

## II

(Atti mhux legiżlattivi)

## REGOLAMENTI

## REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) Nru 252/2012

tal-21 ta' Marzu 2012

**li jistabbilixxi metodi ta' tehid ta' kampjuni u analizi għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini, PCB simili għad-diossini u PCB mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel u li jhassar ir-Regolament (KE) 1883/2006**

(Test b'relevanza 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-ghalf u l-ikel, mas-sahha tal-annimali u mar-regoli dwar il-welfare tal-annimali <sup>(1)</sup>, b'mod partikolari l-Artikolu 11(4) tiegħu,

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 1881/2006 tad-19 ta' Diċembru 2006 li jfissa l-livelli massimi ta' ċerti kontaminanti fl-oġġetti tal-ikel <sup>(2)</sup>, jstipula livelli massimi għall-PCB mhux simili għad-diossini, id-diossini u l-furani u għas-somma tad-diossini, il-furani u l-PCB simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel.
- (2) Ir-Rakkomandazzjoni tal-Kummissjoni 2011/516/UE tat-23 ta' Awwissu 2011 dwar it-tnaqqis tal-preżenza ta' diossini, furani u PCB fl-ghalf u fl-ikel <sup>(3)</sup> tistabbilixxi livelli ta' azzjoni sabiex thegġegħ approċċ proattiv biex titnaqqas il-preżenza ta' dibenzo-para-diossini poliklorinati u dibenzofurani poliklorinati (PCDD/F) u PCB simili għad-diossini fl-ikel. Dawn il-livelli ta' azzjoni huma għodda għall-awtoritajiet u l-operaturi kompetenti biex jenfasizzaw dawk il-każijiet fejn jixraq li jidentifikaw is-sors ta' kontaminazzjoni u jiehdu miżuri biex inaqqasuh jew jeliminawh.
- (3) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 1883/2006 tad-19 ta' Diċembru 2006 li jstipula metodi ta' ksib tal-kampjuni u l-analizi għall-livelli uffiċjali ta' kontroll tad-dijossini u l-PCBs li jixbhu lid-dijossini f'ċerti oġġetti tal-ikel <sup>(4)</sup>, jistabbilixxi dispożizzjonijiet speċifiċi dwar il-proċedura tat-tehid ta' kampjuni u l-metodi ta' analizi li għandhom jiġu applikati għall-kontroll uffiċjali.
- (4) L-applikazzjoni ta' livelli massimi godda għall-PCB mhux simili għad-diossini, stabbiliti wara li tqieset l-opinjoni xjentifika tal-Awtorità Ewropea dwar is-Sigurtà fl-Ikel (EFSA) dwar il-PCB mhux simili għad-diossini u wkoll biex tinkiseb armonizzazzjoni fil-livell tal-Unjoni u l-aġġornament tal-kriterji għall-metodi ta' skrinjng jehtiegu emendi konsiderevoli. Għaldaqstant, għal raġunijiet ta' ċarezza, ikun xieraq li r-Regolament (KE) 1883/2006 jiġi sostitwit b'dan ir-Regolament.
- (5) Id-dispożizzjonijiet stabbiliti f'dan ir-Regolament jikkonċernaw biss it-tehid ta' kampjuni u l-analizi ta' diossini, PCB simili għad-diossini u PCB mhux simili għad-diossini għall-implimentazzjoni tar-Regolament (KE) Nru 1883/2006 Dawn ma jaffettwawx l-istrategija tat-tehid ta' kampjuni, il-livelli u l-frekwenza tat-tehid ta' kampjuni kif speċifikat fl-Annessi III u IV tad-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 83/358/KEE u 86/469/KEE u d-Deciżjonijiet 89/187/KEE u 91/664/KEE <sup>(5)</sup>. Dawn ma jaffettwawx il-kriterji mmirati għat-tehid ta' kampjuni stabbiliti fid-Deciżjoni tal-Kummissjoni 98/179/KE tat-23 ta' Frar 1998 li tistabbilixxi regoli dettaljati dwar it-tehid uffiċjali ta' kampjuni għas-sorveljanza ta' ċerti sustanzi u residwi tagħhom f'annimali hajjin u prodotti tal-annimali <sup>(6)</sup>.

<sup>(1)</sup> ĠU L 165, 30.4.2004, p. 1.<sup>(2)</sup> ĠU L 364, 20.12.2006, p. 5.<sup>(3)</sup> ĠU L 218, 24.8.2011, p. 23.<sup>(4)</sup> ĠU L 364, 20.12.2006, p. 32.<sup>(5)</sup> ĠU L 125, 23.5.1996, p. 10.<sup>(6)</sup> ĠU L 65, 5.3.1998, p. 31.

- (6) Il-metodu analitiku ta' skringing li l-validità tiegħu hija aċċettata b'mod estensiv u li huwa ta' volum kbir, jista' jintuża biex jiġu identifikati l-kampjuni b'livelli konsiderevoli ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini (preferibbilment billi jintgħazlu kampjuni li jaqbzu l-livelli ta' azzjoni u tkun assigurata l-għażla ta' kampjuni li jaqbzu l-livelli massimi). Il-livelli ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini f'dawn il-kampjuni jehtieg li jkunu determinati b'metodu konfermatorju ta' analiżi. Għaldaqstant, ikun xieraq li jiġu stabbiliti rekwiżiti adattati għall-metodu ta' skringing filwaqt li jiġi assigurat li r-rata ta' konformità falza fir-rigward tal-livelli massimi hija inqas minn 5 %, kif ukoll rekwiżiti stretti għall-metodi ta' analiżi konfermatorji. Barra minn hekk, permezz tal-metodi konfermatorji jiġu determinati l-livelli fil-medda ta' sfond inferjuri wkoll. Dan huwa importanti biex jiġu segwiti x-xejriet matul iż-żminijiet, l-istima tal-espożizzjoni u għar-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u ta' azzjoni.
- (7) Għat-tehid ta' kampjuni ta' hut kbir hafna, jehtieg li t-tehid ta' kampjuni jkun speċifikat sabiex ikun assigurat approċċ armonizzat fl-Unjoni kollha.
- (8) Fil-hut tal-istess speċi li joriġina mill-istess reġjun, il-livell tad-diossini, tal-PCB simili għad-diossini u tal-PCB mhux simili għad-diossini, jista' jkun differenti skont id-daqs u/jew l-età tal-huta. Barra minn hekk, il-livell tad-diossini, tal-PCB simili għad-diossini u tal-PCB mhux simili għad-diossini mhuwiex neċessarjament l-istess fil-partijiet kollha tal-huta. Għaldaqstant, jinhtieg li t-tehid ta' kampjuni u l-preparazzjoni tal-kampjuni jkunu speċifikati biex ikun assigurat approċċ armonizzat fl-Unjoni kollha.
- (9) Hu importanti li r-riżultati analitiċi jkunu rrapportati u interpretati b'mod uniformi sabiex ikun assigurat approċċ ta' nfurzar armonizzat fl-Unjoni kollha.
- (10) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament huma skont l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Katina Alimentari u s-Saħħa tal-Annimali u la l-Parlament Ewropew u lanqas il-Kunsill ma opongwhom,

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, PCB simili għad-diossini u PCB 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-preparazzjoni u l-analiżi tal-kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini, furani u PCB 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 (KE) Nru 1883/2006 huwa b'dan imhassar.

Ir-referenzi għar-Regolament imhassar għandhom jittiehdu bhala referenzi għal dan ir-Regolament.

*Artikolu 6*

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

Għandu japplika mid-data tad-dhul fis-seħh.

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

Magħmul fi Brussell, il-21 ta' Marzu 2012.

*Għall-Kummissjoni*

*Il-President*

José Manuel BARROSO

## ANNEX I

**Definizzjonijiet u abbrevjazzjonijiet**

## I. DEFINIZZJONIJIET

Għall-finijiet ta' dan ir-Regolament għandhom japplikaw id-definizzjonijiet stabbiliti fl-Anness I tad-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 <sup>(1)</sup>.

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

- 1.1. "Livell ta' azzjoni" tfisser il-livell ta' sustanza partikolari, kif stabbilit fl-Anness tar-Rakkomandazzjoni 2011/516/UE, li teżiġi investigazzjonijiet biex jiġi identifikat is-sors ta' dik is-sustanza f'każijiet fejn jiġu individwati livelli miżjuda tas-sustanza.
- 1.2. "Metodi bjoanalitiċi" tfisser metodi msejsa fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal testijiet ibbażati fuq iċ-ċelloli, testijiet fuq ir-riċevituri jew immunoanalizi. Dawn ma jagħtux riżultati fil-livell tal-kongeneri iżda sempliċement indikazzjoni <sup>(2)</sup> tal-livell TEQ, espress f'Ekwivalenti Bjoanalitiċi (BEQ) biex jitqies il-fatt li l-komposti preżenti f'estratt tal-kampjun li jipproduċu reazzjoni fit-test, mhux kollha jistgħu jissodisfaw ir-rekwiżiti kollha tal-prinċipju TEQ.
- 1.3. "Irkupru apparenti tat-test bijoloġiku" tfisser il-livell BEQ ikkalkolat mit-TCDD jew mill-kurva ta' kalibrizzjoni tal-PCB 126 ikkoreġuta in blank u mbagħad maqsuma bil-livell TEQ determinat mill-GC/HRMS. Dan jipprova jikkoreġi fatturi bħat-telf tal-PCDD/PCDF u komposti simili għad-diossini matul il-fażijiet ta' estrazzjoni u ta' tindif, il-komposti koestratti li jżidu jew inaqqsu r-reazzjoni (l-effetti agonistiċi u antagonistiċi), il-kwalità tal-aġġustament tal-kurva, jew id-differenzi bejn il-valuri TEF u REP. L-irkupru apparenti tat-test bijoloġiku hu kkalkolat minn kampjuni ta' referenza xierqa bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi qrib il-livell ta' interess.
- 1.4. "Metodi semikwantitattivi" tfisser il-metodi li jagħtu indikazzjoni approssimattiva tal-konċentrazzjoni tal-analit putattiv, filwaqt li r-riżultat numeriku ma jissodisfaw ir-rekwiżiti għall-metodi kwantitattivi.
- 1.5. "Il-limitu ta' kwantifikazzjoni speċifiku aċċettat ta' kongeneru individwali" jfisser il-konċentrazzjoni ta' analit fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi reazzjoni kruċjali f'żewġ joni differenti li jridu jiġu mmonitorjati bi proporzjon S/H (sinjal/hoss) ta' 3:1 għas-sinjal inqas intensiv u jissodisfa l-kriterji kif deskritt, pereżempju, fl-istandard prEN 16215 (L-ghalf tal-annimali – Id-determinazzjoni ta' diossini u PCB simili għad-diossini b'GC/HRMS u ta' PCB indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodu EPA 1613 revizzjoni B.
- 1.6. "Livell superjuri" tfisser il-kunċett li jeħtieġ l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.7. "Livell inferjuri" tfisser il-kunċett li jeħtieġ l-użu ta' żero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.8. "Livell medju" tfisser il-kunċett li jeħtieġ l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni abbażi tal-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.9. "Lott" tfisser kwantità identifikabbli ta' ikel ikkunsinnat f'darba u ddeterminat mill-uffiċjal li għandu karatteristiċi komuni, bħall-oriġini, il-varjetà, it-tip ta' imballaġġ, min jippakkja, 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 komparabbli f'kunsinna, il-kunsinna tista' titqies bħala lott iżda għandha tiġi applikata proċedura speċifika ta' teħid ta' kampjuni.
- 1.10. "Sublott" tfisser parti deżinjata ta' lott kbir sabiex jiġi applikat il-metodu ta' teħid ta' kampjuni fuq dik il-parti deżinjata. Kull sublott għandu jkun separat fiżikament u jista' jiġi identifikat.
- 1.11. "Kampjun inkrementali" tfisser kwantità ta' materjal mehuda minn post wieħed fil-lott jew fis-sublott.
- 1.12. "Kampjun aggregat" tfisser it-total shih tal-kampjuni inkrementali kollha mehuda mil-lott jew mis-sublott.
- 1.13. "Kampjun tal-laboratorju" tfisser parti/kwantità rappreżentattiva tal-kampjun aggregat mahsub għal-laboratorju.

