθούν
< 50	3
50 έως 500	5
> 500	10

Εάν η παρτίδα ή υποπαρτίδα αποτελείται από μεμονωμένες συσκευασίες ή μονάδες, τότε ο αριθμός των συσκευασιών ή μονάδων που λαμβάνονται για να αποτελέσουν το συνολικό δείγμα αναφέρεται στον πίνακα 4.

(1) ΕΕ L 303 της 6.11.1997, σ. 12.

Πίνακας 4

Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων (στοιχειώδη δείγματα) που λαμβάνονται για να αποτελέσουν το συνολικό δείγμα, εάν η παρτίδα ή η υποπαρτίδα αποτελείται από μεμονωμένες συσκευασίες ή μονάδες

Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων ανά παρτίδα/υποπαρτίδα	Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων που πρέπει να ληφθούν
1 έως 25	τουλάχιστον 1 συσκευασία ή μονάδα
26 έως 100	περίπου 5 %, τουλάχιστον 2 συσκευασίες ή μονάδες
> 100	περίπου 5 %, το μέγιστο 10 συσκευασίες ή μονάδες

3. Ειδικές διατάξεις για τη δειγματοληψία παρτίδων που περιέχουν ολόκληρα ψάρια παρόμοιου μεγέθους και βάρους

Τα ψάρια θεωρείται ότι έχουν παρόμοιο μέγεθος και βάρος στην περίπτωση που η διαφορά μεγέθους και βάρους δεν υπερβαίνει το 50 % περίπου.

Ο αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ορίζεται στον πίνακα 3. Το συνολικό δείγμα που απαρτίζεται απ' όλα τα στοιχειώδη δείγματα είναι τουλάχιστον 1 kg (βλέπε σημείο II.5).

— Στην περίπτωση κατά την οποία γίνεται δειγματοληψία σε παρτίδα η οποία περιέχει μικρά ψάρια (ψάρια βάρους ανά τεμάχιο < 1 kg περίπου), λαμβάνεται ολόκληρο το ψάρι ως στοιχειώδες δείγμα για να αποτελέσει το συνολικό δείγμα. Στην περίπτωση κατά την οποία το συνολικό δείγμα ζυγίζει πάνω από 3 kg, τα στοιχειώδη δείγματα μπορούν να αποτελούνται από το μεσαίο τμήμα, βάρους τουλάχιστον 100 gr έκαστο, των ψαριών που αποτελούν το συνολικό δείγμα. Ολόκληρο το τμήμα στο οποίο εφαρμόζεται το ανώτατο επίπεδο χρησιμοποιείται για την ομογενοποίηση του δείγματος.

Το μεσαίο τμήμα του ψαριού είναι εκείνο στο οποίο βρίσκεται το κέντρο βάρους. Αυτό βρίσκεται στις περισσότερες περιπτώσεις στο ραχιαίο περύγιο (στην περίπτωση που το ψάρι έχει ραχιαίο περύγιο) ή στο ήμισυ της απόστασης μεταξύ του ανοίγματος του βραγχιακού επικαλύμματος και της κλοάκης.

— Στην περίπτωση κατά την οποία γίνεται δειγματοληψία σε παρτίδα η οποία περιέχει μεγαλύτερα ψάρια (βάρους ανά τεμάχιο μεγαλύτερου του 1 kg περίπου), το στοιχειώδες δείγμα αποτελείται από το μεσαίο τμήμα του ψαριού. Κάθε στοιχειώδες δείγμα ζυγίζει τουλάχιστον 100 gr.

Στην περίπτωση ψαριών ενδιάμεσου μεγέθους (περίπου 1-6 kg), το στοιχειώδες δείγμα είναι τεμάχιο που λαμβάνεται από το μεσαίο τμήμα του ψαριού ανάμεσα στο ραχιαίο ψαροκόκαλο και στην κοιλιακή χώρα.

Στην περίπτωση πολύ μεγάλων ψαριών (π.χ. > περίπου 6 kg), το στοιχειώδες δείγμα λαμβάνεται από τη μυώδη σάρκα στη δεξιά πλευρά (πρόσθια όψη) του έξω ραχιαίου μυός στο μεσαίο τμήμα του ψαριού. Σε περίπτωση που από τη λήψη αυτού του τεμαχίου από το μεσαίο τμήμα του ψαριού θα προκύψει σημαντική οικονομική ζημία, μπορεί να θεωρηθεί ικανοποιητική η λήψη τριών στοιχειωδών δειγμάτων ατομικού βάρους τουλάχιστον 350 gr, ανεξάρτητα από το μέγεθος της παρτίδας ή, εναλλακτικά, μπορεί να ληφθεί ένα ίσο τμήμα από τη μυώδη σάρκα κοντά στην ουρά και ένα από τη μυώδη σάρκα κοντά στο κεφάλι για να αποτελέσουν το αντιπροσωπευτικό στοιχειώδες δείγμα για το επίπεδο διοξίνης σε ολόκληρο το ψάρι.

4. Δειγματοληψία παρτίδων που περιέχουν ολόκληρα ψάρια διαφορετικού μεγέθους και βάρους

— Εφαρμόζονται οι διατάξεις του σημείου III.3 όσον αφορά τη δημιουργία του δείγματος.

— Στην περίπτωση που υπερέχει μια τάξη/κατηγορία μεγέθους ή βάρους (περίπου 80 % περισσότερο της παρτίδας), το δείγμα λαμβάνεται από ψάρια με το επικρατέστερο μέγεθος ή βάρος. Το δείγμα αυτό πρέπει να θεωρείται ότι είναι αντιπροσωπευτικό όλης της παρτίδας.

— Στην περίπτωση που δεν υπερέχει καμία τάξη/κατηγορία μεγέθους ή βάρους, τότε πρέπει να εξασφαλιστεί ότι τα ψάρια που επελέγησαν για το δείγμα είναι αντιπροσωπευτικά για την παρτίδα. Το έγγραφο «Καθοδήγηση για τη δειγματοληψία σε ολόκληρα ψάρια διαφορετικού μεγέθους ή/και βάρους» περιέχει ειδικές κατευθυντήριες γραμμές για τις περιπτώσεις αυτές (?).

5. Δειγματοληψία στο στάδιο της λιανικής πώλησης

Η δειγματοληψία τροφίμων στο στάδιο της λιανικής πώλησης γίνεται, εφόσον είναι δυνατόν, σύμφωνα με τις διατάξεις δειγματοληψίας που ορίζονται στο σημείο III.2 του παρόντος παραρτήματος.

Όταν αυτό δεν είναι δυνατόν, μπορεί να εφαρμοστεί εναλλακτική μέθοδος δειγματοληψίας στο στάδιο της λιανικής πώλησης, υπό τον όρο ότι εξασφαλίζεται επαρκώς η αντιπροσωπευτικότητα της παρτίδας ή της υποπαρτίδας στην οποία πραγματοποιήθηκε η δειγματοληψία.

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

IV. ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗ ΤΗΣ ΠΑΡΤΙΔΑΣ Ή ΤΗΣ ΥΠΟΠΑΡΤΙΔΑΣ ΜΕ ΤΙΣ ΠΡΟΔΙΑΓΡΑΦΕΣ

1. Όσον αφορά τα μη παρόμοια με διοξίνες PCB

Η παρτίδα είναι αποδεκτή εάν το αποτέλεσμα της ανάλυσης δεν υπερβαίνει το μέγιστο επίπεδο των μη παρόμοιων με τις διοξίνες PCB που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Η παρτίδα δεν συμμορφώνεται με το μέγιστο επίπεδο που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006, εάν το αποτέλεσμα της ανάλυσης για το ανώτατο όριο συγκέντρωσης, που επιβεβαιώθηκε από δεύτερη ανάλυση ⁽³⁾, υπερβαίνει το μέγιστο επίπεδο πέραν κάθε λογικής αμφιβολίας, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Η αβεβαιότητα της μέτρησης μπορεί να ληφθεί υπόψη σύμφωνα με μία από τις ακόλουθες προσεγγίσεις:

— με υπολογισμό της διευρυμένης αβεβαιότητας, χρησιμοποιώντας συντελεστή κάλυψης 2 που δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95%. Μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται με τις προδιαγραφές εάν η τιμή που μετρήθηκε μείον U είναι μεγαλύτερη του καθορισμένου επιτρεπόμενου επιπέδου,

— με θέσπιση του ορίου απόφασης (CCa) σύμφωνα με τις διατάξεις της απόφασης 2002/657/ΕΚ της Επιτροπής της 14ης Αυγούστου 2002 (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος Ι της εν λόγω απόφασης — στην περίπτωση ουσιών για τις οποίες έχει καθοριστεί επιτρεπόμενο επίπεδο). Μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται με τις προδιαγραφές εάν η τιμή που μετρήθηκε είναι ίση ή μεγαλύτερη του CCa.

Οι προαναφερόμενοι κανόνες ισχύουν για τα αποτελέσματα των αναλύσεων που προκύπτουν από το δείγμα που λαμβάνεται για επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση αναλύσεων για σκοπούς υπεράσπισης ή διαίτησας, εφαρμόζεται η εθνική νομοθεσία.

2. Όσον αφορά τις διοξίνες (PCDD/PCDF) και τα παρόμοια με διοξίνες PCB

Η παρτίδα γίνεται δεκτή εάν το αποτέλεσμα μιας μόνο ανάλυσης

— που γίνεται με τη μέθοδο διαλογής με ποσοστό ψευδώς συμμορφούμενων χαμηλότερο από 5% δείχνει ότι το επίπεδο δεν υπερβαίνει το αντίστοιχο μέγιστο επίπεδο των PCDD/F και το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006,

— που γίνεται με μια μέθοδο επιβεβαίωσης δεν υπερβαίνει το αντίστοιχο μέγιστο επίπεδο των PCDD/F και το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Για δοκιμασίες διαλογής καθορίζεται μια τιμή αποκοπής για την απόφαση σχετικά με τη συμμόρφωση στα αντίστοιχα επίπεδα που ενδιαφέρουν και τα οποία ορίζονται είτε για τα PCDD/F είτε για το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB.

Η παρτίδα δεν συμμορφώνεται με το μέγιστο επίπεδο που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006, εάν το αποτέλεσμα της ανάλυσης για το ανώτατο όριο συγκέντρωσης, που προκύπτει από τη μέθοδο επιβεβαίωσης και επιβεβαιώνεται από δεύτερη ανάλυση ⁽³⁾, υπερβαίνει το μέγιστο πέραν κάθε λογικής αμφιβολίας, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Η αβεβαιότητα της μέτρησης μπορεί να ληφθεί υπόψη σύμφωνα με μία από τις ακόλουθες προσεγγίσεις:

— με υπολογισμό της διευρυμένης αβεβαιότητας, χρησιμοποιώντας συντελεστή κάλυψης 2 που δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95%. Μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται (με τις προδιαγραφές) εάν η τιμή που μετρήθηκε μείον U είναι μεγαλύτερη του καθορισμένου επιτρεπόμενου ορίου. Σε περίπτωση ξεχωριστού προσδιορισμού των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, το άθροισμα των εκτιμήσεων της διευρυμένης αβεβαιότητας των ξεχωριστών αναλυτικών αποτελεσμάτων των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB πρέπει να χρησιμοποιηθεί για τις εκτιμήσεις της διευρυμένης αβεβαιότητας του αθροίσματος των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB,

— με θέσπιση του ορίου απόφασης (CCa) σύμφωνα με τις διατάξεις της απόφασης 2002/657/ΕΚ της Επιτροπής της 14ης Αυγούστου 2002 (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος Ι της εν λόγω απόφασης — στην περίπτωση ουσιών για τις οποίες έχει καθοριστεί επιτρεπόμενο επίπεδο). Μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται (με τις προδιαγραφές) εάν η τιμή που μετρήθηκε είναι ίση ή μεγαλύτερη του CCa.

