

## REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) Nru 589/2014

tat-2 ta' Ġunju 2014

**li jistabbilixxi metodi ta' tehid ta' kampjuni u analizi għall-kontroll tal-livelli ta' diossini, PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel, u li jhassar ir-Regolament (KE) Nru 252/2012**

(Test b'rilevanza għaż-ŻEE)

IL-KUMMISSJONI EWROPEA

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

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

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 1881/2006 <sup>(2)</sup>, jistipula l-livelli massimi għall-PCBs li mhumiex simili għad-diossini, għad-diossini u l-furani u għat-total tad-diossini, il-furani u l-PCBs simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel.
- (2) Ir-Rakkomandazzjoni tal-Kummissjoni 2013/711/UE <sup>(3)</sup> tistabbilixxi l-livelli ta' azzjoni biex thegġeg approach proattiv biex titnaqqas il-preżenza ta' dibenzo-para-diossini poliklorinati u dibenzofurani poliklorinati (PCDD/Fs) u PCBs simili għad-diossini fl-ikel. Dawn il-livelli ta' azzjoni huma għodda għall-awtoritajiet kompetenti u l-operaturi biex jenfasizzaw dawk il-kazijiet fejn jixraq li jidentifikaw is-sors ta' kontaminazzjoni u jiehdu miżuri biex inaqsuh jew jeliminawh.
- (3) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (UE) Nru 252/2012 tal-21 ta' Marzu 2012 <sup>(4)</sup> jistabbilixxi d-dispożizzjonijiet speċifiċi rigward il-proċedura tat-tehid tal-kampjuni u l-metodi ta' analizi li għandhom jintużaw għall-kontroll uffiċjali.
- (4) Id-dispożizzjonijiet stabbiliti f'dan ir-Regolament jikkoncernaw biss it-tehid ta' kampjuni u l-analizi ta' diossini, ta' PCBs simili għad-diossini u ta' PCBs mhux simili għad-diossini għall-implimentazzjoni tar-Regolament (KE) 1881/2006 u r-Rakkomandazzjoni 2013/711/UE. Huma ma jaffettwawx il-metodu, il-livelli u l-frekwenza tat-tehid ta' kampjuni speċifikati fl-Annessi III u IV tad-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE <sup>(5)</sup>. Ma jaffettwawx il-kriterji tal-mira għall-kampjuni stabbiliti fid-Deciżjoni tal-Kummissjoni 98/179/KE <sup>(6)</sup>.
- (5) 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/Fs u PCBs 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/Fs u PCBs simili għad-diossini f'dawn il-kampjuni jehtieg li jkun determinati b'metodu konfermatorju ta' analizi. 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 tkun inqas minn 5 %, kif ukoll rekwiżiti stretti għall-metodi ta' analizi 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.
- (6) Għat-tehid ta' kampjuni ta' hut kbir hafna, jehtieg li t-tehid ta' kampjuni jkun speċifikat sabiex ikun assigurat approach armonizzat fl-Unjoni kollha.

<sup>(1)</sup> ĠU L 165, 30.4.2004, p. 1.

<sup>(2)</sup> Ir-Regolament (KE) Nru 1881/2006 tal-Kummissjoni tad-19 ta' Diċembru 2006 li jiffissa l-livelli massimi ta' ċerti kontaminanti fl-oġġetti tal-ikel (ĠU L 364, 20.12.2006, p. 5).

<sup>(3)</sup> Rakkomandazzjoni tal-Kummissjoni 2013/711 tat-3 ta' Diċembru 2013 dwar it-tnaqqis tal-preżenza ta' diossini, furani u PCBs fl-ġhalf u fl-ikel (ĠU L 323, 4.12.2013, p. 37).

<sup>(4)</sup> Ir-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, PCBs simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini f'ċerti oġġetti tal-ikel u li jhassar ir-Regolament (KE) Nru 1883/2006 (ĠU L 84, 23.3.2012, p. 1).

<sup>(5)</sup> Id-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE tad-29 ta' April 1996 dwar miżuri għall-monitoraġġ ta' ċerti sustanzi u residwi tagħhom f'annimali hajjin u prodotti tal-annimali u li thassar id-Direttivi 85/358/KEE u 86/469/KEE u d-Deciżjonijiet 89/187/KEE u 91/664/KEE (ĠU L 125, 23.5.1996, p. 10).

<sup>(6)</sup> Id-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 (ĠU L 65, 5.3.1998, p. 31).

- (7) Fil-hut tal-istess speċi li joriġina mill-istess regjun, il-livell tad-diossini, tal-PCBs simili għad-diossini u tal-PCBs mhux simili għad-diossini, jista' jkun differenti skont id-daqs u/jew l-età tal-huta. Barra minn hekk, il-livell tad-diossini, tal-PCBs simili għad-diossini u tal-PCBs 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.
- (8) Hu importanti li r-riżultati analitiċi jkunu rrapportati u interpretati b'mod uniformi sabiex ikun assigurat approċċ ta' infurzar armonizzat fl-Unjoni kollha.
- (9) Apparti l-kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni għolja (GC-HRMS), il-progress u l-iżviluppi tekniċi wrew li anki l-kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa tandem (GC-MS/MS) jistgħu jintużaw bħala metodu ta' konferma biex tiġi kkontrollata l-konformità mal-livell massimu (LM). Għaldaqstant r-Regolament (UE) Nru 252.2012 għandu jiġi sostitwit minn Regolament ġdid li jistipula l-użu tal-kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa tandem (GC-MS/MS) bħala metodu ta' konferma adegwat għall-kontroll tal-konformità mal-livell massimu.
- (10) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament jikkonformaw mal-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Katina Alimentari u s-Saħħa tal-Annimali,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

#### *Artikolu 1*

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

#### *Artikolu 2*

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

#### *Artikolu 3*

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

#### *Artikolu 4*

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

#### *Artikolu 5*

Ir-Regolament (UE) Nru 252/2012 huwa b'dan imhassar.