## II. ABBREVJAZZJONIJIET UŻATI

BEQ Ekwivalenti Bjoanalitiċi

GC Kromatografija tal-gass

<sup>(1)</sup> ĠU L 221, 17.8.2002, p. 8.

<sup>(2)</sup> Il-metodi bjoanalitiċi mhumieq speċifiċi għal dawk il-kongeneri inkluzi fl-iskema TEF. Komposti oħra strutturalment relatati li jattivaw l-Ahr jistgħu jkunu preżenti fl-estratt tal-kampjun u jikkontribwixxu għar-reazzjoni ġenerali. Għaldaqstant, ir-riżultati bjoanalitiċi ma jistgħux ikunu stima iżda pjuttost indikazzjoni tal-livell TEQ fil-kampjun.

HRMS Spettrometrija ta' massa b'rizoluzzjoni gholja  
LRMS Spettrometrija ta' massa b'rizoluzzjoni baxxa  
PCB Poliklorobifenili  
PCDD Dibenzop-diossini poliklorinati  
PCDF Dibenzofurani poliklorinati  
QC Kontroll tal-kwalità  
REP Potenza relattiva  
TEF Fatturi ta' Tossicità Ekwivalenti  
TEQ Ekwivalenti ta' Tossicità  
TCDD Tetraklorodibenzodiossina  
U Incertezza tal-kejl estiża

---

## ANNEX II

**Metodi ta' teħid tal-kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF), pcb simili għad-diossini u pcb mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel**

## I. KAMP TA' APPLIKAZZJONI

Il-kampjuni maħsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF), PCB simili għad-diossini u PCB mhux simili għad-diossini, minn issa 'l quddiem imsejha diossini u PCB, f'oġġetti tal-ikel għandhom jittieħdu skont il-metodi deskritti f'dan l-Anness. Il-kampjuni aggregati miksuba b'dan il-mod għandhom jitqiesu bħala rappreżentattivi tal-lottijiet jew sublottijiet li minnhom huma jittieħdu. Il-konformità mal-livelli massimi stabbiliti fir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 1881/2006 li jiffissa l-livelli massimi ta' ċerti kontaminanti fl-oġġetti tal-ikel għandha tkun stabbilita abbażi tal-livelli stabbiliti fil-kampjuni tal-laboratorju.

## II. DISPOŻIZZJONIJIET ĠENERALI

**1. Il-persunal**

It-teħid ta' kampjuni għandu jsir minn persuna awtorizzata kif nominata mill-Istat Membru.

**2. Il-materjal li minnu għandu jittieħed kampjun**

Kull lott jew sublott, li għandu jiġi eżaminat, għandu jittieħed kampjun minnu separatament.

**3. Prekawzjonijiet li jridu jittieħdu**

Matul it-teħid tal-kampjun u l-preparazzjoni tal-kampjuni, għandhom jittieħdu l-prekawzjonijiet sabiex ikun evitat kull tibdil, li jaffettwa l-kontenut ta' diossini u PCB, li jaffettwa b'mod negattiv id-determinazzjoni analitika jew li jwassal biex il-kampjuni aggregati ma jkunux rappreżentattivi.

**4. Kampjuni inkrementali**

Safejn huwa possibbli għandhom jittieħdu kampjuni inkrementali minn postijiet differenti mqassma mal-lott jew masublott kollu. Kull devjazzjoni minn din il-proċedura għandha tiġi rreġistrata fir-reġistru previst skont il-punt II.8 ta' dan l-Anness.

**5. Il-preparazzjoni tal-kampjun aggregat**

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

**6. Il-kampjuni replikati**

Il-kampjuni replikati għal raġunijiet ta' infurzar, difiża u referenza, għandhom jittieħdu mill-kampjun aggregat omogenezzat, sakemm tali proċedura ma tmurx kontra r-regoli tal-Istati Membri fir-rigward tad-drittijiet tal-operatur tan-negozju alimentari. Id-daqs tal-kampjuni tal-laboratorju għall-infurzar għandu jkun biżżejjed biex ikun evitat kwalunkwe tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjun, li jista' jsehh waqt il-ġarr jew il-ħżin.

**7. L-imballaġġ u t-trażmissjoni tal-kampjuni**

Kull kampjun għandu jitpoġġa f'kontenitur nadif u inert li joffri protezzjoni xierqa mill-kontaminazzjoni, minn telf ta' analiti minħabba adsorbiment mal-hitan interni tal-kontenitur u kontra l-ħsara li tista' tirriżulta waqt it-trasport. Għandhom jittieħdu l-prekawzjonijiet kollha meħtieġa biex ikun evitat kwalunkwe tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjun, li jista' jsehh waqt il-ġarr jew il-ħżin.

**8. L-issigillar u t-tikkettar tal-kampjuni**

Kull kampjun meħud għall-użu uffiċjali għandu jiġi ssiġillat fil-post tat-teħid ta' kampjuni u identifikat skont ir-regoli tal-Istati Membri.

Għandu jinżamm rekord ta' kull darba li jittieħed kampjun, sabiex kull lott ikun jista' jiġi identifikat mingħajr ambigwiżità u għandhom jingħataw id-data u l-post fejn ittieħdu l-kampjuni flimkien ma' kull taġħrif addizzjonali li jista' jkun ta' għajna għall-analista.

## III. PJAN TAT-TEħID TA' KAMPJUNI

Il-metodu applikat ta' teħid ta' kampjuni għandu jiżgura li l-kampjun aggregat ikun rappreżentattiv għal-lott(sublott) li għandu jiġi kkontrollat.

### 1. Tqassim ta' lottijiet f'sublottijiet

Il-lottijiet kbar għandhom jitqassmu f'sublottijiet bil-kundizzjoni li s-sublott ikun jista' jiġi sseparat fiżikament. Għal prodotti nnegozjati f'kunsinni bl-ingrossa kbar (eż. żjut veġetali), għandha tapplika t-Tabella 1. Għall-prodotti oħrajn għandha tapplika t-Tabella 2. Meta jitqies li l-piż tal-lott mhuwiex dejjem multiplu eżatt tal-piż tas-sublottijiet, il-piż tas-sublott jista' jaqbeż il-piż imsemmi b'massimu ta' 20 %.

Tabella 1

#### Tqassim tal-lottijiet f'sublottijiet għall-prodotti nnegozjati f'kunsinni bl-ingrossa

Piż tal-lott (f'tunnellati)	Piż jew numru ta' sublottijiet
≥ 1 500	500 tunnellata
> 300 u < 1 500	3 sublottijiet
≥ 50 u ≤ 300	100 tunnellata
< 50	—

Tabella 2

#### Tqassim tal-lottijiet f'sublottijiet għall-prodotti oħrajn

Piż tal-lott (f'tunnellati)	Piż jew numru ta' sublottijiet
≥ 15	15–30 tunnellata
< 15	—

### 2. Numru ta' kampjuni inkrementali

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

In-numru minimu ta' kampjuni inkrementali li għandu jittiehed mil-lott jew mis-sublott għandu jkun indikat fit-Tabelli 3 u 4.

Fil-każ ta' prodotti likwidi bl-ingrossa, il-lott jew is-sublott għandu jithallat sew sakemm huwa possibbli u sakemm ma tiġix affettwata l-kwalità tal-prodott, permezz ta' mezzi manwali jew mekkaniċi eżatt qabel it-tehid tal-kampjuni. F'dan il-każ, wiehed jassumi li t-tqassim tal-kontaminanti f'lott jew sublott partikolari huwa omogenju. Għaldaqstant, huwa biżżejjed li jittiehdu tliet kampjuni inkrementali minn lott jew sublott sabiex jiffurmaw il-kampjun aggregat.

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

Kull devjazzjoni minn din il-proċedura għandha tiġi rreġistrata fir-reġistru previst skont il-punt II.8 ta' dan l-Anness. Skont id-dispożizzjonijiet tad-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 97/747/KE tas-27 ta' Ottubru 1997 li tiffissa l-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 <sup>(1)</sup>, id-daqs tal-kampjun aggregat tal-bajd tat-tiġieġ huwa mill-inqas 12-il bajda (għal-lottijiet bl-ingrossa kif ukoll għal-lottijiet li jikkonsistu f'pakketti individwali, għandhom japplikaw it-Tabelli 3 u 4).

Tabella 3

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

Piż jew volum tal-lott/sublott (f'kilogrammi jew litri)	Numru minimu ta' kampjuni inkrementali li għandu jittiehed
< 50	3
minn 50 sa 500	5
> 500	10

Jekk il-lott jew is-sublott ikun magħmul minn pakketti jew unitajiet individwali, in-numru ta' pakketti jew unitajiet li jrid jittiehed biex jifforma l-kampjun aggregat, huwa mogħti fit-Tabella 4.

(1) ĠU L 303, 6.11.1997, p. 12.