Οι προαναφερόμενοι κανόνες ισχύουν για τα αποτελέσματα των αναλύσεων που προκύπτουν από το δείγμα που λαμβάνεται για επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση αναλύσεων για σκοπούς υπεράσπισης ή διαίτησας, εφαρμόζεται η εθνική νομοθεσία.

⁽³⁾ Η δεύτερη ανάλυση είναι απαραίτητη για να αποκλειστεί η πιθανότητα εσωτερικής διασταυρούμενης μόλυνσης ή τυχαία ανάμειξη δειγμάτων. Η πρώτη ανάλυση, στην οποία λαμβάνεται υπόψη η αβεβαιότητα της μέτρησης, χρησιμοποιείται για την επαλήθευση της συμμόρφωσης. Στην περίπτωση που η ανάλυση πραγματοποιείται στο πλαίσιο συμβάντος μόλυνσης, η επιβεβαίωση με δεύτερη ανάλυση μπορεί να παραληφθεί όταν τα δείγματα που επελέγησαν για ανάλυση συνδέονται βάσει ιχνηλασιμότητας με το εν λόγω συμβάν.

V. ΥΠΕΡΒΑΣΗ ΤΩΝ ΕΠΙΠΕΔΩΝ ΑΝΑΛΗΨΗΣ ΔΡΑΣΗΣ

Τα επίπεδα ανάληψης δράσης αποτελούν εργαλείο για την επιλογή των δειγμάτων στις περιπτώσεις εκείνες στις οποίες είναι σκόπιμο να προσδιοριστεί η πηγή μόλυνσης και να ληφθούν μέτρα για τη μείωση ή την εξάλειψή της. Με τις μεθόδους διαλογής θεσπίζονται κατάλληλες τιμές αποκοπής για την επιλογή αυτών των δειγμάτων. Οι προσπάθειες που απαιτούνται για τον προσδιορισμό μιας πηγής και τη μείωση ή την εξάλειψη της μόλυνσης καταβάλλονται μόνο σε περίπτωση υπέρβασης του επιπέδου ανάληψης δράσης, η οποία επιβεβαιώνεται μέσω δεύτερης ανάλυσης, με την εφαρμογή μεθόδου επιβεβαίωσης και λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης ⁽⁴⁾.

⁽⁴⁾ Οι εξηγήσεις και οι απαιτήσεις για τη δεύτερη ανάλυση για τον έλεγχο των επιπέδων ανάληψης δράσης είναι ίδιες με εκείνες της υποσημείωσης 3 για τα ανώτατα επίπεδα.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙΙ

Προετοιμασία των δειγμάτων και απαιτήσεις για τις μεθόδους ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών (PCDD/PCDF) και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε ορισμένα τρόφιμα

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Οι απαιτήσεις που καθορίζονται στο παρόν παράρτημα εφαρμόζονται στις αναλύσεις τροφίμων για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των υποκατεστημένων στις θέσεις 2,3,7,8 πολυχλωριωμένων διβενζο-παρα-διοξινών και των πολυχλωριωμένων διβενζοφουρανίων (PCDD/F) και των παρόμοιων με τις διοξίνες πολυχλωριωμένων διφαινυλίων (παρόμοιων με τις διοξίνες PCB) και για άλλους κανονιστικούς σκοπούς.

Ο έλεγχος για την παρουσία των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα μπορεί να διεξαχθεί με δύο διαφορετικούς στόχους:

α) την επιλογή εκείνων των δειγμάτων με επίπεδα PCDD/F και παρόμοιων με τις διοξίνες PCB που υπερβαίνουν τα μέγιστα επίπεδα ή τα επίπεδα ανάληψης δράσης. Η προσέγγιση αυτή μπορεί να περιλαμβάνει μέθοδο διαλογής που επιτρέπει πιο οικονομική επεξεργασία μεγάλων ποσοτήτων δειγμάτων και συνεπώς έχει περισσότερες πιθανότητες να εντοπίσει νέα συμβάντα με υψηλή έκθεση και κινδύνους για την υγεία των καταναλωτών. Οι μέθοδοι διαλογής μπορούν να περιλαμβάνουν βιοαναλυτικές μεθόδους και μεθόδους GC/MS. Η εφαρμογή τους πρέπει να αποσκοπεί στην αποφυγή αποτελεσμάτων ψευδούς συμμόρφωσης. Η συγκέντρωση των PCDD/F και το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα δείγματα με σημαντικά επίπεδα πρέπει να προσδιοριστεί/επιβεβαιωθεί με μια μέθοδο επιβεβαίωσης.

β) τον προσδιορισμό των επιπέδων των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε δείγματα τροφίμων με χαμηλή επιβάρυνση από το περιβάλλον. Αυτό είναι σημαντικό για την παρακολούθηση των χρονικών τάσεων, την αξιολόγηση της έκθεσης του πληθυσμού και τη δημιουργία βάσης δεδομένων για πιθανή εκ νέου αξιολόγηση των επιπέδων ανάληψης δράσης και των μέγιστων επιπέδων. Ο στόχος αυτός επιτυγχάνεται με μεθόδους επιβεβαίωσης που δίνουν τη δυνατότητα οι PCDD/F και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB να ταυτοποιηθούν και να προσδιοριστούν ποσοτικά σαφώς στο επίπεδο που ενδιαφέρει. Αυτές οι μέθοδοι μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την επιβεβαίωση των αποτελεσμάτων από μεθόδους διαλογής και για τον προσδιορισμό των χαμηλών συγκεντρώσεων του υποβάθρου στο πλαίσιο του ελέγχου των τροφίμων. Αυτές οι μέθοδοι είναι επίσης σημαντικές για τον καθορισμό της κατανομής των ισομερών με σκοπό για τον εντοπισμό της πηγής πιθανής μόλυνσης. Επί του παρόντος, οι μέθοδοι αυτές χρησιμοποιούν αέρια χρωματογραφία υψηλής διαχωριστικότητας /φασματομετρίας μαζών υψηλής ανάλυσης (HRGC/HRMS).

2. ΤΑΞΙΝΟΜΗΣΗ ΤΩΝ ΜΕΘΟΔΩΝ ΜΕ ΒΑΣΗ ΤΟΝ ΒΑΘΜΟ ΠΟΣΟΤΙΚΟΥ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΥ ⁽¹⁾

Οι ποιοτικές μέθοδοι παρέχουν απάντηση ναι / όχι ως προς την παρουσία προσδιοριζόμενων ουσιών που ενδιαφέρουν, χωρίς ποσοτική ένδειξη της συγκέντρωσης της υποτιθέμενης προσδιοριζόμενης ουσίας. Αυτές οι μέθοδοι μπορούν να δώσουν ημιποσοτικά αποτελέσματα αλλά χρησιμοποιούνται αποκλειστικά για να απαντήσουν ναι / όχι στο ερώτημα αν τα επίπεδα είναι μεγαλύτερα ή μικρότερα από μια ορισμένη τιμή, π.χ. όριο ανίχνευσης, όριο ποσοτικού προσδιορισμού ή τιμές αποκοπής.

Όσον αφορά τον έλεγχο των μέγιστων επιπέδων και των επιπέδων ανάληψης δράσης για PCDD/F και τα παρόμοια με διοξίνες PCB στα τρόφιμα, μπορούν να εφαρμοστούν μέθοδοι διαλογής που βασίζονται στη σύγκριση του αποτελέσματος της ανάλυσης με μια τιμή αποκοπής και να προκύψει θετική/αρνητική απόφαση για την ένδειξη πιθανής υπέρβασης του επιπέδου που ενδιαφέρει. Για το σκοπό αυτό εισήχθησαν οι βιοαναλυτικές μέθοδοι. Γενικά, μπορούν να αναπτυχθούν επίσης φυσικοχημικές μέθοδοι. Ωστόσο, όσον αφορά τα μέγιστα επίπεδα και τα επίπεδα ανάληψης δράσης βάσει των TEQ και τη σύνθετη ανάλυση με τον απαιτούμενο καθορισμό των σχετικών μεμονωμένων ομοειδών, δεν υπάρχουν πρακτικά παραδείγματα.

Οι ημιποσοτικές μέθοδοι παρέχουν μια κατά προσέγγιση ένδειξη της συγκέντρωσης που μπορεί να είναι χρήσιμη ως πληροφορία για το εύρος συγκέντρωσης της προσδιοριζόμενης ουσίας και βοηθά τον αναλυτή να αποφασίσει τα όρια βαθμονόμησης για την δοκιμή επιβεβαίωσης που γίνεται στη συνέχεια και για σκοπούς ελέγχου ποιότητας. Τα παραδείγματα περιλαμβάνουν:

- βιοαναλυτικές μεθόδους που μπορούν να ανιχνεύσουν τις προσδιοριζόμενες ουσίες που ενδιαφέρουν, περιλαμβάνουν καμπύλη βαθμονόμησης, παρέχουν απόφαση θετική/αρνητική για την ένδειξη όσον αφορά πιθανή υπέρβαση του επιπέδου που ενδιαφέρει και επιτρέπουν την αναφορά του αποτελέσματος εκφρασμένου σε βιοαναλυτικά ισοδύναμα (BEQ), που αποτελούν ένδειξη της τιμής TEQ στο δείγμα,
- φυσικοχημική δοκιμή (π.χ. GC-MS/MS ή GC/LRMS) στην οποία τα χαρακτηριστικά της ακρίβειας δεν πληρούν τις απαιτήσεις για τις ποσοτικές δοκιμές.

⁽¹⁾ Προσαρμοσμένοι στους PCDD/F και τις παρόμοιες με τις διοξίνες ενώσεις από το έγγραφο «Κατευθυντήριες γραμμές για την επικύρωση των μεθόδων διαλογής για κατάλοιπα κτηνιατρικών φαρμάκων», εργαστήρια αναφοράς της ΕΕ (EAEE) για τα κατάλοιπα κτηνιατρικών φαρμάκων και επιμολυντών σε τρόφιμα ζωικής προέλευσης σε Fougères, Βερολίνο και Bilthoven, 20/1/2010, http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm

Οι ποσοτικές μέθοδοι πληρούν τις ίδιες απαιτήσεις για την ορθότητα, την περιοχή μετρήσεων και την ακρίβεια όπως οι δοκιμές επιβεβαίωσης. Όταν απαιτείται ποσοτικός προσδιορισμός, αυτές οι μέθοδοι επικυρώνονται ως μέθοδοι επιβεβαίωσης, όπως αναφέρεται λεπτομερώς στο παρόν έγγραφο για τις PCDD/F και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB.

3. ΙΣΤΟΡΙΚΟ

Για τον υπολογισμό των τοξικών ισοδυνάμων (TEQ), οι συγκεντρώσεις των μεμονωμένων ουσιών σε ένα δεδομένο δείγμα πολλαπλασιάζονται με τον αντίστοιχο συντελεστή τοξικής ισοδυναμίας τους (TEF), όπως καθορίζονται από την Παγκόσμια Οργάνωση Υγείας και αναφέρονται στο προσάρτημα του παρόντος παραρτήματος, και στη συνέχεια αθροίζονται για να εξαχθεί η συνολική συγκέντρωση των παρόμοιων με τις διοξίνες ενώσεων εκφρασμένη σε τοξικά ισοδύναμα (TEQ).