Tabella 4

**In-numru ta' pakketti jew unitajiet (kampjuni inkrementali) li għandu jittiehed biex jifforma l-kampjun aggregat jekk il-lott jew is-sublott ikun magħmul minn pakketti jew unitajiet individwali**

Numru ta' pakketti jew unitajiet fil-lott/fis-sublott	Numru ta' pakketti jew unitajiet li għandu jittiehed
minn 1 sa 25	mill-inqas pakkett wiehed jew unità wahda
minn 26 sa 100	madwar 5 %, mill-inqas żewġ pakketti jew unitajiet
> 100	madwar 5 %, massimu ta' 10 pakketti jew unitajiet

**3. Dispożizzjonijiet speċifiċi għat-tehid ta' kampjuni tal-lottijiet li fihom hut sħiħ ta' daqs u piż komparabbli**

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

In-numru ta' kampjuni inkrementali li għandu jittiehed mill-lott huma definiti fit-Tabella 3. Il-kampjun aggregat li jgħaqqad il-kampjuni inkrementali kollha għandu jkun jiżen 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 inqas minn madwar 1 kg), il-huta shiha tittiehed bhala kampjun inkrementali biex tiffirma l-kampjun aggregat. F'każ li l-kampjun aggregat li jirriżulta jiżen aktar minn 3 kg, il-kampjuni inkrementali jistgħu jikkonsistu mill-parti tan-nofs, li kull wahda 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 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-garġi u l-anus.

— F'każ li l-lott li minnu għandu jittiehed il-kampjun ikollu fih hut ikbar (hut individwali li jiżen aktar minn madwar 1 kg), il-kampjun inkrementali jikkonsisti mill-parti tan-nofs tal-huta. Kull kampjun inkrementali jiżen mill-inqas 100 gramma.

Għall-hut ta' daqs intermedju (madwar 1–6 kg) il-kampjun inkrementali jittiehed bhala biċċa huta maqtugħa mis-sla saż-żaqq fil-parti tan-nofs tal-huta.

Għal hut kbir ħafna (eż. > madwar 6 kg), il-parti inkrementali tittiehed mill-laħam mill-muskolu dorsolaterali tal-lemin (id-dehra minn quddiem). Meta t-tehid ta' din il-biċċa mill-parti tan-nofs tal-huta jirriżulta fi ħsara ekonomika konsiderevoli, it-tehid ta' tliet kampjuni inkrementali ta' mill-inqas 350 gramma kull wiehed, jista' jitiqies bhala suffiċjenti, indipendentement mid-daqs tal-lott jew alternattivament tista' tittiehed parti ugwali tal-laħam tal-muskoli li tinsab qrib il-parti tad-denb u tal-laħam bil-muskoli qrib il-parti tar-ras ta' huta wahda biex tiffirma l-kampjun inkrementali li jkun rappreżentattiv għal-livell ta' diossini fil-huta kollha.

**4. Tehid ta' kampjuni tal-lottijiet ta' hut li fihom hut sħiħ ta' daqs u/jew piż differenti**

— Fir-rigward tal-kostituzzjoni tal-kampjun għandhom japplikaw id-dispożizzjonijiet tal-punt III.3.

— F'każ li klassi/kategorija tad-daqs jew tal-piż tkun predominanti (madwar 80 % jew aktar tal-lott), il-kampjun jittiehed minn hut li għandu daqs jew piż predominanti. Dan il-kampjun għandu jitqies bhala rappreżentattiv għal-lott kollu.

— F'każ li l-ebda klassi/kategorija partikolari tad-daqs jew tal-piż ma tkun predominanti, għandu jiġi żgurat li l-hut magħżul għall-kampjun ikun rappreżentattiv għall-lott. Għal każijiet bħal dawn hi pprovduta gwida speċifika fil-*"Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight"*.<sup>(2)</sup>

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

It-tehid ta' kampjuni tal-oġġetti tal-ikel fl-istadju tal-bejgħ bl-imnut għandu jsir, meta jkun possibbli, skont id-dispożizzjonijiet tat-tehid tal-kampjuni stipulati fil-punt III.2 ta' dan l-Anness.

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

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)

## IV. KONFORMITÀ TAL-LOTT JEW TAS-SUBLOTT MAL-ISPEĊIFIKAZZJONI

1. **Fir-rigward ta' PCB mhux simili għad-diossini**

Il-lott hu aċċettat jekk ir-rizultat analitiku ma jaqbiżx il-livell massimu ta' PCB mhux simili għad-diossini kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl.

Il-lott jitqies mhux konformi mal-livell massimu stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006, jekk ir-rizultat analitiku tal-livell superjuri kkonfermat mill-analiżi doppja <sup>(3)</sup>, ikun jaqbeż minghajr ebda dubju l-livell massimu, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl.

L-inċertezza tal-kejl tista' titqies skont wiehed mill-approċċi li ġejjin:

— billi tiġi kkalkolata l-inċertezza estiża, bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lot jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjel nieqes U jkun oghla mil-livell permess stabbilit.

— billi jiġi stabbilit il-limitu tad-deċiżjoni (CC<sub>α</sub>) skont id-dispożizzjonijiet tad-Deciżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE tal-14 ta' Awwissu 2002 (il-punt 3.1.2.5 tal-Anness ta' dik id-Deciżjoni — il-każ tas-sustanzi b'livell permess stabbilit). Lot jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjel ikun ugwali għal CC<sub>α</sub> jew oghla.

Ir-regoli msemmija hawn fuq għandhom japplikaw għar-rizultat analitiku miksub fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal finijiet ta' difiża jew ta' referenza, japplikaw ir-regoli nazzjonali.

2. **Fir-rigward ta' diossini (PCDD/PCDF) u PCB simili għad-diossini**

Il-lott hu aċċettat, jekk ir-rizultat ta' analiżi waħda

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

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

Għal testijiet ta' skringing għandu jiġi stabbilit valur ta' limitu għad-deċiżjoni dwar il-konformità mal-livelli rispettivi ta' interess stabbiliti għall-PCDD/F jew għas-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini.

Il-lott jitqies mhux konformi mal-livell massimu kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006, jekk ir-rizultat analitiku tal-livell superjuri miksub permezz ta' metodu konfermatorju u kkonfermat b'analizi doppja <sup>(3)</sup>, ikun jaqbeż minghajr ebda dubju l-livell massimu, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl.

L-inċertezza tal-kejl tista' titqies skont wiehed mill-approċċi li ġejjin:

— billi tiġi kkalkolata l-inċertezza estiża, bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lot jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjel nieqes U jkun oghla mil-livell permess stabbilit. Fil-każ ta' determinazzjoni separata ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossini, is-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-rizultati analitiċi separati tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini għandha tintuża għall-istima tal-inċertezza estiża għas-somma tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini,

— billi jiġi stabbilit il-limitu tad-deċiżjoni (CC<sub>α</sub>) skont id-dispożizzjonijiet tad-Deciżjoni 2002/657/KE (il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I ta' dik id-Deciżjoni — il-każ tas-sustanzi b'livell permess stabbilit) lott jew sublott mhuwiex konformi jekk il-valur imkejjel ikun ugwali għal CC<sub>α</sub> jew oghla.

Ir-regoli msemmija hawn fuq għandhom japplikaw għar-rizultat analitiku miksub fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal finijiet ta' difiża jew ta' referenza, japplikaw ir-regoli nazzjonali.

<sup>(3)</sup> L-analiżi doppja hija necessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni inkroċata interna jew ta' tahlit aċċidentali tal-kampjuni. L-ewwel analiżi, meta titqies l-inċertezza tal-kejl, tintuża għall-verifika tal-konformità. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi doppja tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni.



## V. EĊĊESS TAL-LIVELLI TA' AZZJONI

Il-livelli ta' azzjoni jservu ta' għodda biex jintgħażlu l-kampjuni f'dawk il-każijiet fejn hu xieraq li jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni u li jittiehdu miżuri biex din titnaqqas jew titneħħa. Il-metodi ta' skringing għandhom jistabbilixxu valuri ta' limitu xierqa għall-għażla ta' dawn il-kampjuni. L-isforzi meħtieġa biex jiġi identifikat is-sors u biex titnaqqas u titneħħa l-kontaminazzjoni għandhom jitwettqu biss jekk l-eċċess tal-livell ta' azzjoni jiġi kkonfermat b'analizi doppja bl-użu ta' metodu konfermatorju u billi titqies l-inċertezza tal-kejl<sup>(4)</sup>.

---

<sup>(4)</sup> L-ispejgazzjoni u r-rekwiżiti rigward l-analizi doppja huma identiċi għall-kontroll tal-livelli ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota 3 f'qiegħ il-paġna.

## ANNEX III

**Preparazzjoni tal-kampjuni u rekwiżiti għall-metodi tal-analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF) u PCBs simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel**

## 1. KAMP TA' APPLIKAZZJONI

Ir-rekwiżiti stabbiliti f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-oġġetti tal-ikel jiġu analizzati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' dibenzo-p-diossini poliklorinati u dibenzofurani poliklorinati (PCDD/F) sostitwiti għal 2,3,7,8 u ta' poliklorobifenili simili għad-diossini (PCB simili għad-diossini) u għal finijiet regolatorji oħra.

Il-monitoraġġ għall-preżenza ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini fl-oġġetti tal-ikel jista' jsir b'żewġ għanijiet differenti:

- (a) l-għażla ta' daww il-kampjuni bil-livelli ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossini li jaqbu l-livelli massimi, jew il-livelli ta' azzjoni. Dan l-approċċ jista' jinvolvi metodu ta' skrinjng li jippermetti volum kbir ta' kampjuni kosteffikaci, u b'hekk iżid il-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda ta' espożizzjoni għolja tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. Il-metodi ta' skrinjng jistgħu jinkludu metodi bjoanalitiċi u metodi GC/MS. L-applikazzjoni ta' għandha timmira li tevita riżultati ta' konformità falza. Il-koncentrazzjoni ta' PCDD/F u s-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini f'daww il-kampjuni b'livelli sinifikanti jehtieġ li tiġi ddeterminata/ikkonfermata b'metodu konfermatork.
- (b) id-determinazzjoni tal-livelli ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossini fil-kampjuni tal-ikel fil-medda ta' livelli ta' sfond inferjuri. Dan huwa importanti għas-segwitu tax-xejriet matul iż-żminijiet, l-istima tal-espożizzjoni tal-popolazzjoni u biex tinholq bażi ta' dejta għar-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u ta' azzjoni. Dan l-għan jintlaħaq permezz ta' metodi konfermatork li jippermettu l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini bl-aktar mod ċar fil-livelli ta' interess. Dawn il-metodi jistgħu jintużaw biex jiġu kkonfermati r-riżultati miksuba permezz tal-metodi ta' skrinjng u biex jiġu determinati l-livelli ta' sfond inferjuri fil-monitoraġġ tal-ikel. Dawn huma importanti wkoll biex jiġu stabbiliti profili ta' kongeneri sabieħ jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni potenzjali. Bhalissa dawn il-metodi jużaw kromatografija tal-gass ta' riżoluzzjoni għolja/spettrometrija ta' massa ta' riżoluzzjoni għolja (HRGC/HRMS).