Οι μέθοδοι διαλογής και οι μέθοδοι επιβεβαίωσης μπορούν να εφαρμοστούν μόνο για τον έλεγχο συγκεκριμένου υποστρώματος εάν οι μέθοδοι είναι αρκετά ευαίσθητες ώστε να ανιχνεύσουν με αξιόπιστο τρόπο τα επίπεδα στην περιοχή που ενδιαφέρει (επίπεδο ανάληψης δράσης ή μέγιστο επίπεδο).

4. ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΔΙΑΣΦΑΛΙΣΗΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

- Πρέπει να ληφθούν μέτρα για την αποφυγή της διασταυρούμενης μόλυνσης σε κάθε στάδιο της διαδικασίας δειγματοληψίας και ανάλυσης.
- Τα δείγματα πρέπει να αποθηκεύονται και να μεταφέρονται σε κατάλληλα για το σκοπό αυτό δοχεία από γυαλί, αλουμίνιο, πολυπροπυλένιο ή πολυαιθυλένιο, έτσι ώστε να μην επηρεάζεται η περιεκτικότητα των δειγμάτων σε PCDD/F και σε παρόμοιες με τις διοξίνες PCB. Πρέπει να αφαιρούνται τα ίχνη σκόνης χαρτιού από τον περιέκτη του δείγματος.
- Η αποθήκευση και η μεταφορά των δειγμάτων πρέπει να διεξάγεται κατά τρόπο ώστε να διατηρείται η ακεραιότητα του δείγματος του τροφίμου.
- Εφόσον ενδείκνυται, λεπτή άλεση και ενδελεχής ανάμειξη κάθε εργαστηριακού δείγματος με τη χρήση μιας διαδικασίας που έχει αποδειχθεί ότι επιτυγχάνει την πλήρη ομογενοποίηση (π.χ. ώστε να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο σπών 1 mm)· τα δείγματα πρέπει να αποξηραθούν πριν από την άλεση, αν η περιεκτικότητα σε υγρασία είναι πολύ υψηλή.
- Γενικά είναι σημαντικός ο έλεγχος των αντιδραστηρίων, των αντικειμένων από γυαλί και του εξοπλισμού που ενδέχεται να επηρεάσουν τα αποτελέσματα βάσει των TEQ ή BEQ.
- Πρέπει να διεξαχθεί τυφλή ανάλυση που συνίσταται στη διεξαγωγή του συνόλου της αναλυτικής διαδικασίας, αλλά χωρίς να χρησιμοποιηθεί το δείγμα.
- Για τις βιοαναλυτικές μεθόδους, είναι πολύ σημαντικό να εξετάζεται αν όλα τα αντικείμενα από γυαλί και οι διαλύτες που χρησιμοποιούνται στην ανάλυση είναι απαλλαγμένα από ενώσεις που επηρεάζουν την ανίχνευση των ενώσεων-στόχων στο εύρος εργασίας. Τα αντικείμενα από γυαλί πλένονται με διαλύτες ή/και θερμαίνονται σε θερμοκρασίες κατάλληλες για να αφαιρεθούν από την επιφάνειά τους τα ίχνη των PCDD/F, των παρόμοιων με τις διοξίνες ενώσεων και των παρεμποδιστών.
- Η ποσότητα των δειγμάτων που χρησιμοποιούνται για την εκχύλιση πρέπει να είναι αρκετή ώστε να πληρούνται οι απαιτήσεις όσον αφορά ένα επαρκώς χαμηλό εύρος εργασίας συμπεριλαμβανομένων των συγκεντρώσεων που ενδιαφέρουν.
- Κατά τις ειδικές διαδικασίες προετοιμασίας των δειγμάτων που χρησιμοποιούνται για τα υπό εξέταση προϊόντα τηρούνται οι διεθνώς αποδεκτές κατευθυντήριες γραμμές.
- Στην περίπτωση των ψαριών, πρέπει να αφαιρεθεί το δέρμα επειδή το μέγιστο επίπεδο ισχύει για τους μυς χωρίς το δέρμα. Ωστόσο, είναι αναγκαίο όλα τα υπολείμματα σάρκας και λιπώδους ιστού που βρίσκονται στην εσωτερική πλευρά του δέρματος να αφαιρεθούν προσεκτικά και πλήρως από το δέρμα και να προστεθούν στο δείγμα που θα αναλυθεί.

5. ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑ

- Σύμφωνα με τις διατάξεις του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004, η διαπίστευση των εργαστηρίων γίνεται από αναγνωρισμένο οργανισμό που λειτουργεί σύμφωνα με τον οδηγό ISO 58, ώστε να εξασφαλίζεται ότι τα εργαστήρια εφαρμόζουν μεθόδους διασφάλισης της ποιότητας. Η διαπίστευση των εργαστηρίων πραγματοποιείται σύμφωνα με το πρότυπο EN ISO/IEC 17025.
- Η επάρκεια των εργαστηρίων πρέπει να αποδεικνύεται με συνεχή επιτυχή συμμετοχή σε διεργαστηριακές μελέτες για τον προσδιορισμό των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB σε σχετικά υποστρώματα τροφίμων και εύρος συγκεντρώσεών.
- Τα εργαστήρια που εφαρμόζουν μεθόδους διαλογής για έλεγχο ρουτίνας των δειγμάτων συνεργάζονται στενά με τα εργαστήρια που εφαρμόζουν μεθόδους επιβεβαίωσης, τόσο για τον έλεγχο ποιότητας όσο και για την επιβεβαίωση του αναλυτικού αποτελέσματος ύποπτων δειγμάτων.

6. ΒΑΣΙΚΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΤΗΡΕΙ ΜΙΑ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΓΙΑ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ (PCDD/F) ΚΑΙ ΤΑ ΠΑΡΟΜΟΙΑ ΜΕ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ PCB

6.1. Το χαμηλό εύρος εργασίας και τα όρια ποσοτικού προσδιορισμού

- Όσον αφορά τις PCDD/F, οι ανιχνεύσιμες ποσότητες πρέπει να είναι στο ανώτερο φάσμα των femtogram (10^{-15} g) εξαιτίας της εξαιρετικής τοξικότητας ορισμένων από τις ενώσεις αυτές. Για τα περισσότερα ομοειδή PCB, το όριο του ποσοτικού προσδιορισμού στο φάσμα των νανογραμμάρων (10^{-9} g) είναι ήδη επαρκές. Ωστόσο, για τη μέτρηση των πιο τοξικών παρόμοιων με τις διοξίνες ομοειδών PCB (ιδίως των μη-ορθο-υποκατεστημένων ομοειδών) η κατώτατη τιμή του ελυρους εργασίας πρέπει να φτάνει τα χαμηλά επίπεδα των πικογραμμάρων (10^{-12} g).

6.2. Υψηλή εκλεκτικότητα (ειδικότητα)

- Οι PCDD/F και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB πρέπει να διακρίνονται από πολλές άλλες ενώσεις, που εξάγονται επίσης και πιθανώς παρεμποδίζουν τις ενώσεις που είναι παρούσες σε συγκεντρώσεις έως και ορισμένες τάξεις μεγέδους υψηλότερες από εκείνες των προσδιοριζόμενων ουσιών που ενδιαφέρουν. Για τις μεθόδους αεροχρωματογραφίας/φασματομετρίας μάζας (GC/MS) είναι αναγκαία μια διαφοροποίηση μεταξύ των διαφόρων ομοειδών, όπως μεταξύ των τοξικών (π.χ. των δεκαεπτά 2,3,7,8-υποκατεστημένων PCDD/F και δώδεκα παρόμοιων με τις διοξίνες PCB) και των άλλων ομοειδών.
- Οι βιοαναλυτικές μέθοδοι μπορούν να ανιχνεύσουν τις ενώσεις-στόχους όπως το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB. Ο καθαρισμός των δειγμάτων αποσκοπεί στην αφαίρεση των ενώσεων που προκαλούν ψευδώς μη συμμορφούμενα αποτελέσματα ή ενώσεις που μπορούν να μειώσουν την απόκριση, προκαλώντας αποτελεσμάτων ψευδούς ανταποκρινόμενα.

6.3. Υψηλή ακρίβεια (ορθότητα και πιστότητα, φαινόμενη ανάκτηση βιολογικής δοκιμασίας)

- Για τις μεθόδους GC/MS ο προσδιορισμός παρέχει έγκυρη εκτίμηση της αληθούς συγκέντρωσης σε ένα δείγμα. Η υψηλή ακρίβεια (ακρίβεια της μέτρησης: η εγγύτητα της συμφωνίας μεταξύ του αποτελέσματος της μέτρησης με την αληθή ή αποδοθείσα τιμή του μετρούμενου μεγέθους) είναι αναγκαία για να αποφευχθεί η απόρριψη του αποτελέσματος της ανάλυσης του δείγματος με βάση την κακή αξιοπιστία της εκτίμησης του επιπέδου TEQ. Η ακρίβεια εκφράζεται ως ορθότητα (διαφορά μεταξύ της μέσης τιμής που μετρήθηκε για μια προσδιοριζόμενη ουσία σε ένα πιστοποιημένο υλικό και της πιστοποιημένης τιμής του, που εκφράζεται ως ποσοστό της τιμής αυτής) και ως πιστότητα (RSD_R , σχετική τυπική απόκλιση που υπολογίζεται από τα αποτελέσματα τα οποία προκύπτουν υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας).
- Για τις βιοαναλυτικές μεθόδους προσδιορίζεται η φαινόμενη ανάκτηση βιολογικής δοκιμασίας.

6.4. Επικύρωση στο εύρος του επιπέδου που ενδιαφέρει και γενικά μέτρα ελέγχου ποιότητας

- Τα εργαστήρια αποδεικνύουν την απόδοση μιας μεθόδου στο εύρος του επιπέδου που ενδιαφέρει, π.χ. 0,5, 1 και 2 φορές το επίπεδο που ενδιαφέρει με έναν αποδεκτό συντελεστή μεταβλητότητας για επαναλαμβανόμενες αναλύσεις, κατά τη διάρκεια της διαδικασίας επικύρωσης ή/και κατά τη διάρκεια ανάλυσης ρουτίνας.
- Οι τακτικές τυφλές δοκιμές και πειράματα εμβολιασμού των δειγμάτων ή η ανάλυση των δειγμάτων ελέγχου (κατά προτίμηση, εφόσον είναι διαθέσιμο, πιστοποιημένου υλικού αναφοράς) πρέπει να εκτελούνται ως μέτρα εσωτερικής διασφάλισης της ποιότητας. Τα διαγράμματα ελέγχου ποιότητα (ΕΠ) για τυφλές δοκιμές, τα πειράματα εμβολιασμού ή η ανάλυση των δειγμάτων ελέγχου καταγράφονται και ελέγχονται ώστε να εξασφαλίζεται η αναλυτική επίδοση είναι σύμφωνη με τις απαιτήσεις.

6.5. Όριο ποσοτικού προσδιορισμού

- Για μια βιοαναλυτική μέθοδο διαλογής ο καθορισμός του LOQ δεν είναι απαραίτητη προϋπόθεση αλλά η μέθοδος αποδεικνύει ότι μπορεί να κάνει διάκριση μεταξύ της τιμής τυφλής μέτρησης και της τιμής αποκοπής. Κατά την αναφορά του επιπέδου BEQ καθορίζεται ένα επίπεδο αναφοράς ώστε τα δείγματα να δίνουν αποτελέσματα κάτω από αυτό το επίπεδο. Το επίπεδο αναφοράς πρέπει αποδεδειγμένα να είναι τουλάχιστον τριπλάσιο εκείνου των τυφλών δειγμάτων διαδικασίας, με απόκριση χαμηλότερη από το εύρος εργασίας. Επομένως, υπολογίζεται με βάση δείγματα που περιέχουν περίπου το απαιτούμενο ελάχιστο επίπεδο των ενώσεων-στόχων και όχι με βάση ένα λόγο S/N (σήμα/θόρυβος) ή μια τυφλή δοκιμασία.
- Το όριο ποσοτικού προσδιορισμού (LOQ) για μια μέθοδο επιβεβαίωσης πρέπει να είναι περίπου το ένα πέμπτο του επιπέδου ενδιαφέροντος.

6.6. Κριτήρια ανάλυσης

- Για να προκύψουν αξιόπιστα αποτελέσματα από τις μεθόδους επιβεβαίωσης ή τις μεθόδους διαλογής, πρέπει να ικανοποιούνται τα ακόλουθα κριτήρια για την τιμή TEQ ή την τιμή BEQ, είτε ως συνολική τιμή TEQ (άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB) είτε χωριστά για PCDD/F και παρόμοια με τις διοξίνες PCB.

	Διαλογή με βιοαναλυτικές ή φυσικοχημικές μεθόδους	Μέθοδοι επιβεβαίωσης
Ποσοστό ψευδώς συμμορφούμενων (*)	< 5 %	
Ορθότητα		- 20 % έως + 20 %
Επαναληψιμότητα (RSD _r)	< 20 %	
Ενδοεργαστηριακή αναπαραγωγιμότητα (RSD _R)	< 25 %	< 15 %

(*) όσον αφορά τα ανώτατα επίπεδα

6.7. Ειδικές απαιτήσεις για μεθόδους διαλογής

- Για τη διαλογή μπορούν να χρησιμοποιηθούν τόσο οι μέθοδοι GC/MS όσο και βιοαναλυτικές μέθοδοι. Για τις μεθόδους GC/MS πρέπει να χρησιμοποιηθούν οι απαιτήσεις όπως ορίζονται στο σημείο 7 του παρόντος παραρτήματος. Για τις βιοαναλυτικές μεθόδους με βάση κύτταρα καθορίζονται ειδικές απαιτήσεις στο σημείο 8 του παρόντος παραρτήματος.
- Τα εργαστήρια που εφαρμόζουν μεθόδους διαλογής για τον έλεγχο ρουτίνας των δειγμάτων συνεργάζονται στενά με τα εργαστήρια που εφαρμόζουν μέθοδο επιβεβαίωσης.
- Η επαλήθευση των επιδόσεων της μεθόδου διαλογής είναι αναγκαία κατά τη διάρκεια της ανάλυσης ρουτίνας, μέσω αναλυτικού ελέγχου ποιότητας και μεθόδου διαρκούς επικύρωσης. Πρέπει να υπάρχει πρόγραμμα συνεχούς ελέγχου των ανταποκρινόμενων αποτελεσμάτων.
- Έλεγχος για πιθανή καταστολή της κυτταρικής απόκρισης και για κυτταροτοξικότητα.

Το 20 % των εκχυλισμάτων δειγμάτων υποβάλλονται σε μέτρηση με διαλογή ρουτίνας χωρίς και με την προσθήκη 2,3,7,8-TCDD που αντιστοιχούν στο επίπεδο που ενδιαφέρει, για να ελεγχθεί αν η απόκριση εξαλείφεται ενδεχομένως από παρεμποδιστές που βρίσκονται στο εκχύλισμα δείγματος. Η μετρούμενη συγκέντρωση του εμβολιασμένου δείγματος συγκρίνεται με το άθροισμα της συγκέντρωσης του μη εμβολιασμένου εκχυλισματος με τη συγκέντρωση εμβολιασμού. Αν αυτή η μετρούμενη συγκέντρωση είναι χαμηλότερη της υπολογισθείσας (άθροισμα) συγκέντρωσης κατά περισσότερο από 25 %, αυτό αποτελεί ένδειξη πιθανής καταστολής του σήματος και το αντίστοιχο δείγμα πρέπει να υποβληθεί στην ανάλυση επιβεβαίωσης με GC/HRMS. Τα αποτελέσματα παρακολουθούνται σε διαγράμματα ποιοτικού ελέγχου.

- Έλεγχος ποιότητας σε συμμορφούμενα δείγματα

Περίπου 2 έως 10% των συμμορφούμενων δειγμάτων, ανάλογα με το υπόστρωμα του δείγματος και την εργαστηριακή πείρα, επιβεβαιώνονται με της GC/HRMS.

- Καθορισμός των ποσοστών των ψευδώς συμμορφούμενων με βάση τα στοιχεία του QC.

Καθορίζεται το ποσοστό των αποτελεσμάτων ψευδούς συμμόρφωσης από τη διαλογή των δειγμάτων κάτω και άνω από το μέγιστο επίπεδο ή το επίπεδο ανάλυσης δράσης. Τα πραγματικά ποσοστά ψευδώς συμμορφούμενων είναι κάτω από 5%.

Όταν από τον έλεγχο ποιότητας σε συμμορφούμενα δείγματα προκύπτουν τουλάχιστον 20 επιβεβαιωμένα αποτελέσματα ανά υπόστρωμα/ομάδα υποστρωμάτων, τα συμπεράσματα για το ποσοστό των ψευδώς ανταποκρινόμενων βασίζονται σε αυτά τα στοιχεία. Τα αποτελέσματα από τα δείγματα που αναλύονται με τις δοκιμές δακτυλίου ή κατά τα συμβάντα μόλυνσης, και καλύπτουν εύρος συγκέντρωσης πάνω από π.χ. 2 φορές το μέγιστο επίπεδο, μπορούν να περιληφθούν επίσης στον ελάχιστο αριθμό των 20 αποτελεσμάτων για την αξιολόγηση του ποσοστού των ψευδώς συμμορφούμενων. Τα δείγματα πρέπει να καλύπτουν τη συνηθέστερη τυπική κατανομή ισομερών, και να αντιπροσωπεύουν διάφορες πηγές.

Παρότι οι δοκιμασίες διαλογής αποσκοπούν κατά προτίμηση στην ανίχνευση δειγμάτων που υπερβαίνουν το επίπεδο ανάλυσης δράσης, το κριτήριο προσδιορισμού των ποσοστών των ψευδώς συμμορφούμενων είναι το ανώτατο, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας μέτρησης της μεθόδου επιβεβαίωσης.

- Τα αποτελέσματα της διαλογής που είναι ενδεχομένως μη συμμορφούμενα επαληθεύονται πάντα μέσω μεθόδου επιβεβαίωσης ανάλυσης (GC/HRMS). Τα εν λόγω δείγματα μπορούν επίσης να χρησιμοποιηθούν για την αξιολόγηση του ποσοστού των ψευδώς συμμορφούμενων αποτελεσμάτων. Για τις μεθόδους διαλογής το ποσοστό των «ψευδώς συμμορφούμενων αποτελεσμάτων» είναι το μέρος των αποτελεσμάτων των οποίων η συμμόρφωση επιβεβαιώνεται μέσω της ανάλυσης επιβεβαίωσης GC/HRMS, ενώ στην προηγούμενη διαλογή είχε δηλωθεί ότι υπήρχαν υπόνοιες ότι το δείγμα ήταν μη συμμορφούμενο. Ωστόσο, η αξιολόγηση των πλεονεκτημάτων της μεθόδου διαλογής βασίζεται στη σύγκριση των ψευδώς μη συμμορφούμενων δειγμάτων με τον συνολικό αριθμό των δειγμάτων που υποβάλλονται σε έλεγχο. Αυτό το ποσοστό είναι αρκετά χαμηλό ώστε η χρήση της μεθόδου διαλογής να είναι πλεονεκτική.

- Τουλάχιστον με βάση τους όρους επικύρωσης, οι βιοαναλυτικές μέθοδοι παρέχουν έγκυρη ένδειξη του επιπέδου TEQ, υπολογισμένου και εκφρασμένου σε BEQ.
- Επίσης για τις βιοαναλυτικές μεθόδους που εφαρμόζονται σε συνθήκες επαναληψιμότητας, η διεργαστηριακή RSD_T είναι κατά κανόνα μικρότερη από την αναπαραγωγιμότητα RSD_R.

7. ΕΙΔΙΚΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥΣ GC/HRMS ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΤΗΡΟΥΝΤΑΙ ΓΙΑ ΤΙΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ ΔΙΑΛΟΓΗΣ Ή ΕΠΙΒΕΒΑΙΩΣΗΣ

7.1. Γενικές απαιτήσεις

- Η διαφορά μεταξύ του ανώτατου ορίου και του κατώτατου ορίου συγκέντρωσης δεν υπερβαίνει το 20% για τα τρόφιμα με μόλυνση περίπου 1 pg WHO-TEQ/g λίπους (βασισμένη στο άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB). Για τα τρόφιμα με χαμηλή περιεκτικότητα σε λιπαρά πρέπει να εφαρμόζονται οι ίδιες απαιτήσεις για τα επίπεδα μόλυνσης, περίπου 1 pg WHO-TEQ/g προϊόντος. Για χαμηλότερα επίπεδα μόλυνσης, π.χ. 0,5 pg WHO-TEQ/g προϊόντος, η διαφορά μεταξύ ανώτατου ορίου συγκέντρωσης και κατώτατου ορίου συγκέντρωσης μπορεί να βρίσκεται στο εύρος του 25 έως 40%.

7.2. Έλεγχος ποσοτών ανάκτησης

- Η προσθήκη υποκατεστημένων με χλώριο στις θέσεις 2, 3, 7, 8, εσωτερικών προτύπων PCDD/F με ισοτοπική επισήμανση ¹³C και των εσωτερικών προτύπων των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB με ισοτοπική επισήμανση ¹³C πρέπει να πραγματοποιηθεί πολύ νωρίς, στην αρχή της μεθόδου ανάλυσης, π.χ. πριν από την εκχύλιση, προκειμένου να επικυρωθεί η αναλυτική διαδικασία. Πρέπει να προστεθεί τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία για καθεμία από τις ομόλογες ομάδες PCDD/F των τετρα- έως οκτα-χλωριωμένων ομόλογων ομάδων και τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία για καθεμία από τις ομόλογες ομάδες των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB (εναλλακτικά, τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία για κάθε φασματομετρικά επιλεγμένη συνάρτηση καταγραφής ιόντων που χρησιμοποιείται για την παρακολούθηση των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB). Στην περίπτωση των μεθόδων επιβεβαίωσης, χρησιμοποιούνται και τα 17 εσωτερικά πρότυπα PCDD/F υποκατεστημένα στις θέσεις 2,3,7,8 με ισοτοπική επισήμανση ¹³C και τα 12 εσωτερικά πρότυπα των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB με ισοτοπική επισήμανση ¹³C.
- Πρέπει επίσης να προσδιοριστούν οι σχετικοί συντελεστές απόκρισης για εκείνες τις ομοειδείς ουσίες για τις οποίες δεν προστίθεται κανένα ανάλογο με ισοτοπική επισήμανση ¹³C με τη χρησιμοποίηση των κατάλληλων διαλυμάτων.
- Για τα τρόφιμα φυτικής προέλευσης και τα τρόφιμα ζωικής προέλευσης που περιέχουν λιγότερο από 10% λίπος, η προσθήκη των εσωτερικών προτύπων είναι υποχρεωτική πριν από την εκχύλιση. Για τα τρόφιμα ζωικής προέλευσης που περιέχουν περισσότερο από 10% λίπος, τα εσωτερικά πρότυπα μπορούν να προστεθούν είτε πριν από την εκχύλιση είτε μετά την εκχύλιση του λίπους. Πραγματοποιείται κατάλληλη επικύρωση της αποτελεσματικότητας της εκχύλισης, ανάλογα με το στάδιο στο οποίο εισάγονται εσωτερικά πρότυπα και ανάλογα με το αν τα αποτελέσματα αναφέρονται με βάση το προϊόν ή το λίπος.
- Πριν από την ανάλυση GC/MS, πρέπει να προστεθούν 1 ή 2 πρότυπο(-α) ανάκτησης (υποκατάστατο).
- Ο έλεγχος της ανάκτησης είναι αναγκαίος. Για τις μεθόδους επιβεβαίωσης, τα ποσοστά ανάκτησης των μεμονωμένων εσωτερικών προτύπων κυμαίνονται από 60 έως 120%. Χαμηλότερα ή υψηλότερα ποσοστά ανάκτησης για μεμονωμένες ομοειδείς ουσίες, ιδίως ορισμένες επτα- και οκτα-χλωριωμένες διβενζοδιοξίνες και διβενζοφουράνια, είναι αποδεκτά υπό τον όρο ότι η συμβολή τους στην τιμή TEQ δεν υπερβαίνει το 10 % της συνολικής τιμής TEQ (με βάση το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB). Για τις μεθόδους διαλογής GC/MS τα ποσοστά ανάκτησης κυμαίνονται από 30 έως 140 %.