2. KLASSIFIKAZZJONI TAL-METODI SKONT IL-GRAD TA' KWANTIFIKAZZJONI TAGĦHOM <sup>(1)</sup>

**Il-metodi kwalitattivi** jiddeterminaw jekk hemmx preżenza jew le ta' analiti ta' interess, mingħajr ebda indikazzjoni kwantifikata tal-koncentrazzjoni tal-analit putattiv. Dawn il-metodi jista' jkollhom il-potenzjal li jipprovdu riżultati semikwantitattivi iżda jintużaw biss biex jirrapportaw il-preżenza jew in-nuqqas ta' analiti u jindikaw il-possibbiltà ta' livelli oghla jew aktar baxxi minn ċerti meded, eż. il-limitu ta' detezzjoni, il-limitu ta' kwantifikazzjoni jew il-valuri ta' limitu.

Għall-kontroll tal-livelli massimi u ta' azzjoni għal PCDD/F u komposti simili għad-diossini fl-ikel, jistgħu jiġu applikati metodi ta' skrinjng li huma msejsa fuq it-tqabbil tar-riżultat analitiku mal-valur ta' limitu u jiddeterminaw jekk hemmx preżenza jew le ta' analiti u jindikaw il-possibbiltà ta' eċċess tal-livell ta' interess. Għal dan il-għan, ġew introdotti metodi bjoanalitiċi. Generalment, jistgħu jiġu żviluppati wkoll metodi fiżikokimiċi; Madankollu, fir-rigward tal-livelli massimi u ta' azzjoni abbażi tat-TEQ u tal-analiżi kumplessa bid-determinazzjoni meħtieġa tal-kongeneri individwali rilevanti, ma hemmx eżempji prattiċi.

**"Il-metodi semikwantitattivi"** jagħtu indikazzjoni approssimattiva tal-koncentrazzjoni li tista' tkun utli bhala tagħrif dwar il-medda tal-koncentrazzjoni tal-analit u ta' għajna għall-analista biex jiddeċiedi dwar il-medda ta' kalibrizzjoni għat-test konfermatork li jrid jitwettaq sussegwentement u għal finijiet ta' kontroll tal-kwalità. Eżempji jinkludu:

- il-metodi bjoanalitiċi li jistgħu jindividwaw l-analiti ta' interess, jinkludu kurva ta' kalibrizzjoni, jiddeterminaw jekk hemmx preżenza jew le ta' analiti u jindikaw il-possibbiltà ta' eċċess tal-livell ta' interess u jippermettu li jiġi rrapportat ir-riżultat bhala Ekwivalenti Bjoanalitiċi (BEQ), li jagħtu indikazzjoni tal-valur TEQ fil-kampjun,
- it-test fiżikokimiku (eż. il-GC-MS/MS jew il-GC/LRMS) fejn il-karatteristiċi tal-metodu ta' preċiżjoni mkejla ma jissodisfaww ir-rekwiżiti għat-testijiet kwantitattivi.

<sup>(1)</sup> Adattat għal PCDD/F u komposti simili għad-diossini mill-"Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines", Laboratorji Komunitarji ta' Referenza tal-UE (EURLs) għal residwi ta' mediċini veterinarji u kontaminanti fl-ikel li ġej mill-annimali f'Fougères, Berlin u Bilthoven, 20/1/2010, [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab\\_analysis\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm)

“**Il-metodi kwantitattivi**” jissodisfaw l-istess rekwiżiti għall-akkuratezza, il-medda dinamika u l-precizjoni bhala testijiet konfermatorji. Meta tkun mehtieġa l-kwantifikazzjoni, dawn il-metodi għandhom jiġu vvalidati bhala metodi konfermatorji, kif imfisser f'dan id-dokument għall-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini.

### 3. SFOND

Sabiex jiġu kkalkolati l-koncentrazzjonijiet tal-Ekwivalenti ta' Tossicità (TEQ), il-koncentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu multiplikati mal-Fattur ta' Tossicità Ekwivalenti (TEF) rispettiv tagħhom, kif gie stabbilit mill-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa u elenkati fl-Appendiċi ma' dan l-Anness, u sussegwentement maghduda biex jinkiseb it-total ta' koncentrazzjoni tal-komposti simili għad-diossini espressi bhala TEQs.

Il-metodi konfermatorji u ta' skринing jistgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerta matrici jekk il-metodi jkunu sensittivi biżżejjed li jindividwaw il-livelli b'mod affidabbli fil-livell ta' interess (livell massimu jew ta' azzjoni).

### 4. REKWIŻITI TA' GARANZIJA TAL-KWALITÀ

- Għandhom jittiehdu miżuri sabiex tkun evitata l-kontaminazzjoni inkroċata f'kull stadju tal-proċedura tat-tehdid ta' kampjuni u tal-analizi.
- Il-kampjuni għandhom jinhażnu u jingarru f'kontenituri tal-ħġieġ, aluminju, polipropilen jew polietilen adattati għall-ħzin mingħajr ma jaffettwaw il-livelli ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini fil-kampjuni. Għandhom jitnehhew it-traċċi ta' trab tal-karti mill-kontenitur tal-kampjuni.
- Il-ħażna u l-garr tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li jzomm 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 ntwerwa biex tinkiseb omoġenizzazzjoni kompluta (eż. thin sabiex jgħaddi minn ġo għarbiel ta' 1 mm); il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel it-thin jekk il-kontenut ta' umdu jkun għoli wisq.
- Il-kontroll tar-reagenti, tal-oġġetti tal-ħġieġ u tat-tagħmir għall-influenza possibbli tar-rizultati msejsa fuq TEQ jew BEQ, huwa ta' importanza ġenerali.
- għandha ssir analizi in bjank billi titwettaq il-proċedura analitika kollha filwaqt li jithalla barra l-kampjun biss.
- Għall-metodi bjoanalitiċi, huwa ferm importanti li l-oġġetti tal-ħġieġ u s-solventi kollha użati fl-analizi jiġu ttestjati biex ikunu hielsa minn komposti li jinterferixxu mad-detezzjoni tal-komposti fil-mira fil-medda ta' hidma. L-oġġetti tal-ħġieġ għandhom jitlahalhu bis-solventi jew/u jissahhnu f'temperaturi adattati għat-tneh-hija mis-superfiċje tagħhom tat-traċċi ta' PCDD/F, komposti simili għad-diossini u komposti li jinterferixxu.
- Il-kwantità tal-kampjun użata għall-estrazzjoni għandha tkun biżżejjed biex tissodisfa r-rekwiżiti fir-rigward tal-medda ta' hidma baxxa biżżejjed inklużi l-koncentrazzjonijiet ta' interess.
- Il-proċeduri speċifiċi ta' preparazzjoni tal-kampjun użati għall-prodotti meqjusa għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati internazzjonalment.
- Fil-każ tal-hut, il-ġilda għandha titnehha billi l-livell massimu japplika għal-laħam tal-muskoli mingħajr ġilda. Madankollu, jinhtieġ li l-fdalijiet kollha tal-laħam tal-muskoli u tat-tessut tax-xaham li jinsabu fuq il-parti ta' ġewwa tal-ġilda jitnehhew bil-galbu u kompletament mill-ġilda u miżjuda mal-kampjun li jrid jiġi analizzat.

### 5. REKWIŻITI GĦAL-LABORATORJI

- B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonossut li jopera skont il-Gwida ISO 58 biex jiżgura li dawn qeġhdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati billi jiġi segwit l-istandard EN ISO/IEC 17025.
- Il-proficijenza tal-laboratorju għandha tiġi ppruvata permezz tal-partecipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossini fil-matricijiet tal-ikel u l-meded ta' koncentrazzjoni rilevanti.
- Il-laboratorji li japplikaw il-metodi ta' skринing għall-kontroll ta' rutina tal-kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib mal-laboratorji li japplikaw il-metodu konfermatorju, kemm għall-kontroll tal-kwalità kif ukoll għall-konferma tar-rizultat analitiku tal-kampjuni suspettati.

6. REKWIŻITI BAŽIĊI LI GHANDHOM JIĠU SODISFATTI MILL-PROCĊEDURA ANALITIKA GHAD-DIOSSINI (PCDD/F) U PCB SIMILI GHAD-DIOSSINI

6.1. **Medda ta' hidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni**

— Fir-rigward tal-PCDD/F, il-kwantitajiet li jistgħu jiġu individwati għandhom ikunu fil-medda tal-femtogramm superjuri ( $10^{-15}$  g) minhabba t-tossicità estrema ta' whud minn dawn il-komposti. Għall-biċċa l-kbira tal-kongeneri tal-PCB, il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm ( $10^{-9}$  g) diġà huwa biżżejjed. Madankollu, għall-kejl tal-kongeneri tal-PCB simili għad-diossini l-aktar tossiċi, (b'mod partikolari l-kongeneri sostitwiti mhux orto), il-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma jrid jilhaq il-livelli tal-pikogramm inferjuri ( $10^{-12}$  g).

6.2. **Selettività għolja (speċificità)**

— Jinhtieg li ssir distinzjoni bejn il-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini u għadd kbir ta' komposti oħra koestratti, li possibbilment jinterferixxu u li huma preżenti f'koncentrazzjonijiet ta' daqs ferm akbar minn dawk tal-analiti ta' interess. Għall-metodi ta' kromatografija tal-gass/spettrometrija ta' massa (GC/MS), jinhtieg li ssir differenzjazzjoni fost diversi kongeneri, pereżempju bejn il-kongeneri tossiċi (eż. is-sbatax PCDD/F sostitwiti għal 2,3,7,8 u t-tnax PCB simili għad-diossini) u kongeneri oħra.

— Il-metodi bjoanalitiċi għandhom jindividwaw il-komposti fil-mira bħalma hi s-somma ta' PCDD/F u/jew PCB simili għad-diossini. It-tindif tal-kampjun għandu jimmira li jnehhi l-komposti li jikkawżaw riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza jew il-komposti li jistgħu jnaqqsu r-rispons u jikkawżaw riżultati ta' konformità falza.

6.3. **L-akkuratezza kbira (eżattezza u preċiżjoni, irkupru apparenti tat-test bijoloġiku)**

— Għall-metodi GC/MS, id-determinazzjoni għandha tipprovdi stima valida tal-koncentrazzjoni effettiva f'kampjun. Akkuratezza kbira (akkuratezza tal-kejl: il-grad ta' konkordanza bejn ir-riżultat tal-kejl mal-valur reali jew assenjat tal-kwantità li trid titkejjel) hi mehtieġa biex jiġi evitat li r-riżultat ta' analiżi tal-kampjun jiġi rifjutat abbażi ta' dipendenza mhux rakkomandabbli tal-livell TEQ determinat. L-akkuratezza hija mfissra bħala "eżattezza" (id-differenza bejn il-valur medju mkejjejjel għal analiżi f'materjal iċċertifikat u l-valur iċċertifikat tiegħu, li huwa espress bħala percentwal ta' dan il-valur) u "preċiżjoni" (id-devjazzjoni standard relattiva RSDR ikkalkolata mir-riżultati ġġenerati f'kundizzjonijiet ta' riproducibilità).

— Għall-metodi bjoanalitiċi, għandu jiġi ddeterminat l-irkupru apparenti tat-test bijoloġiku.

6.4. **Il-validazzjoni fil-medda tal-livell ta' interess u l-miżuri ġenerali tal-kontroll tal-kwalità**

— Il-laboratorji għandhom juru r-rendiment ta' metodu fil-medda tal-livell ta' interess, eż.  $0,5 \times$ ,  $1 \times$  u  $2 \times$  il-livell ta' interess b'koeffiċjenti aċċettabbli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta, matul il-proċedura ta' validazzjoni u/jew matul l-analiżi ta' rutina.

— Għandhom jitwettqu regolarment kontrolli in bjank u esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll (preferibbilment, jekk ikun possibbli, materjal ta' referenza ċċertifikat) bħala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità. It-tabelli tal-kontroll tal-kwalità (QC) għal kontrolli in bjank, esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll għandhom jiġu rreġistrati u ċċekkjati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa konformi mar-rekwiżiti.

6.5. **Limitu ta' kwantifikazzjoni**

— Għall-metodu ta' skrinjng bjoanalitiku, mhuwiex indispensabbli li jiġi stabbilit LOQ iżda l-metodu għandu juri li jista' jiddifferenzja bejn il-valur in bjank u dak ta' limitu. Meta jiġi pprovdut livell BEQ, għandu jiġi stabbilit livell ta' rappurtar biex jiġu trattati l-kampjuni li juru rispons taht dan il-livell. Il-livell ta' rappurtar għandu jintwera li hu differenti mill-kampjuni in bjank tal-proċedura mill-inqas b'fattur ta' tlieta, b'rispons taht il-medda ta' hidma. Għaldaqstant, dan għandu jiġi kkalkolat minn kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu mehtieġ, u mhux minn proporzjon S/N jew test in bjank.

— Il-limitu ta' kwantifikazzjoni (LOQ) għall-metodu konfermatorju għandu jkun ta' madwar għoxrin fil-mija tal-livell ta' interess.

6.6. **Kriterji analitiċi**

— Għal riżultati ta' min jorbot fuqhom minn metodi konfermatorji jew ta' skrinjng, il-kriterji li ġejjin għandhom jiġu sodisfatti rispettivament għall-valur TEQ u l-valur BEQ, kemm jekk determinat bħala TEQ totali (bħala somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini) jew separatament għal PCDD/F u PCB simili għad-diossini.

	Skrining permezz ta' metodi bijoanalitiċi jew fizikokimiċi	Metodi konfermatorji
Rata ta' konformità falza (*)	< 5%	
Eżattezza		- 20 % sa + 20 %
Ripetibilità (RSD <sub>p</sub> )	< 20%	
Riproduċibilità fil-laboratorju (RSD <sub>R</sub> )	< 25%	< 15%

(\*) fir-rigward tal-livelli massimi

#### 6.7. Rekwiżiti speċifiċi għal metodi ta' skringing

- Għall-iskringing jistgħu jintużaw kemm il-metodi GC/MS kif ukoll dawk bijoanalitiċi. Għall-metodi GC/MS, għandhom jintużaw ir-rekwiżiti kif stabbiliti fil-punt 7 ta' dan l-Anness. Għall-metodi bijoanalitiċi bbażati fuq iċ-ċelloli, hemm rekwiżiti speċifiċi stabbiliti fil-punt 8 ta' dan l-Anness.
- Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skringing għall-kontroll ta' rutina tal-kampjuni, għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib mal-laboratorji li japplikaw il-metodu konfermatorju.
- Ir-rendiment tal-metodu ta' skringing irid jiġi vverifikat matul l-analiżi ta' rutina, mill-kontroll tal-kwalità tal-analiżi u mill-validazzjoni kontinwa tal-metodu. Għandu jkun hemm programm kontinwu għall-kontroll ta' riżultati konformi.
- *Kontroll tas-soppressjoni potenzjali tar-rispons ċellulari u ċ-ċitossicità*

Ghoxrin fil-mija tal-estratti tal-kampjun għandhom jitkejlu fi skringing ta' rutina biż-żieda ta' 2,3,7,8-TCDD jew minghajrha, b'konformità mal-livell ta' interess, biex jiġi ċċekkjat jekk ir-rispons huwiex imhassar minn sustanzi li jinterferixxu, 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 aktar minn 25 % aktar baxxa tal-konċentrazzjoni (is-somma) kkal-kolata, dan jindika li s-sinjali seta' thassar u l-kampjun rispettiv għandu jintbagħat għall-analiżi konfermatorja GC/HRMS. Ir-riżultati għandhom jiġu mmonitorjati f'tabelli ta' kontroll tal-kwalità.

- *Il-kontroll tal-kwalità fuq kampjuni konformi*

Madwar 2 sa 10 % tal-kampjuni konformi, skont il-matriċi tal-kampjun u l-esperjenza tal-laboratorju, għandhom jiġu kkonfermati permezz tal-GC/HRMS.

- *Determinazzjoni tar-rati ta' konformità falza mid-dejta tal-QC*

Ir-rata tar-riżultati ta' konformità falza mill-iskringing tal-kampjuni inqas u oghla mil-livell massimu jew mil-livell ta' azzjoni, għandha tiġi determinata. Ir-rati attwali 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, jistgħu jifasslu minn din il-bażi ta' dejta l-konkluzjonijiet dwar ir-rata ta' konformità falza. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fir-ringtests jew waqt incidenti ta' kontaminazzjoni li jkopru sa medda ta' konċentrazzjoni ta' eż.  $2 \times$  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 ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrappreżentaw diversi sorsi.

Għalkemm it-testijiet ta' skringing huma maħsuba biex qabel kollox jindividwaw il-kampjuni li jaqbzū l-livell ta' azzjoni, il-kriterju għad-determinazzjoni tar-rati ta' konformità falza huwa l-livell massimu, meta titqies l-inċertezza tal-kejl tal-metodu konfermatorju.

- Ir-riżultati tal-iskringing potenzjalment mhux konformi għandhom dejjem jiġu vverifikati permezz ta' metodu konfermatorju ta' analiżi (GC/HRMS). Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tiġi evalwata r-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. Għal metodi ta' skringing, ir-rata ta' "riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza" hija l-frazzjoni ta' riżultati li l-konformità tagħhom giet ikkonfermata permezz tal-analiżi konfermatorja GC/HRMS filwaqt li fi skringing preċedenti l-kampjun kien ġie ddiċjarat li hu suspettat li ma jikkonformax. Madankollu, l-evalwazzjoni tal-utilità tal-metodu ta' skringing għandha tkun imsejsa fuq it-tqabbil tal-kampjuni ta' nuqqas ta' konformità falza man-numru totali ta' kampjuni ċċekkjati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed sabiex l-użu ta' għodda ta' skringing jibqa' wiehed vantaggiuż.

- Il-metodi bjoanalitiċi għandhom jipprovdu, għall-inqas f'kundizzjonijiet ta' validazzjoni, indikazzjoni valida tal-livell TEQ, ikkalkolat u espress bħala BEQ.
  - Għall-metodi bjoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ta' ripetibilità wkoll, l-RSD<sub>r</sub> bejn laboratorju u iehor tkun tipikament iżgħar mir-riproducibilità RSD<sub>R</sub>.
7. REKWIZITI SPECIFIĊI GĦAL METODI GC/HRMS LI GĦANDHOM JIĠU SODISFATTI GĦAL RAĠUNIJET KONFERMATORJI JEW TA' SKRINING
- 7.1. **Rekwiziti ġenerali**
- Id-differenza bejn il-livell superjuri u l-livell inferjuri ma għandhiex taqbeż 1-20 % għall-oġġetti tal-ikel b'kontaminazzjoni ta' madwar 1 pg WHO-TEQ/g ta' xaham (abbażi tas-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini). Għall-oġġetti tal-ikel b'kontenut baxx ta' xaham, għandhom japplikaw l-istess rekwiziti għall-livelli ta' kontaminazzjoni ta' madwar 1 pg WHO-TEQ/g tal-prodott. Għal livelli aktar baxxi ta' kontaminazzjoni, pereżempju 0,5 pg WHO-TEQ/g tal-prodott, id-differenza bejn livell superjuri u dak inferjuri tista' tkun fil-medda ta' minn 25 % sa 40 %.
- 7.2. **Kontroll tal-irkupri**
- L-istandards interni ta' PCDD/F sostitwiti għal 2,3,7,8-koru ttikkettati bi <sup>13</sup>C u l-istandards interni ta' PCB simili għad-diossini ttikkettati bi <sup>13</sup>C għandhom jiżdiedu fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun ivalidata l-proċedura analitika. Għall-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi tetra jew oktaklorinati għall-PCDD/F u għall-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi għall-PCB simili għad-diossini għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, għall-inqas kongeneru wiehed għal kull funzjoni ta' registrazzjoni ta' jonu magħżula għal kull spettrometrija ta' massa użata għall-monitoraġġ ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini). Fil-każ ta' metodi konfermatorji, għandhom jintużaw is-17-il standard intern kollha ta' PCDD/F sostitwiti għal 2,3,7,8 ttikkettati bi <sup>13</sup>C u t-12-il standard intern kollha ta' PCB simili għad-diossini ttikkettati bi <sup>13</sup>C.
  - Għandhom jiġu determinati wkoll fatturi ta' rispons relattivi għal dawk il-kongeneri li għalihom mhu miżjud l-ebda analoġu ttikkettat bi <sup>13</sup>C, bl-użu ta' soluzzjonijiet ta' kalibrazzjoni xierqa.
  - Għall-oġġetti tal-ikel li joriġinaw mill-pjanti u għall-oġġetti tal-ikel li joriġinaw 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 joriġinaw mill-annimali li jkun fihom aktar minn 10 % ta' xaham, l-istandards interni jistgħu jiżdiedu qabel jew wara l-estrazzjoni tax-xaham. Għandha titwettaq validazzjoni xierqa tal-effiċjenza tal-estrazzjoni, skont l-istadju li fih huma introdotti l-istandards interni u skont jekk ir-riżultati humiex irrapportati abbażi tal-prodott jew tax-xaham.
  - Qabel l-analiżi GC/MS, għandhom jiżdiedu wiehed jew żewġ standards ta' rkupru (sostituzzjoni).
  - Il-kontroll tal-irkupru huwa neċessarju. Għal metodi konfermatorji, l-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu fil-medda ta' minn 60 % sa 120 %. L-irkupri oġhla jew aktar baxxi għal kongeneri individwali, b'mod partikolari għal ċerti dibenžo-p-diossini u dibenżofurani etta u ottaklorinati huma aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx 1-10 % tal-valur TEQ totali (ibbażat fuq is-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini). Għal metodi ta' skrinning GC/MS, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' minn 30 sa 140 %.
- 7.3. **Tnehhija ta' sustanzi li jinterferixxu**
- Is-separazzjoni ta' PCDD/F minn komposti klorinati li jinterferixxu bħal PCB mhux simili għad-diossini u eteri tad-difenil klorinati għandha ssir permezz ta' tekniki kromatografiċi adattati (preferibbilment b'kolonna ta' florisil, alumina u/jew 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).
- 7.4. **Kalibrazzjoni b'kurva standard**
- Il-medda tal-kurva ta' kalibrazzjoni għandha tkopri l-medda rilevanti tal-livelli ta' interess.
8. REKWIZITI SPECIFIĊI GĦALL-METODI BJOANALITIĊI
- Il-metodi bjoanalitiċi huma metodi msejsa fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal testijiet ibbażati fuq iċ-ċelloli, testijiet fuq ir-riċevituri jew immunoanalizi. Il-punt 8 preżenti jstabbilixxi rekwiziti għall-metodi bjoanalitiċi b'mod ġenerali.