7.3. Αφαίρεση ενώσεων ενώσεων που παρεμποδίζουν

- Πραγματοποιείται διαχωρισμός των PCDD/F από τις παρεμποδίζουσες χλωριωμένες ενώσεις, όπως τα μη παρόμοια με τις διοξίνες PCB και οι χλωριωμένοι διφαινυλικοί αιθέρες, μέσω κατάλληλων χρωματογραφικών τεχνικών (κατά προτίμηση με στήλη florisil, αλουμίνας ή/και άνθρακα).
- Ο διαχωρισμός των ισομερών με αέρια χρωματογραφία είναι επαρκής (< 25% κορυφή με κορυφή μεταξύ 1,2,3,4,7,8-HxCDF και 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

7.4. Βαθμονόμηση με πρότυπη καμπύλη

- Το εύρος της καμπύλης βαθμονόμησης καλύπτει το σχετικό εύρος των επιπέδων που ενδιαφέρουν.

8. ΕΙΔΙΚΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΙΣ ΒΙΟΑΝΑΛΥΤΙΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΥΣ

Οι βιοαναλυτικές μέθοδοι είναι μέθοδοι που βασίζονται στη χρήση βιολογικών αρχών όπως οι δοκιμασίες με βάση κύτταρα, οι δοκιμασίες με υποδοχείς ή οι ανοσολογικές δοκιμασίες. Το παρόν σημείο 8 καθορίζει απαιτήσεις για βιοαναλυτικές μεθόδους γενικά.

Κατ' αρχήν, μια μέθοδος διαλογής ταξινομεί ένα δείγμα ως συμμορφούμενο ή πιθανώς μη συμμορφούμενο. Για τον σκοπό αυτό το υπολογιζόμενο επίπεδο BEQ συγκρίνεται με την τιμή αποκοπής (βλέπε 8.3). Τα δείγματα κάτω από την τιμή αποκοπής δηλώνονται ως συμμορφούμενα, τα δείγματα που βρίσκονται στην τιμή αποκοπής ή πάνω από αυτήν υπάρχουν υπόνοιες ότι είναι μη συμμορφούμενα, και χρειάζονται ανάλυση με μέθοδο επιβεβαίωσης. Στην πράξη, ένα επίπεδο BEQ που αντιστοιχεί στα 2/3 του μέγιστου επιπέδου μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως η πιο κατάλληλη τιμή αποκοπής που εξασφαλίζει ένα ποσοστό ψευδώς συμμορφούμενων κάτω από 5 % και ένα αποδεκτό ποσοστό για ψευδώς μη συμμορφούμενα αποτελέσματα. Με χωριστά μέγιστα επίπεδα για PCDD/F και για το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, ο έλεγχος της συμμόρφωσης των δειγμάτων χωρίς κλασμάτωση απαιτεί κατάλληλες τιμές αποκοπής για τη βιολογική δοκιμασία για τις PCDD/F. Για τον έλεγχο των δειγμάτων που υπερβαίνουν τα επίπεδα ανάλυσης δράσης, η τιμή αποκοπής μπορεί να είναι ένα κατάλληλο ποσοστό του αντίστοιχου επιπέδου που ενδιαφέρει.

Επίσης, στην περίπτωση ορισμένων βιοαναλυτικών μεθόδων μπορεί να δοθεί για τα δείγματα στο εύρος εργασίας ενδεικτικό επίπεδο εκφρασμένο σε BEQ, το οποίο να υπερβαίνει το όριο αναφοράς (βλέπε 8.1.1 και 8.1.6).

8.1. Αξιολόγηση της απόκρισης στη δοκιμή

8.1.1. Γενικές απαιτήσεις

— Κατά τον υπολογισμό των συγκεντρώσεων σε μια καμπύλη βαθμονόμησης TCDD οι τιμές στο χαμηλότερο και υψηλότερο άκρο της καμπύλης θα δείχνουν σημαντική διαφορά [μεγάλος συντελεστής μεταβλητότητας (CV)]. Το εύρος εργασίας είναι η περιοχή στην οποία αυτή η CV είναι μικρότερη από 15 %. Το χαμηλότερο άκρο του εύρους εργασίας (όριο αναφοράς) πρέπει επίσης να βρίσκεται σε σημαντικό βαθμό (τουλάχιστον τριπλάσιο) πάνω από την τυφλή διαδικασία. Το ανώτερο άκρο του εύρους εργασίας αντιπροσωπεύεται συνήθως από την τιμή EC₇₀ (70 % της μέγιστης πραγματικής συγκέντρωσης), αλλά είναι σε χαμηλότερο επίπεδο αν η CV είναι υψηλότερη από το 15 % σε αυτό το εύρος. Το πεδίο εργασίας καθορίζεται κατά την επικύρωση. Η τιμή αποκοπής (8.3) πρέπει να βρίσκεται εντός του εύρους εργασίας.

— Τα πρότυπα διαλύματα και τα εκχυλίσματα των δειγμάτων υποβάλλονται σε δοκιμασία τουλάχιστον εις διπλούν. Σε περίπτωση δοκιμασιών εις διπλούν ένα πρότυπο διάλυμα ή ένα πρότυπο εκχύλισμα που υποβάλλεται σε δοκιμή καταναμεμημένο σε 4 έως 6 θήκες σε όλη την πλάκα παράγει απόκριση ή συγκέντρωση (δυνατό μόνο στο εύρος εργασίας) με βάση CV < 15 %.

8.1.2. Βαθμονόμηση

8.1.2.1. Βαθμονόμηση με πρότυπη καμπύλη

— Τα επίπεδα στα δείγματα μπορούν να εκτιμηθούν με σύγκριση της απόκρισης της δοκιμής με μια καμπύλη βαθμονόμησης των TCDD (ή των PCB 126 ή ενός τυποποιημένου μείγματος PCDD/F/παρόμοιου με τις διοξίνες PCB) για τον υπολογισμό του επιπέδου BEQ στο εκχύλισμα και κατόπιν στο δείγμα.

— Η καμπύλη βαθμονόμησης περιέχει 8 έως 12 συγκεντρώσεις (τουλάχιστον εις διπλούν), με επαρκή αριθμό συγκεντρώσεων στο χαμηλότερο τμήμα της καμπύλης (εύρις εργασίας). Αποδίδεται ιδιαίτερη προσοχή στην ποιότητα της προσαρμογής της καμπύλης στο εύρος εργασίας. Οι τιμές R² ως τέτοιες έχουν μικρή ή καμία αξία για την εκτίμηση της καταλληλότητας της προσαρμογής σε μη γραμμική παλινδρόμηση. Θα επιτευχθεί καλύτερη προσαρμογή με την ελαχιστοποίηση της διαφοράς μεταξύ των υπολογιζόμενων και των παρατηρούμενων επιπέδων στο εύρος εργασίας της καμπύλης (π.χ. με την ελαχιστοποίηση του αθροίσματος των τετραγώνων των υπολοίπων).

— Στη συνέχεια το επίπεδο που υπολογίστηκε στο εκχύλισμα του δείγματος διορθώνεται για το επίπεδο BEQ που προκύπτει από ένα τυφλό δείγμα υποστρώματος/διαλύτη (για να ληφθούν υπόψη οι προσμείξεις από διαλύτες και χημικά που χρησιμοποιήθηκαν), και για την φαινόμενη ανάκτηση (που υπολογίζεται από το επίπεδο BEQ κατάλληλων δειγμάτων αναφοράς με αντιπροσωπευτική τυπική κατανομή ισομερών περίπου στο επίπεδο ενδιαφέροντος). Για να γίνει η διόρθωση για το ποσοστό ανάκτησης η φαινόμενη ανάκτηση πρέπει να είναι πάντα εντός του απαιτούμενου εύρους (βλέπε σημείο 8.1.4). Τα δείγματα αναφοράς που χρησιμοποιούνται για τη διόρθωση για το ποσοστό ανάκτησης πρέπει να πληρούν τις απαιτήσεις του σημείου 8.2.

8.1.2.2. Βαθμονόμηση με δείγματα αναφοράς

Εναλλακτικά, μπορεί να χρησιμοποιηθεί μια καμπύλη βαθμονόμησης με βάση τουλάχιστον 4 δείγματα αναφοράς (βλέπε σημείο 8.2: ένα τυφλό δείγμα υποστρώματος, συν τρία δείγματα αναφοράς σε 0,5 φορές, 1,0 φορά και 2,0 φορές το επίπεδο που ενδιαφέρει) περίπου στο επίπεδο που ενδιαφέρει, με αποτέλεσμα να μην υπάρχει πλέον ανάγκη για διόρθωση τυφλού και ανάκτηση. Στην περίπτωση αυτή η απόκριση της δοκιμής που αντιστοιχεί στα 2/3 του μέγιστου επιπέδου (βλέπε 8.3) μπορεί να υπολογιστεί άμεσα από τα δείγματα αυτά και να χρησιμοποιηθεί ως τιμή αποκοπής. Για τον έλεγχο των δειγμάτων που υπερβαίνουν τα επίπεδα ανάλυσης δράσης, η τιμή αποκοπής μπορεί να είναι ένα κατάλληλο ποσοστό αυτών των επιπέδων ανάλυσης δράσης.

8.1.3. Χωριστός προσδιορισμός των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB

Τα εκχυλίσματα μπορούν να διαχωριστούν σε μέρη που περιέχουν PCDD/F και παρόμοια με τις διοξίνες PCB, έτσι ώστε να αναφέρονται χωριστά τα επίπεδα TEQ (σε BEQ) των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB. Η πρότυπη καμπύλη βαθμονόμησης των PCB 126 χρησιμοποιείται κατά προτίμηση για την αξιολόγηση των αποτελεσμάτων για το τμήμα που περιέχει τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB.

8.1.4. Φαινόμενες ανακτήσεις βιολογικής διαδικασίας

Η «φαινόμενη ανάκτηση βιολογικής διαδικασίας» υπολογίζεται από κατάλληλα δείγματα αναφοράς με αντιπροσωπευτική τυπική κατανομή ισομερών, περίπου στο επίπεδο που ενδιαφέρει και εκφράζεται ως ποσοστό του επιπέδου BEQ σε σύγκριση με το επίπεδο TEQ. Ανάλογα με τον τύπο της δοκιμασίας και των TEF⁽¹⁾ που χρησιμοποιείται, οι διαφορές μεταξύ των συντελεστών TEF και REP για τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB μπορούν να προκαλέσουν χαμηλά ποσοστά φαινόμενης ανάκτησης για τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB σε σύγκριση με τα PCDD/F. Επομένως, σε περίπτωση χωριστού καθορισμού των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, οι ανακτήσεις βιολογικής δοκιμασίας είναι: για τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB 25 % έως 60 %, για τα PCDD/F 50 % έως 130 % (το εύρος που ισχύει για την καμπύλη βαθμονόμησης TCDD). Επειδή η συμβολή των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στο άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB μπορεί να είναι διαφορετική μεταξύ των διαφορετικών υποστρωμάτων και δειγμάτων, η φαινόμενη ανάκτηση βιολογικής δοκιμασίας.

8.1.5. Έλεγχος των ποσοστών ανάκτησης για τον καθαρισμό

— Η απώλεια ενώσεων κατά τη διάρκεια του καθαρισμού ελέγχεται κατά την επικύρωση. Ένα τυφλό δείγμα εμβολιασμένο με μείγμα των διαφόρων ομοειδών υποβάλλεται σε καθαρισμό ($n = 3$ τουλάχιστον) και η ανάκτηση και μεμβλητικότητα ελέγχονται με την ανάλυση GC/HRMS. Η ανάκτηση είναι από 60 έως 120 %, ιδίως για ομοειδή που συμβάλλουν πάνω από 10 % στο επίπεδο TEQ σε διάφορα μείγματα.

8.1.6. Όριο αναφοράς

— Κατά την αναφορά του επιπέδου BEQ, πρέπει να καθορίζεται ένα όριο αναφοράς από σχετικά υποστρώματα που περιέχουν τυπική κατανομή ισομερών, αλλά όχι από την καμπύλη βαθμονόμησης του προτύπου εξαιτίας της μικρής ακρίβειας στο χαμηλότερο όριο της καμπύλης. Οι επιδράσεις από την εκχύλιση και τον καθαρισμό πρέπει να ληφθούν υπόψη. Το όριο αναφοράς πρέπει να οριστεί σημαντικά (τουλάχιστον 3 φορές) πάνω από το σήμα του τυφλού δείγματος.

8.2. Χρήση δειγμάτων αναφοράς

— Τα δείγματα αναφοράς αντιπροσωπεύουν το υπόστρωμα του δείγματος, την τυπική κατανομή ισομερών και το εύρος συγκέντρωσης για τα PCDD/F και τα παρόμοια με τις PCB περίπου στο επίπεδο που ενδιαφέρει (μέγιστο επίπεδο ή επίπεδο ανάληψης δράσης).

— Μια τυφλή διαδικασία, ή κατά προτίμηση ένα τυφλό υπόστρωμα, και ένα δείγμα αναφοράς στο επίπεδο που ενδιαφέρει πρέπει να περιλαμβάνονται σε κάθε σειρά δοκιμών. Αυτά τα δείγματα πρέπει να υποβάλλονται σε εκχύλιση και σε δοκιμασία ταυτόχρονα υπό τις ίδιες συνθήκες. Το δείγμα αναφοράς πρέπει να παρουσιάζει μια σαφώς υψηλότερη απόκριση σε σύγκριση με το τυφλό δείγμα και να εξασφαλίζεται έτσι η καταλληλότητα της δοκιμής. Αυτά τα δείγματα μπορούν να χρησιμοποιηθούν για διόρθωση τυφλού και ανάκτηση.

— Τα δείγματα αναφοράς που επιλέγονται για να γίνει μια διόρθωση για ανάκτηση είναι αντιπροσωπευτικά για τα δείγματα της δοκιμής, δηλαδή η κατανομή των ισομερών δεν οδηγεί σε υποτίμηση των επιπέδων.

— Μπορούν να συμπεριληφθούν επιπλέον δείγματα αναφοράς με συγκέντρωση π.χ. σε 0,5 φορές και 2 φορές του επιπέδου που ενδιαφέρει, ώστε να αποδειχτεί η ορθή απόδοση της δοκιμασίας στο φάσμα που ενδιαφέρει για τον έλεγχο του επιπέδου που ενδιαφέρει. Αυτά τα δείγματα, συνδυασμένα, μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τον υπολογισμό των επιπέδων BEQ στα δείγματα των δοκιμών (8.1.2.2).

8.3. Καθορισμός των τιμών αποκοπής

Η σχέση μεταξύ των βιοαναλυτικών αποτελεσμάτων σε BEQ και των αποτελεσμάτων της GC/HRMS σε TEQ καθορίζονται [π.χ. με πειράματα βαθμονόμησης συμβατής για το υπόστρωμα, που περιλαμβάνει δείγματα αναφοράς εμβολιασμένα με 0, 0,5 φορές, 1 φορά και 2 φορές το μέγιστο επίπεδο (ME), με 6 επαναλήψεις για κάθε επίπεδο ($n=24$)]. Οι διορθωτικοί συντελεστές (τυφλού και ανάκτηση) μπορούν να εκτιμηθούν από αυτή τη σχέση αλλά ελέγχονται σε κάθε σειρά δοκιμών με τη συμπεριληφθείσα τυφλών δειγμάτων και δειγμάτων ανάκτησης (8.2).

Οι τιμές αποκοπής καθορίζονται για την απόφαση σχετικά με το αν ένα δείγμα ανταποκρίνεται στα μέγιστα επίπεδα ή για τον έλεγχο των επιπέδων ανάληψης δράσης, αν ενδιαφέρουν, με τα αντίστοιχα επίπεδα που ενδιαφέρουν και ορίστηκαν είτε μόνο για τα PCDD/F και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB, είτε για το άθροισμα των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB. Εκφράζονται από το χαμηλότερο άκρο της κατανομής των βιοαναλυτικών αποτελεσμάτων (που διορθώνονται για τυφλό και ποσοστό ανάκτησης) τα οποία αντιστοιχούν στο όριο απόφασης GC/HRMS βάσει επιπέδου εμπιστοσύνης 95 %, με ποσοστό ψευδώς ανταποκρινόμενων < 5 %, και $RSD_R < 25$ %. Το όριο απόφασης της GC/HRMS είναι το μέγιστο επίπεδο, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Στην πράξη, η τιμή αποκοπής (σε BEQ) μπορεί να υπολογιστεί με τις ακόλουθες μεθόδους (βλέπε σχήμα 1):

⁽¹⁾ Οι τρέχουσες απαιτήσεις βασίζονται στα TEF που δημοσιεύτηκε στο: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).

8.3.1. Χρήση του χαμηλότερου φάσματος του 95% του διαστήματος πρόβλεψης στο όριο απόφασης GC/HRMS

$$\text{Τιμή αποκοπής} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - s_{y,x} * t_{\alpha, f=m-2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

όπου:

BEQ_{DL} το BEQ αντιστοιχεί στο όριο απόφασης GC/HRMS και είναι το ΜΕ συμπεριλαμβανομένης της αβεβαιότητας της μέτρησης

$s_{y,x}$ τυπική απόκλιση των υπολοίπων

$t_{\alpha, f=m-2}$ ο συντελεστής Student ($\alpha = 5\%$, $f = \text{βαθμοί ελευθερίας, μόνο μία πλευρά}$)

m συνολικός αριθμός σημείων βαθμονόμησης (δείκτης j)

n αριθμός επαναλήψεων σε κάθε επίπεδο

x_i Συγκέντρωση δειγμάτων GC/HRMS (σε TEQ) του σημείου βαθμονόμησης i

\bar{x} μέση τιμή των συγκεντρώσεων (σε TEQ) όλων των δειγμάτων βαθμονόμησης

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2$ παράμετρος του αθροίσματος των τετραγώνων, $i = \text{δείκτης του σημείου βαθμονόμησης}$

8.3.2. Ο υπολογισμός των βιοαναλυτικών αποτελεσμάτων (που διορθώνονται για τυφλό και ποσοστό ανάκτησης) πολλών αναλύσεων επιμολυσμένων δειγμάτων ($n \geq 6$) στο επίπεδο του ορίου της απόφασης με τη μέθοδο GC/HRMS, όπως το χαμηλότερο άκρο της κατανομής των στοιχείων που αντιστοιχούν στη μέση τιμή BEQ:

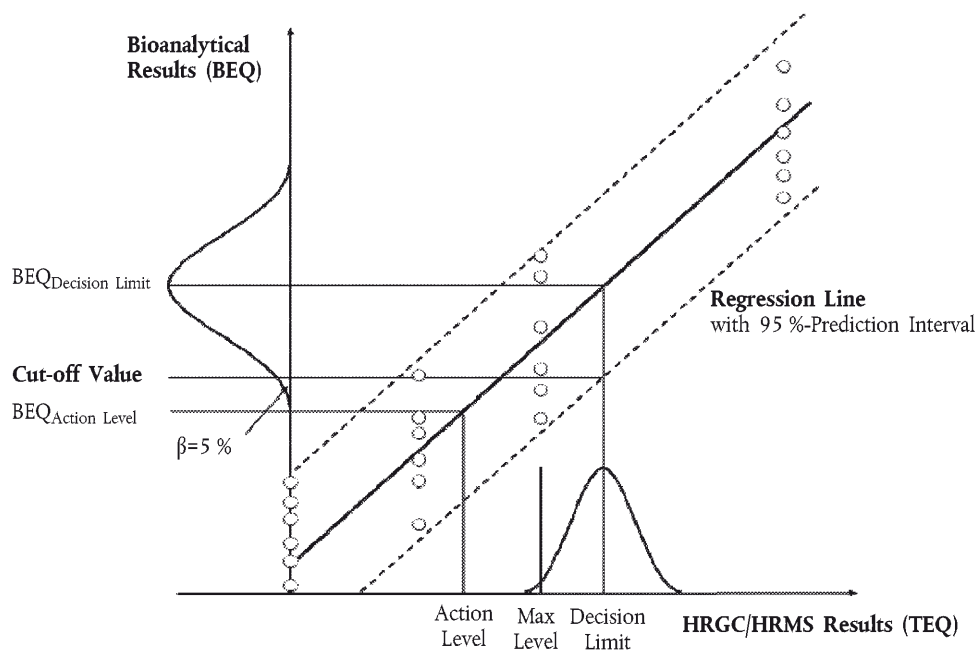
$$\text{Τιμή αποκοπής} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 * \text{SD}_R$$

όπου:

SD_R τυπική απόκλιση των αποτελεσμάτων των βιολογικών δοκιμασιών σε BEQ_{DL} , μετρημένα σε συνθήκες επαναληψιμότητας εντός εργαστηρίου

8.3.3. Υπολογισμός των βιοαναλυτικών αποτελεσμάτων (σε BEQ, που διορθώνονται για τυφλό και ποσοστό ανάκτησης) ως μέση τιμή πολλών αναλύσεων δειγμάτων ($n \geq 6$) μολυσμένων κατά τα 2/3 του επιπέδου ενδιαφέροντος. Αυτή η διαδικασία βασίζεται στην παρατήρηση ότι αυτό το επίπεδο θα είναι περίπου η τιμή αποκοπής που καθορίζεται στο σημείο 8.3.1 ή 8.3.2.

Γράφημα 1



Ο υπολογισμός των τιμών αποκοπής με βάση επίπεδο εμπιστοσύνης 95 %, με ποσοστό ψευδώς συμμορφούμενων < 5 % και $RSD_R < 25$ %: 1. από το χαμηλότερο φάσμα του 95 % του διαστήματος πρόβλεψης στο όριο απόφασης HRGC/HRMS, 2. από πολλές αναλύσεις δειγμάτων ($n \geq 6$) επιμολυσμένων στο επίπεδο του ορίου της απόφασης με τη μέθοδο HRGC/HRMS, όπως το χαμηλότερο άκρο της κατανομής των στοιχείων (που παρουσιάζεται στο γράφημα με κωδωνοειδής καμπύλη) που αντιστοιχούν στη μέση τιμή BEQ.