Il-metodu ta' skrinjng bhala prinċipju jikklassifika kampjun bhala konformi jew suspettat li ma jikkonformax. Ghal dan il-ghan, il-livell BEQ ikkalkolat jitaqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 8.3). Il-kampjuni taht il-valur ta' limitu huma ddikjarati konformi, filwaqt li l-kampjuni ugwali jew oghla mill-valur ta' limitu huma ddikjarati li ma jikkonformawx, u jirrikjedu analiżi permezz ta' metodu konfermatorju. Fil-prattika, il-livell BEQ li jikkorrispondi ghal żewġ terzi tal-livell massimu jista' jservi bhala l-aktar valur ta' limitu adattat, u jiżgura rata ta' konformità falza taht il-5 % u rata aċċettabbli ghal riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. B'livelli massimi separati ghal PCDD/F u ghas-somma ta' PCDD/F u PCB simili ghad-diossini, l-iċċekkjar tal-konformità tal-kampjuni minghajr frazzjonament jirrikjedi valuri ta' limitu ta' testijiet bijoloġiċi adattati ghall-PCDD/F. Ghall-iċċekkjar tal-kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, il-valur ta' limitu jista' jkun percentwal adattat tal-livell ta' interess rispettiv.

Barra minn hekk, fil-każ ta' ċerti metodi bjoanalitiċi, jista' jinghata livell indikattiv espress f'BEQ ghal kampjuni fil-medda ta' hidma u li jaqbeż il-limitu ta' rappurtar (ara l-punti 8.1.1. u 8.1.6.).

## 8.1. Evalwazzjoni tar-rispons ghat-test

### 8.1.1. Rekwiziti ġenerali

- Meta jiġu kkalkolati l-koncentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrazzjoni TCDD, il-valuri fil-limitu inferjuri u superjuri tal-kurva juru varjazzjoni kbira (koeffiċjent gholi ta' varjazzjoni (CV)). Il-medda ta' hidma hija l-erja fejn din is-CV tkun iżgħar minn 15 %. Il-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma (limitu ta' rappurtar) għandu wkoll jiġi stabbilit f'livell konsiderevolment oghla (mill-inqas b'fattur ta' tlieta) mill-bjanki tal-proċedura. Il-limitu superjuri tal-medda ta' hidma normalment huwa rrappreżentat bil-valur EC<sub>70</sub> (70 % tal-koncentrazzjoni effettiva massima), iżda huwa inferjuri jekk is-CV tkun oghla minn 15 % f'din il-medda. Il-medda ta' hidma għandha tiġi stabbilita waqt il-validazzjoni. Il-valuri ta' limitu (il-punt 8.3) għandhom ikunu sew fil-medda ta' hidma.
- Is-soluzzjonijiet standard u l-estratti tal-kampjun għandhom jiġu ttestjati għall-inqas b'mod duplikat. Meta jintużaw id-duplikati, soluzzjoni standard jew estratt ta' kontroll ittestjat f'minn erba' sa sitt kontenituri mqassma fuq il-platt għandu jipproduċi rispons jew koncentrazzjoni (possibbli biss fil-medda ta' hidma) msejsa fuq CV < 15 %.

### 8.1.2. Kalibrazzjoni

#### 8.1.2.1. Kalibrazzjoni b'kurva standard

- Il-livelli fil-kampjuni jistgħu jiġu stmati billi jitaqabbel ir-rispons tat-test mal-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD (jew PCB 126 jew taħlita standard ta' PCDD/F/PCB simili ghad-diossini) biex jiġi kkalkolat il-livell BEQ fl-estratt u sussegwentement fil-kampjun.
- Il-kurvi ta' kalibrazzjoni għandhom jinkludu minn 8 sa 12-il koncentrazzjoni (għall-inqas f'duplikati), b'koncentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti t'isfel tal-kurva (il-medda ta' hidma). Għandha tinghata attenzjoni speċjali għall-kwalità tal-aġġustament tal-kurva fil-medda ta' hidma. Bhala tali, il-valur R<sup>2</sup> għandu f'it jew l-ebda valur fl-istima tal-adeqwatezza tal-aġġustament fir-rigressjoni nonlineari. It-tnaqqis tad-differenza bejn il-livelli kkalkolati u dawk osservati fil-medda ta' hidma tal-kurva se jtejjeb l-aġġustament (eż. billi tiġi mminimizzata s-somma ta' residwi kwadrati).
- Il-livell stmat fl-estratt tal-kampjun huwa sussegwentement ikkorreġut għal-livell BEQ ikkalkolat għall-kampjun in bjank ta' matrici/solvent (sabiex ikopri l-impuritàjiet minn solventi u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkolat mil-livell BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' konġeneri rappreżentattivi qrib il-livell ta' interess). Sabiex jiġi kkorreġut l-irkupru, l-irkupru apparenti għandu dejjem ikun fil-medda meħtieġa (ara l-punt 8.1.4.). Il-kampjuni ta' referenza użati għall-korrezzjoni tal-irkupru għandhom jikkonformaw mar-rekwiziti mogħtija fil-punt 8.2.

#### 8.1.2.2. Kalibrazzjoni bil-kampjuni ta' referenza

Alternattivament, kurva ta' kalibrazzjoni ppreparata minn mill-inqas erba' kampjuni ta' referenza (ara l-punt 8.2: jistgħu jintużaw bjank tal-matrici wiehed, flimkien ma' tliet kampjuni ta' referenza b'0,5 ×, 1,0 × u 2,0 × il-livell ta' interess) qrib il-livell ta' interess, filwaqt li titneħħa l-hteġa ta' korrezzjoni tal-bjank u tal-irkupru. F'dan il-każ, ir-rispons tat-test li jikkorrispondi għal żewġ terzi tal-livell massimu (ara l-punt 8.3) jista' jiġi kkalkolat direttament minn dawn il-kampjuni u użat bhala valur ta' limitu. Għall-iċċekkjar tal-kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, il-valur ta' limitu jista' jkun percentwal adattat ta' dawn il-livelli ta' azzjoni.

### 8.1.3. Determinazzjoni separata ta' PCDD/F u PCB simili ghad-diossini

L-estratti jistgħu jinqasmu fi frazzjonijiet li jkun fihom PCDD/F u PCB simili ghad-diossini, u jippermettu indikazzjoni separata tal-livelli TEQ tal-PCDD/F u tal-PCB simili ghad-diossini (f'BEQ). Għandha tintuża preferibbilment kurva ta' kalibrazzjoni standard tal-PCB 126 biex jiġu evalwati r-riżultati għall-frazzjoni li fiha l-PCB simili ghad-diossini.

#### 8.1.4. *Irkupri apparenti tat-test bijoloġiku*

L-“irkupru apparenti tat-test bijoloġiku” għandu jiġi kkalkolat minn kampjuni ta’ referenza adattati bi profili ta’ kongeneri rappreżentattivi qrib il-livell ta’ interess u espress bħala perċentwal tal-livell BEQ meta mqabbel mal-livell TEQ. Skont it-tip ta’ test u TEFs <sup>(1)</sup> użati, id-differenzi bejn il-fatturi TEF u REP għal PCB simili għad-diossini jistgħu jwasslu biex il-PCB simili għad-diossini jkollhom irkupri apparenti baxxi meta mqabbla mal-PCDD/F. Għaldaqstant, jekk titwettaq determinazzjoni separata ta’ PCDD/F u ta’ PCB simili għad-diossini, l-irkupri apparenti tat-test bijoloġiku għandhom ikunu: minn 25 % sa 60 % għall-PCB simili għad-diossini, minn 50 % sa 130 % għall-PCDD/F (il-meded japplikaw għall-kurva ta’ kalibrizzjoni TCDD). Billi l-kontribuzzjoni ta’ PCB simili għad-diossini għas-somma tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossini tista’ tvarja bejn il-matrici u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tat-test bijoloġiku għall-parametru tas-somma jirriflettu daww il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % sa 130 %.

#### 8.1.5. *Kontroll tal-irkupri għat-tindif*

— It-telf ta’ komposti waqt it-tindif għandu jiġi ċċekkjat matul il-validazzjoni. Il-kampjun in bjank miżjud b’taħlita ta’ kongeneri differenti għandu jiġi ppreżentat għat-tindif (mill-inqas  $n = 3$ ) u l-irkupru u l-varjabbiltà għandhom jiġu ċċekkjati permezz ta’ analiżi GC/HRMS. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għall-kongeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell TEQ f’taħlitiet varji.