8.3.4. Περιορισμοί των τιμών αποκοπής:

Οι τιμές αποκοπής βάσει των BEQ που υπολογίζονται από την RSD_R και επιτυγχάνονται κατά την επικύρωση με τη χρήση περιορισμένου αριθμού δειγμάτων με διαφορετικά υποστρώματα/κατανομή ισομερών μπορεί να είναι υψηλότερες από τα επίπεδα που ενδιαφέρουν βάσει των TEQ λόγω της μεγαλύτερης ακρίβειας από εκείνη που επιτυγχάνεται συνήθως όταν πρέπει να ελεγχθεί ένα άγνωστο φάσμα πιθανής κατανομής ισομερών. Σε αυτές τις περιπτώσεις οι τιμές αποκοπής υπολογίζονται από μια $RSD_R = 25$ %, ή προτιμώνται τα δύο τρίτα του επιπέδου ενδιαφέροντος.

8.4. Χαρακτηριστικά επιδόσεων

- Καθώς δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν εσωτερικά πρότυπα σε βιολογικές δοκιμασίες, πραγματοποιούνται οι δοκιμές επαναληψιμότητας προκειμένου να αντληθούν πληροφορίες σχετικά με την τυπική απόκλιση στα πλαίσια μιας σειράς δοκιμών και μεταξύ σειρών δοκιμών. Η επαναληψιμότητα είναι κάτω από 20 % και η διεργαστηριακή αναπαραγωγιμότητα κάτω από 25 %. Αυτό βασίζεται στα υπολογιζόμενα επίπεδα σε BEQ μετά τη διόρθωση τυφλού και ποσοστού ανάκτησης.
- Στο πλαίσιο της διαδικασίας επικύρωσης η δοκιμή πρέπει να αποδεικνύει ότι μπορεί να γίνει διάκριση μεταξύ ενός τυφλού δείγματος και ενός επιπέδου στην τιμή αποκοπής, επιτρέποντας έτσι την ταυτοποίηση των δειγμάτων πάνω από την αντίστοιχη τιμή αποκοπής (βλέπε 8.1.2).
- Ορίζονται οι ενώσεις-στόχοι, οι πιθανές παρεμποδίσεις και τα μέγιστα ανεκτά επίπεδα τυφλού.
- Η ποσοστιαία τυπική απόκλιση στην απόκριση ή τη συγκέντρωση που υπολογίζεται με βάση την απόκριση (είναι δυνατόν μόνο σε πεδίο εργασίας) σε έναν τριπλό προσδιορισμό για εκχύλιμα δείγματος δεν πρέπει να είναι άνω του 15 %.
- Τα μη διορθωμένα αποτελέσματα του δείγματος/των δειγμάτων αναφοράς σε BEQs (τυφλό και επίπεδο που ενδιαφέρει) χρησιμοποιούνται για την αξιολόγηση της απόδοσης της βιοαναλυτικής μεθόδου για μια σταθερή χρονική περίοδο.
- Τα διαγράμματα ελέγχου ποιότητας (ΕΠ) για τα τυφλά δείγματα και κάθε είδος δείγμα αναφοράς καταγράφονται και ελέγχονται ώστε να εξασφαλιστεί ότι η επίδοση της ανάλυσης είναι σύμφωνη με τις απαιτήσεις, ιδίως για τις τυφλές διαδικασίες όσον αφορά την απαιτούμενη ελάχιστη διαφορά με το χαμηλότερο άκρο του εύρους εργασίας και για τα δείγματα αναφοράς όσον αφορά την ενδοεργαστηριακή αναπαραγωγιμότητα. Οι τυφλές διαδικασίες πρέπει να ελέγχονται καλά προκειμένου να αποφεύγονται τα αποτελέσματα ψευδούς συμμόρφωσης σε περίπτωση αφαιρέσεώς τους.
- Τα αποτελέσματα των αναλύσεων GC/HRMS των δειγμάτων για τα οποία υπάρχουν υπόνοιες ότι είναι μη ανταποκρινόμενα και 2 έως 10 % των συμμορφούμενων δειγμάτων (τουλάχιστον 20 δείγματα ανά υπόστρωμα) διορθώνονται και χρησιμοποιούνται για την αξιολόγηση της απόδοσης της μεθόδου διαλογής και της σχέσης μεταξύ BEQ και TEQ. Αυτή η βάση δεδομένων μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την εκ νέου αξιολόγηση των τιμών αποκοπής που ισχύουν για τα δείγματα ρουτίνας για τις επικυρωμένες μήτρες.
- Η απόδοση μιας μεθόδου μπορεί επίσης να αποδειχθεί με τη συμμετοχή σε δοκιμές δακτυλίου. Τα αποτελέσματα από τα δείγματα που αναλύθηκαν με τις δοκιμές δακτυλίου και καλύπτουν εύρος συγκέντρωσης πάνω από π.χ. 2 φορές το ΜΕ, μπορούν να περιληφθούν επίσης στην αξιολόγηση του ποσοστού των ψευδώς συμμορφούμενων, εφόσον ένα εργαστήριο είναι σε θέση να αποδείξει επιτυχή απόδοση. Τα δείγματα καλύπτουν τη συχνότερη τυπική κατανομή ισομερών, και αντιπροσωπεύουν διάφορες πηγές.
- Κατά τη διάρκεια των συμβάντων οι τιμές αποκοπής μπορούν να αξιολογηθούν εκ νέου και να αντανakλούν τα ειδικά υποστρώματα και την τυπική κατανομή ισομερών αυτού του συγκεκριμένου συμβάντος.

9. ΑΝΑΦΟΡΑ ΤΟΥ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΟΣ

Μέθοδοι επιβεβαίωσης

- Εφόσον η χρησιμοποιούμενη της διαδικασία ανάλυσης το επιτρέπει, τα αποτελέσματα της ανάλυσης περιέχουν τα επίπεδα των επιμέρους ομοειδών των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και αναφέρονται ως κατώτατο όριο συγκέντρωσης, ανώτατο όριο συγκέντρωσης και μέσο όριο συγκέντρωσης, προκειμένου να περιλαμβάνουν τον μέγιστο αριθμό πληροφοριών κατά την υποβολή της έκθεσης των αποτελεσμάτων και να διευκολύνεται έτσι η ερμηνεία των αποτελεσμάτων σύμφωνα με τις ειδικές απαιτήσεις.
- Η έκθεση περιλαμβάνει επίσης τη χρησιμοποιούμενη μέθοδο για την εκχύλιση των PCDD/F, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των λιπιδίων. Η περιεκτικότητα του δείγματος σε λιπίδια πρέπει να καθορίζεται και να αναφέρεται για τα δείγματα τροφίμων με μέγιστα επίπεδα ή επίπεδα ανάλυσης δράσης που εκφράζονται με βάση το λίπος και αναμενόμενη συγκέντρωση λιπαρών ουσιών στο φάσμα 0 — 2 % (σύμφωνα με την ισχύουσα νομοθεσία), για άλλα δείγματα ο καθορισμός της περιεκτικότητας σε λιπίδια είναι προαιρετικός.

- Τα ποσοστά ανάκτησης των μεμονωμένων εσωτερικών προτύπων πρέπει να γνωστοποιούνται στην περίπτωση που τα ποσοστά αυτά είναι εκτός του εύρους που αναφέρεται στο σημείο 7,2, στην περίπτωση που υπερβαίνουν το μέγιστο επίπεδο και σε άλλες περιπτώσεις κατόπιν σχετικής αίτησης.
- Επειδή η αβεβαιότητα της μέτρησης πρέπει να λαμβάνεται υπόψη κατά τη λήψη απόφασης για το αν ένα δείγμα ανταποκρίνεται, αυτή η παράμετρος γνωστοποιείται επίσης. Τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρονται ως «x +/- U», όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U είναι η διευρυμένη αβεβαιότητα της μέτρησης, χρησιμοποιώντας συντελεστή κάλυψης 2, ο οποίος δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95%. Σε περίπτωση ξεχωριστού προσδιορισμού των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, το σύνολο της εκτίμησης της διευρυμένης αβεβαιότητας των ξεχωριστών αναλυτικών αποτελεσμάτων των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB πρέπει να χρησιμοποιηθεί για το σύνολο των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB.
- Εάν ληφθεί υπόψη η αβεβαιότητα της μέτρησης μέσω του CCa (όπως περιγράφεται στο παράρτημα II, σημείο IV.2), η παράμετρος αυτή αναφέρεται.
- Τα αποτελέσματα εκφράζονται στις ίδιες μονάδες και με τον ίδιο (τουλάχιστον) αριθμό σημαντικών ψηφίων στα ανώτατα επίπεδα που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006.

Βιοαναλυτικές μέθοδοι διαλογής

- Το αποτέλεσμα της διαλογής εκφράζονται ως ανταποκρινόμενα ή πιθανώς μη ανταποκρινόμενα («ύποπτα»).
- Επιπλέον, μπορεί να δοθεί ένα αποτέλεσμα για τις PCDD/F ή/και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCB εκφρασμένο σε βιοαναλυτικά ισοδύναμα (BEQ) (όχι TEQ) (βλέπε παράρτημα III, σημείο 2).
- Εάν παρέχεται η αβεβαιότητα της μέτρησης όσον αφορά τον υπολογισμό του επιπέδου BEQ π.χ. ως τυπική απόκλιση, πρέπει να βασίζεται τουλάχιστον σε τριπλή ανάλυση (συμπεριλαμβανομένης της εκχύλισης, του καθαρισμού και του καθορισμού της απόκρισης της δοκιμής) του δείγματος.
- Τα δείγματα με απόκριση κάτω από το όριο αναφοράς αναφέρονται με αυτή την ένδειξη.
- Για κάθε είδος υποστρώματος δείγματος η έκθεση αναφέρει το επίπεδο που ενδιαφέρει (μέγιστο επίπεδο, επίπεδο ανάληψης δράσης) στο οποίο βασίζεται η αξιολόγηση.
- Η έκθεση αναφέρει το είδος της εφαρμοζόμενης δοκιμής, τη βασική αρχή της δοκιμής και το είδος της βαθμολόγησης.
- Η έκθεση περιλαμβάνει επίσης τη χρησιμοποιούμενη μέθοδο για την εκχύλιση των PCDD/F, των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB και των λιπιδίων. Η περιεκτικότητα του δείγματος σε λιπίδια πρέπει να καθορίζεται και να αναφέρεται για τα δείγματα τροφίμων με μέγιστα επίπεδα ή επίπεδα ανάληψης δράσης που εκφράζονται με βάση το λίπος και αναμενόμενη συγκέντρωση λιπαρών ουσιών στο φάσμα 0 — 2 % (σύμφωνα με την ισχύουσα νομοθεσία), για άλλα δείγματα ο καθορισμός της περιεκτικότητας σε λιπίδια είναι προαιρετικός.