#### 8.1.6. *Limitu ta’ Rappurtar*

— Meta jiġu rrapportati l-livelli BEQ, għandu jiġi ddeterminat il-limitu ta’ rappurtar minn kampjuni ta’ matrici rilevanti li jinvolvu profili ta’ kongeneri tipiċi iżda mhux mill-kurva ta’ kalibrizzjoni tal-istandards minhabba l-precizjoni baxxa fil-medda inferjuri tal-kurva. Għandhom jitqiesu l-effetti mill-estrazzjoni u t-tindif. Il-limitu ta’ rappurtar għandu jiġi stabbilit flivell konsiderevolment ogħla (mill-inqas b’fattur ta’ tlieta) mill-bjank tal-proċedura.

#### 8.2. **Użu ta’ kampjuni ta’ referenza**

— Il-kampjuni ta’ referenza għandhom jirrapreżentaw il-matrici tal-kampjuni, il-profilu tal-kongeneri u l-meded ta’ koncentrazzjoni għall-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini qrib il-livell ta’ interess (livelli massimi jew ta’ azzjoni).

— F’kull serje ta’ testijiet għandhom jiġu inklużi bjank tal-proċedura jew preferibbilment bjank tal-matrici, u kampjun ta’ referenza fil-livell ta’ interess. Dawn il-kampjuni għandhom jiġu estratti u ttestjati fl-istess waqt f’kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta’ referenza għandu juri biċ-ċar rispons elevat meta mqabbel mal-kampjun in bjank, u b’hekk jiżgura l-adekwatezza tat-test. Dawn il-kampjuni għandhom jintużaw għall-korrezzjonijiet tal-bjank u tal-irkupru.

— Il-kampjuni ta’ referenza magħżula biex titwettaq il-korrezzjoni tal-irkupru għandhom ikunu rappreżentattivi għall-kampjuni tat-test, u dan ifisser li l-profilu tal-kongeneri ma għandhomx iwasslu biex il-livelli jiġu sstotovolutati.

— Il-kampjuni żejda ta’ referenza, eż.  $b'0,5 \times u \times 2$  il-livell ta’ interess għandhom jiġu inklużi sabiex juru r-  
rendiment korrett tat-test fil-medda ta’ interess għall-kontroll tal-livell ta’ interess. Meta jingħaqdu flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex jiġu kkalkolati l-livelli BEQ fil-kampjuni tat-test (il-punt 8.1.2.2).

#### 8.3. **Determinazzjoni tal-valuri ta’ limitu**

Ir-relazzjoni bejn ir-riżultati bjoanalitiċi fir-riżultati BEQ u GC/HRMS fit-TEQ għandha tiġi stabbilita (eż. permezz ta’ esperimenti ta’ kalibrizzjoni adattata għall-matrici, li jinvolvu kampjuni ta’ referenza miżjuda  $b'0, 0,5 \times, 1 \times$  u  $2 \times$  il-livell massimu (ML), b’sitt 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 ċċekkjati f’kull serje ta’ testijiet billi jiġu inklużi bjank tal-proċedura jew tal-matrici u kampjuni tal-irkupru (il-punt 8.2).

Il-valuri ta’ limitu għandhom jiġu stabbiliti għad-deċizzjoni dwar il-konformità tal-kampjun mal-livelli massimi jew għall-kontroll tal-livelli ta’ azzjoni, jekk ikun ta’ interess, mal-livelli ta’ interess rispettivi stabbiliti jew għall-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini wahidhom, jew għas-somma ta’ PCDD/F u PCB simili għad-diossini. Dawn huma rrapreżentati mill-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bjoanalitiċi (ikkoreġuti għall-irkupru u in bjank) li jikkorrispondu għal-limitu ta’ deċizzjoni GC/HRMS imsejjes fuq livell ta’ fiduċja ta’ 95 %, li jimplika rata ta’ konformità falza ta’  $< 5 \%$ , u fuq RSDR ta’  $< 25 \%$ . Il-limitu ta’ deċizzjoni GC/HRMS huwa l-livell massimu, meta titqies l-inċertezza tal-kejl.

Fil-prattika, il-valur ta’ limitu (f’BEQ) jista’ jiġi kkalkolat permezz tal-approċċi li ġejjin (ara l-Figura 1):

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



8.3.1. L-użu tal-marġini *inferjuri* tal-intervall ta' previżjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS

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

ma':

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  BEQ li jikkorrispondu għal-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS, li huwa l-ML inkluża l-incertezza tal-kejl

$s_{y,x}$  devjazzjoni standard residwa

$t_{\alpha, f=m-2}$  Fattur student ( $\alpha = 5 \%$ ,  $f =$  gradi ta' libertà, b'naha waħda)

$m$  numru totali ta' punti ta' kalibrazzjoni (indici  $j$ )

$n$  numru ta' ripetizzjonijiet f'kull livell

$x_i$  konċentrazzjoni fil-kampjun tal-GC/HRMS (f'TEQ) tal-punt ta' kalibrazzjoni  $i$

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

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2 \text{ parametru globali kwadrat, } i = \text{indici għall-punt ta' kalibrazzjoni } i$$

8.3.2. Il-kalkolu mir-riżultati bijoanalitiċi (kkoreġuti għall-irkupru u in bjank) ta' analiżi multipla tal-kampjuni ( $n \geq 6$ ) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS, bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta fil-valur BEQ medju korrispondenti:

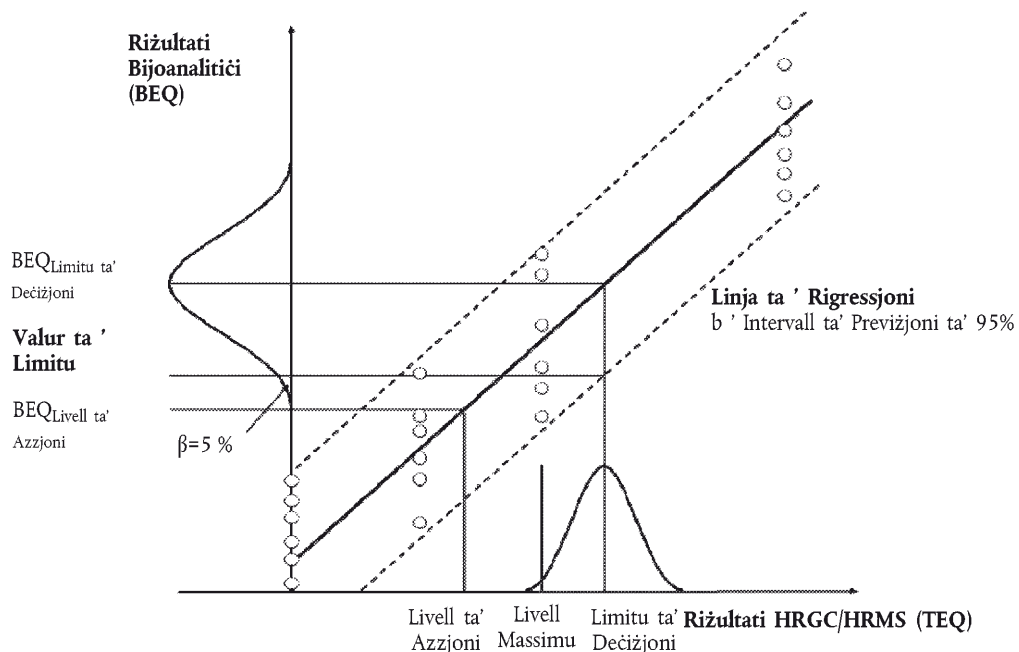
$$\text{Valur ta' limitu} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 * \text{SD}_R$$

fejn:

$\text{SD}_R$  devjazzjoni standard tar-riżultati tat-test bijoloġiku f' $\text{BEQ}_{\text{DL}}$ , imkejla f'kundizzjonijiet ta' riproducibilità fil-laboratorju

8.3.3. Il-kalkolu bhala l-valur medju tar-riżultati bijoanalitiċi (f'BEQ, ikkoreġuti għall-irkupru u in bjank) mill-analiżi multipla tal-kampjuni ( $n > 6$ ) ikkontaminati f'zewġ terzi tal-livell ta' interess. Dan hu msejjes fuq l-osservazzjoni li dan il-livell se jkun qrib il-valur ta' limitu ddeterminat fil-punti 8.3.1 jew 8.3.2.

Figura 1



Il-kalkolu tal-valuri ta' limitu msejjes fuq livell ta' fiduċja ta' 95 % li jimplika rata ta' konformità falza < 5 %, u  $RSD_R < 25\%$ : 1. mill-marġini *inferjuri* tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni HRGC/HRMS, 2. mill-analiżi multipla tal-kampjuni ( $n > 6$ ) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni HRGC/HRMS bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta (irrappreżentat fil-grafika b'kurva b'forma ta' qanpiena) fil-valur BEQ medju korrispondenti.

#### 8.3.4. Restrizzjonijiet għall-valuri ta' limitu:

Il-valuri ta' limitu msejsa fuq il-BEQ ikkalkolati minn  $RSD_R$  miksuba waqt il-validazzjoni bl-użu ta' numru limitat ta' kampjuni bi profili ta' kongeneri/matrici differenti jistgħu jkunu oġġla mil-livelli ta' interess imsejsa 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 kkalkolati b' $RSD_R = 25\%$ , jew preferibbilment, b'żewġ terzi tal-livell ta' interess.