Προσάρτημα στο ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙΙ

Οι WHO-TEF για την αξιολόγηση της επικινδυνότητας για τον άνθρωπο βασίζονται στα συμπεράσματα της συνεδρίασης εμπειρογνομόνων του Διεθνούς Προγράμματος για την ασφάλεια των χημικών ουσιών (IPCS) της Παγκόσμιας Οργάνωσης Υγείας, που διεξήχθη στη Γενεύη τον Ιούνιο του 2005 [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)]

Ομοειδής	Τιμή TEF	Ομοειδής	Τιμή TEF
Διβενζο-παρα-διοξίνες (PCDD)		«Παρόμοια με τις διοξίνες» PCB Μη-ορθο PCB + Μονο-ορθο PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Μη-ορθο-PCB	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
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		
Διβενζοφουράνια («PCDF»)		Μονο-ορθο-PCB	
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		

Συντομογραφίες που χρησιμοποιήθηκαν: «Τ» = τετρα· «Ρε» = πεντα· «Ηx» = εξα· «Ηρ» = επτα· «Ο» = οκτα· «CDD» = χλωροδιβενζοδιοξίνη· «CDF» = χλωροδιβενζοφουράνιο· «CB» = χλωροδιφαινύλιο.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ IV

Προετοιμασία των δειγμάτων και απαιτήσεις για τις μεθόδους ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των μη παρομοίων με τις διοξίνες PCBS (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180) σε ορισμένα τρόφιμα

1. Ισχύουσες μέθοδοι ανίχνευσης

Αέριος Χρωματογραφία / Ανίχνευση σύλληψης ηλεκτρονίων (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS ή ισοδύναμες μέθοδοι.

2. Ταυτοποίηση και επιβεβαίωση των προσδιοριζόμενων ουσιών που ενδιαφέρουν

— Ο σχετικός χρόνος κατακράτησης σε σχέση με τα εσωτερικά πρότυπα ή πρότυπα αναφοράς (αποδεκτή απόκλιση $\pm 0,25\%$).

— Ο διαχωρισμός με αέρια χρωματογραφία και των έξι δεικτών PCB (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 και PCB 180) από παρεμποδιστές, κυρίως συνεκλουόμενα PCB, ιδίως αν τα επίπεδα των δειγμάτων είναι στο επίπεδο των νόμιμων ορίων και πρέπει να επιβεβαιωθεί η μη συμμόρφωση.

[Ομοειδείς που διαπιστώνεται συχνά ότι είναι συνεκλουόμενα είναι π. χ. PCB 28/31, PCB 52/69 και PCB 138/163/164. Για τη μέθοδο GC/MS πρέπει επίσης να ληφθούν υπόψη πιθανές παρεμποδισσεις από θραύσματα ομοειδών ανώτερου βαθμού χλωριώσεως.]

— Για τις τεχνικές GC/MS:

— Παρακολούθηση τουλάχιστον:

— δύο διαφορετικών ιόντων για την HRMS,

— δύο ειδικών ιόντων με $m/z > 200$ ή τριών ειδικών ιόντων με $m/z > 100$ για την LRMS,

— 1 πρόδρομο ιόντος και 2 θυγατρικών ιόντων για την MS-MS.

— Μέγιστες επιτρεπόμενες τιμές ανοχής για τους λόγους έντασης των επιλεγμένων θραυσμάτων μαζών:

Η σχετική απόκλιση του λόγου αφθονίας των επιλεγμένων θραυσμάτων μαζών από τη θεωρητική ένταση ή την πρότυπη καμπύλη βαθμονόμησης για στοχευόμενο ιόν (το πιο έντονο ιόν που παρακολουθείται) και προσδιοριστικό ιόν(ίοντα):

Σχετική έντασης του (των) προσδιοριστικού(-ών) ιόντος(-ων) σε σύγκριση με το στοχευόμενο ιόν	GC-EI-MS (σχετική απόκλιση)	GC-CI-MS, GC-MS ¹⁾ (σχετική απόκλιση)
> 50 %	$\pm 10\%$	$\pm 20\%$
- 20 % έως + 50 %	$\pm 15\%$	$\pm 25\%$
> 10 % το 20 %	$\pm 20\%$	$\pm 30\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$ (*)	$\pm 50\%$ (*)

(*) Επαρκής αριθμός θραυσμάτων μαζών με διαθέσιμη σχετική ένταση > 10 % και για το λόγο αυτό δεν συνιστάται η χρήση προσδιοριστικού(-ών) ιόντος(ων) με σχετική ένταση χαμηλότερη από 10 % σε σύγκριση με το στοχευόμενο ιόν.

— Για GC/ECD:

Επιβεβαίωση των αποτελεσμάτων που υπερβαίνουν το μέγιστο όριο με δύο στήλες GC με στατικές φάσεις διαφορετικής πολικότητας.

3. Απόδειξη της επίδοσης της μεθόδου

Η επικύρωση στο εύρος του επιπέδου που ενδιαφέρει (0,5 έως 2 φορές το επίπεδο που ενδιαφέρει) με αποδεκτό συντελεστή μεταβλητότητας για επαναλαμβανόμενες αναλύσεις (βλέπε απαιτήσεις για ενδιάμεση ακρίβεια στο σημείο 8).

4. Όριο ποσοτικού προσδιορισμού

Οι τιμές σε τυφλό δείγμα μέτρησης δεν είναι μεγαλύτερες από το 30 % του επιπέδου μόλυνσης που αντιστοιχεί στο μέγιστο επίπεδο (¹⁾).

5. Έλεγχος ποιότητας

Οι τακτικοί έλεγχοι τυφλού, οι αναλύσεις εμβολιασμένων δειγμάτων, τα δείγματα ποιοτικού ελέγχου, η συμμετοχή σε εργαστηριακές μελέτες για σχετικές μήτρες.

(¹⁾ Συνιστάται ιδιαίτερα η συμμετοχή του σήματος του τυφλού δείγματος να κρατιέται όσο το δυνατό χαμηλά σε σχέση με το επίπεδο σε ένα επιμολυσμένο δείγμα. Ο έλεγχος της μεταβλητότητας των επιπέδων τυφλού, κυρίως αν τα επίπεδα τυφλού αφαιρούνται από το αποτέλεσμα, αποτελεί αρμοδιότητα του εργαστηρίου.

6. Έλεγχος των ποσοστών ανάκτησης

- Χρήση κατάλληλων εσωτερικών προτύπων με φυσικοχημικές ιδιότητες παρόμοιες με των προδιοριζόμενων ουσιών που ενδιαφέρουν.
- Προσθήκη εσωτερικών προτύπων:
 - Προσθήκη στο δείγματα (πριν από τη διαδικασία εκχύλισης και καθαρισμού).
 - Επίσης προσθήκη στο λίπος που έχει εκχυλιστεί (πριν από τη διαδικασία καθαρισμού), εάν το μέγιστο επίπεδο εκφράζεται με βάση το λίπος.
- Οι απαιτήσεις για τις μεθόδους που χρησιμοποιούν και τους έξι ομοειδείς δείκτες PCB με ισοτοπική επισήμανση:
 - Διόρθωση των αποτελεσμάτων για τα ποσοστά ανάκτησης,
 - Γενικός αποδεκτά ποσοστά ανάκτησης των εσωτερικών προτύπων με ισοτοπική επισήμανση είναι από 50 έως 120 %.
 - Είναι αποδεκτά χαμηλότερα ή υψηλότερα ποσοστά ανάκτησης για μεμονωμένες ομοειδείς με συμμετοχή στο σύνολο των έξι δεικτών PCB κάτω από 10 %.
- Οι απαιτήσεις για τις μεθόδους που δεν χρησιμοποιούν και τα έξι εσωτερικά πρότυπα με ισοτοπική επισήμανση ή άλλα εσωτερικά πρότυπα:
 - Έλεγχος του ποσοστού ανάκτησης εσωτερικού(-ών) προτύπου(-ων) για κάθε δείγμα,
 - Αποδεκτά ποσοστά ανάκτησης εσωτερικού(-ών) προτύπου(-ων) μεταξύ 60 και 120 %,
 - Διόρθωση των αποτελεσμάτων για τα ποσοστά ανάκτησης των εσωτερικών προτύπων.
- Τα ποσοστά ανάκτησης των ομοειδών χωρίς ισοτοπική επισήμανση ελέγχονται με εμβολιασμένα δείγματα ή δείγματα ποιοτικού ελέγχου με συγκεντρώσεις στο εύρος του επιπέδου που ενδιαφέρει. Τα αποδεκτά ποσοστά ανάκτησης για αυτά οι ομοειδείς είναι από 70 έως 120 %.

7. Απαιτήσεις για τα εργαστήρια

Σύμφωνα με τις διατάξεις του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004, η διαπίστευση των εργαστηρίων γίνεται από αναγνωρισμένο οργανισμό που λειτουργεί σύμφωνα με τον οδηγό ISO 58, ώστε να εξασφαλίζεται ότι τα εργαστήρια εφαρμόζουν μεθόδους διασφάλισης της ποιότητας. Η διαπίστευση των εργαστηρίων πραγματοποιείται σύμφωνα με το πρότυπο EN ISO/IEC 17025.

8. Χαρακτηριστικά επιδόσεων: Κριτήρια για το σύνολο των έξι δεικτών PCB στο επίπεδο που ενδιαφέρει

Ορθότητα	- 30 έως + 30 %
Ενδιάμεση πιστότητα (RSD%)	≤ 20 %
Διαφορά μεταξύ του υπολογισμού της έννοιας του ανώτατου και του κατώτατου ορίου ποσοτικού προσδιορισμού	≤ 20 %

9. Υποβολή έκθεσης των αποτελεσμάτων

- Εφόσον η χρησιμοποιούμενη της διαδικασία ανάλυσης το επιτρέπει, τα αποτελέσματα της ανάλυσης περιέχουν τα επίπεδα των επιμέρους ομοειδών PCB και αναφέρονται ως κατώτατο όριο συγκέντρωσης, ανώτατο όριο συγκέντρωσης και μέσο όριο συγκέντρωσης, προκειμένου να περιλαμβάνουν τον μέγιστο αριθμό πληροφοριών κατά την υποβολή της έκθεσης των αποτελεσμάτων και να διευκολύνεται έτσι η ερμηνεία των αποτελεσμάτων σύμφωνα με τις ειδικές.
- Η έκθεση περιλαμβάνει επίσης τη χρησιμοποιούμενη μέθοδο για την εκχύλιση των PCB και των λιπιδίων. Η περιεκτικότητα του δείγματος σε λιπίδια πρέπει να καθορίζεται και να αναφέρεται για τα δείγματα τροφίμων με μέγιστα επίπεδα που εκφράζονται με βάση το λίπος και αναμενόμενη συγκέντρωση λιπαρών ουσιών στο φάσμα 0 - 2 % (σύμφωνα με την ισχύουσα νομοθεσία), για άλλα δείγματα ο καθορισμός της περιεκτικότητας σε λιπίδια είναι προαιρετικός.
- Τα ποσοστά ανάκτησης των μεμονωμένων εσωτερικών προτύπων πρέπει να γνωστοποιούνται στην περίπτωση που τα ποσοστά αυτά είναι εκτός του εύρους που αναφέρεται στο σημείο 6, στην περίπτωση που υπερβαίνουν το μέγιστο επίπεδο και σε άλλες περιπτώσεις κατόπιν σχετικής αίτησης.
- Επειδή η αβεβαιότητα της μέτρησης πρέπει να λαμβάνεται υπόψη κατά τη λήψη απόφασης για το αν ένα δείγμα ανταποκρίνεται, αυτή η παράμετρος γνωστοποιείται επίσης. Τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρονται ως «x +/- U», όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U είναι η διευρυμένη αβεβαιότητα της μέτρησης, χρησιμοποιώντας συντελεστή κάλυψης 2, ο οποίος δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %.
- Εάν ληφθεί υπόψη η αβεβαιότητα της μέτρησης μέσω του CCa (όπως περιγράφεται στο παράρτημα II, σημείο IV.1), η παράμετρος αυτή πρέπει να αναφέρεται.
- Τα αποτελέσματα εκφράζονται στις ίδιες μονάδες και με τον ίδιο (τουλάχιστον) αριθμό σημαντικών ψηφίων στα ανώτατα επίπεδα που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006.