#### 8.4. Karatteristiċi tar-rendiment

- Billi ma jista' jintuża l-ebda standard intern fil-metodi bijoanalitiċi, għandhom isiru testijiet fuq ir-ripetibilità sabiex tinkiseb informazzjoni dwar id-devjazzjoni standard f'serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-ripetibilità għandha tkun inqas minn 20 %, u r-riproducibilità bejn laboratorju u ieħor għandha tkun inqas minn 25 %. Dan il-kalkolu għandu jkun imsejjes fuq il-livelli kkalkolati f'BEQ wara l-korrezzjoni tal-bjank u tal-irkupru.
- Bhala parti mill-proċess ta' validazzjoni, it-test għandu juri distinzjoni bejn kampjun in bjank u livell fil-valur ta' limitu, kif ukoll jippermetti l-identifikazzjoni ta' kampjuni oġġla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 8.1.2).
- Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli in bjank.
- Il-perċentwal tad-devjazzjoni standard fir-rispons jew fil-konċentrazzjoni kkalkolata mir-rispons (possibbli biss fil-medda ta' hidma) ta' determinazzjoni tripla ta' estratt tal-kampjun, ma għandux ikun oġġla minn 15 %.
- Ir-riżultati mhux ikkoreġuti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQs (bjank u livell ta' interess) għandhom jintużaw għall-evalwazzjoni tar-rendiment tal-metodu bijoanalitiku tul perjodu ta' żmien kostanti.
- It-tabelli tal-kontroll tal-kwalità (QC) għal proċeduri in bjank, u kull tip ta' kampjun ta' referenza għandhom jiġu rreġistrati u ċċekkjati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa konformi mar-reqwiziti, b'mod partikolari għall-bjanki tal-proċedura fir-rigward tad-differenza minima mitluba għal-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproducibilità fil-laboratorju. Il-bjanki tal-proċedura għandhom jiġu kkontrollati sew biex meta jitnaqqsu jiġu evitati riżultati ta' konformità falza.
- Ir-riżultati mill-analiżi GC/HRMS tal-kampjuni ssuspettati u minn 2 sa 10 % tal-kampjuni negattivi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matrici) għandhom jingabru u jintużaw biex jiġi evalwat ir-rendiment tal-metodu ta' skringing u r-relazzjoni bejn il-BEQ u t-TEQ. Din il-bażi ta' dejta tista' tintuża għall-evalwazzjoni mill-ġdid tal-valuri ta' limitu applikabbli għall-kampjuni ta' rutina għall-matrici jiet invalidi.
- Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' partecipazzjoni fir-ringtests. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fir-ringtests, li jkopru sa medda ta' konċentrazzjoni ta' eż.  $2 \times ML$ , 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 ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrappreżentaw diversi sorsi.
- Matul incidenti ta' kontaminazzjoni, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, filwaqt li jirriflettu l-matrici u l-profil ta' kongeneri ta' dan l-incident uniku.

#### 9. RAPPORTAR TAR-RIŻULTAT

##### Metodi konfermatorji

- Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossini u jiġu rrapportati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluz il-massimu tal-informazzjoni fir-rapportar tar-riżultati u tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont reqwiziti speċifiċi.
- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/F, tal-PCB simili għad-diossini u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-kampjuni tal-ikel b'livelli massimi jew ta' azzjoni espressi abbażi ta' xaham u konċentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0–2 % (skont il-legiżlazzjoni eżistenti), filwaqt li għal kampjuni ohra d-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 7.2, f'każ li l-livell massimu jinqabeż u f'każijiet ohra fuq talba.
- Billi għandha titqies l-inċertezza tal-kejl meta tittiehed deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun, dan il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għaldaqstant, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrapportati bħala  $x \pm U$  fejn  $x$  hija 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 ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossini, is-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini għandha tintuża għas-somma tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossini.
- Jekk titqies l-inċertezza tal-kejl billi jiġi applikat CC<sub>α</sub> (kif deskritt fl-Anness II, il-punt IV. 2), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat.
- Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u (għall-inqas) bl-istess għadd ta' ċifri sinifikanti bhalma huma l-livelli massimi stabbiliti fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.

#### Metodi ta' skrinjng bjoanalitiċi

- Ir-riżultat tal-iskrinjng għandu jiġi espress bħala konformi jew suspettat li ma jikkonformax ("suspettat").
- Barra minn hekk, jista' jingħata riżultat għal PCDD/F u/jew PCB simili għad-diossini f'Ekwivalenti Bjoanalitiċi (BEQ) (mlux TEQ) (ara l-Anness III, il-punt 2).
- Jekk tingħata l-inċertezza tal-kejl fuq il-livell BEQ ikkalkolat, eż. bħal devjazzjoni standard, din għandha tkun imsejsa fuq mill-inqas analiżi tripla (inklużi l-estrazzjoni, it-tindif u d-determinazzjoni tar-rispons tat-test) tal-kampjun.
- Il-kampjuni b'rispons taht il-limitu ta' rappurtar għandhom jiġu indikati bħala taht il-limitu ta' rappurtar.
- Għal kull tip ta' matrici tal-kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell ta' interess (il-livell massimu, il-livell ta' azzjoni) li fuqu hija msejsa l-evalwazzjoni.
- Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' test applikat, il-prinċipju tat-test bażiku u t-tip ta' kalibrizzjoni.
- Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/F, tal-PCB simili għad-diossini u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-kampjuni tal-ikel b'livelli massimi jew ta' azzjoni espressi abbażi ta' xaham u koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0–2 % (skont il-leġiżlazzjoni eżistenti), filwaqt li għal kampjuni ohra d-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva.

## Appendiċi għall-ANNESS III

It-TEFs tad-WHO għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bnedmin imsejsa fuq il-konklużjonijiet tal-laqgħa ta' esperti tal-Programm Internazzjonali dwar is-Sigurtà tas-Sustanzi Kimiċi (IPCS) tal-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa (WHO), li saret f'Ġinevra f'Ġunju 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))

Kongeneru	Valur TEF	Kongeneru	Valur TEF
<b>Dibenzo-p-diossini ("PCDD")</b>		<b>PCB "simili għad-diossini", PCB Mhux orto u PCB Mono orto</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB Mhux 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		
<b>Dibenzofurani ("PCDFs")</b>		PCB 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" = eża; "Hp" = etta; "O" = otta; "CDD" = klorodibenzodiossina; "CDF" = klorodibenzofuran; "CB" = klorobifenil.

## ANNEX IV

**Preparazzjoni tal-kampjun u rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCB mhux simili għad-diossini (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180) f'ċerti oġġetti tal-ikel****1. Metodi ta' detezzjoni applikabbli**

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-analiżi ta' interess**

— Hin ta' żamma relattiv b'rabta mal-istandards interni jew standards ta' referenza (devjazzjoni aċċettabbli ta' +/- 0,25 %).

— Għandha tkun ikkonfermata s-separazzjoni permezz ta' kromatografija b'fażi gassuża tas-sitt PCB indikaturi kollha (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180) minn sustanzi li jinterferixxu, speċjalment PCB ta' koeluzjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda tal-limiti legali u n-nonkonformità trid tiġi kkonfermata.

[Il-konġeneri li hafna drabi jkunu f'koeluzjoni 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' konġeneri aktar klorinati.]

— Għal tekniki GC/MS

— Monitoraġġ ta' mill-inqas:

— żewġ joni speċifiċi għall-HRMS,

— żewġ joni speċifiċi ta' m/z > 200 jew tliet joni speċifiċi ta' m/z > 100 għal-LRMS,

— prekursor wiehed u żewġ joni tal-prodotti għall-MS-MS.

— Il-massimu tat-tolleranzi permessi għall-proporzjonijiet ta' abbondanza għall-mases tal-frammenti magħżula:

Id-devjazzjoni relattiva tal-proporzjon ta' abbondanza tal-frammenti ta' massa magħżula minn abbondanza teoretika jew standard ta' kalibrizzjoni għall-jonu fil-mira (il-jonu mmonitorjat l-aktar abbondanti) tal-jonu jew joni kwalifikaturi:

Intensità relattiva tal-jonu jew joni kwalifikaturi meta mqabbla mal-jonu fil-mira	GC-EI-MS (devjazzjoni relattiva)	GC-CI-MS, GC-MS <sup>n</sup> (devjazzjoni relattiva)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % sa 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % sa 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(\*) Numru suffiċjenti ta' frammenti ta' massa b'intensità relattiva > 10 % disponibbli, u għalhekk mhuwiex rakkomandat l-użu ta' jonu jew joni kwalifikaturi b'intensità relattiva ta' inqas minn 19 % meta mqabbla mal-jonu fil-mira.

— Għal GC/ECD:

Konferma tar-riżultati li jaqsbu t-tolleranza b'żewġ kolonni GC b'fażijiet stazzjonarji ta' polarità differenti.

**3. Dimostrazzjoni tar-rendiment tal-metodu**

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

**4. Limitu ta' kwantifikazzjoni**

Il-valuri in bjank ma għandhomx ikunu oġhla minn 30 % tal-livell ta' kontaminazzjoni li jikkorrispondu għal-livell massimu <sup>(1)</sup>.

**5. Kontroll tal-kwalità**

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

(1) Hu rakkomandat ferm li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tal-livell in bjank tar-reagent għal-livell ta' kontaminant f'kampjun. Hija r-responsabbiltà tal-laboratorju li jikkontrolla l-varjazzjoni tal-livelli in bjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli in bjank jitnaqqsu.

## 6. Kontroll tal-irkupri

- L-użu ta' standards interni xierqa bi proprjetajiet fizikokimiċi 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-reqwiżiti għall-metodi bl-użu tal-kongeneri tas-sitt PCB indikaturi kollha ttikkettati b'isotopu:
  - Il-korrezzjoni tar-riżultati għall-irkupri tal-istandards interni,
  - L-irkupri ġeneralment aċċettabbli tal-istandards interni ttikkettati b'isotopu huma bejn 50 u 120 %;
  - Irkupri aktar baxxi jew oghla għal kongeneri individwali b'kontribuzzjoni għas-somma tas-sitt PCB indikaturi taht 1-10 % huma aċċettabbli.
- Ir-reqwiżiti għall-metodi fejn ma jintużawx 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 ċċekkjati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'koncentrazzjonijiet fil-medda tal-livell ta' interess. L-irkupri aċċettabbli għal dawn il-kongeneri huma bejn 70 u 120 %.

## 7. Rekwiżiti għal-laboratorji

B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera 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.

## 8. Karatteristiċi tar-rendiment: Kriterji għas-somma tas-sitt PCB indikaturi fil-livell ta' interess

Eżattezza	- 30 sa + 30 %
Preciżjoni intermedja (RSD %)	≤ 20 %
Differenza bejn il-kalkolu tal-livell superjuri u dak tal-livell inferjuri	≤ 20 %

## 9. Rapportar tar-riżultati

- Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCB u jiġu rrapportati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż 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 użat għall-estraxxjoni tal-PCB u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-kampjuni tal-ikel b'livelli massimi espressi abbażi ta' xaham u koncentrazzjoni ta' xaham mistennija fil-medda ta' 0–2 % (skont il-legiżlazzjoni eżistenti), filwaqt li għal kampjuni ohra d-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, f'każ li l-livell massimu jinqabeż u f'każijiet ohra fuq talba.
- Billi għandha titqies l-inċertezza tal-kejl meta tittiehed deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun, dan il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għaldaqstant, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrapportati bhala  $x \pm U$  fejn  $x$  hija r-riżultat analitiku u  $U$  hija l-inċertezza tal-kejl estiza bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
- Jekk titqies l-inċertezza tal-kejl billi jiġi applikat CCa (kif deskritt fl-Anness II, il-punt IV.1), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat.
- Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u (għall-inqas) bl-istess għadd ta' cifri sinifikanti bhalma huma l-livelli massimi stabbiliti fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.