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

#### *Artikolu 6*

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

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

Magħmul fi Brussell, it-2 ta' Ġunju 2014.

*Għall-Kummissjoni*

*Il-President*

José Manuel BARROSO

## ANNEX I

## DEFINIZZJONIJIET U ABBREVIJAZZJONIJIET

## I. DEFINIZZJONIJIET

Għall-finijiet ta' dan ir-Regolament, għandhom japplikaw id-definizzjonijiet stabbiliti fl-Anness I tad-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE<sup>(1)</sup>.

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

- 1.1. "Livell ta' azzjoni" tfisser il-livell ta' sustanza partikolari, kif stabbilit fl-Anness tar-Rakkomandazzjoni 2013/711/UE, li jwassal għal investigazzjonijiet biex jiġi identifikat is-sors ta' dik is-sustanza f'każijiet fejn jiġu individwati livelli miżjuda tas-sustanza.
- 1.2. "Metodi ta' skrining" tfisser metodi użati għall-għażla ta' dawk il-kampjuni bil-livelli ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossina li jaqbzu l-livelli massimi, jew il-livelli ta' azzjoni. Dawn għandhom jippermettu volum kbir ta' kampjuni kosteffikaċi, u b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet ġodda ta' espożizzjoni għolja mill-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. Il-metodi ta' skrining għandhom ikunu bbażati fuq metodi bijoanalitiċi jew metodi GC-MS. Ir-riżultati minn kampjuni li jaqbzu l-valur ta' limitu sabiex tkun i-verifikata l-konformità mal-livell massimu għandhom ikunu vverifikati permezz ta' analiżi mill-ġdid mill-kampjun oriġinali permezz ta' metodu konfermatorju.
- 1.3. "Metodi konfermatorji" tfisser metodi li jipprovdu informazzjoni shiha jew kumplimentarja li tippermetti l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina mingħajr zball fil-livell massimu jew f'każ ta' hteġa fil-livell ta' azzjoni. Dawn il-metodi jużaw kromatografija tal-gass ta' risoluzzjoni għolja/spettrometrija ta' massa ta' risoluzzjoni għolja (GC-HRMS) jew kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa b'risoluzzjoni għolja jew kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa tandem (GC-MS/MS).
- 1.4. "Metodi bijoanalitiċi" 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 Bijoanalitiċi (BEQ) biex jiġi kkonfermat il-fatt li mhux il-komposti kollha preżenti festratt tal-kampjun li jipproduċu reazzjoni fit-test, jistgħu jissodisfaw ir-rispons kollu tal-prinċipju TEQ.
- 1.5. "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-metodu konfermatorju. 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 jzidu jew inaqqsu r-rispons (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 huwa kkalkolat minn kampjuni ta' referenza xierqa bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.
- 1.6. "Metodi semikwantitattivi" tfisser il-metodi li jagħtu indikazzjoni approssimattiva tal-konċentrazzjoni tal-analit putattiv, filwaqt li r-riżultat numeriku ma jissodisfaw ir-rekwiżiti tal-metodi kwantitattivi.
- 1.7. "Limitu ta' kwantifikazzjoni speċifiku aċċettat ta' kongeneru individwali f'kampjun" ifisser l-inqas kontenut tal-analit fl-estratt ta' kampjun li jista' jtejjel b'ċertezza statistika raġonevoli u jissodisfa l-kriterji ta' identifikazzjoni kif deskritti fi standards rikonoxxuti internazzjonalment, bħal pereżempju, l-istandard EN 16215:2012 (L-għalf tal-annimali — Id-determinazzjoni ta' diossina u PCB simili għad-diossina b'GC/HRMS u ta' PCB indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodu EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

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

- (a) il-konċentrazzjoni ta' analit fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi rispons strumentali f'żewġ joni differenti li jridu jiġu mmonitorjati bi proporzjon S/H (sinjal/hoss) ta' 3:1 għas-sinjal inqas intensiv ta' dejta mhux ipproċessata; jew, jekk għal raġunijiet tekniċi l-kalkolu tas-sinjal/hoss ma jipprovdux riżultati affidabbli,
- (b) L-inqas punt ta' konċentrazzjoni fuq kurva ta' kalibrizzjoni li jagħti devjazzjoni aċċettabbli ( $\leq 30\%$ ) u konsistenti (imkejja mill-inqas fil-bidu u fl-aħhar ta' sensiela analitika ta' kampjuni) mill-fattur medju ta' rispons relativ ikkalkolat għall-punti kollha fuq il-kurva ta' kalibrizzjoni f'kull sensiela ta' kampjuni<sup>(3)</sup>.

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

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

<sup>(3)</sup> L-LOQ (limitu ta' kwantifikazzjoni) huwa kkalkolat mill-inqas punt ta' konċentrazzjoni waqt li jiġi kkunsidrat l-irkupru ta' standards interni u t-tehid ta' kampjuni.

- 1.8. "Livell superjuri" tfisser il-kuncett li jehtieg l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.9. "Livell inferjuri" tfisser il-kuncett li jehtieg l-użu ta' żero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.10. "Livell medju" tfisser il-kuncett li jehtieg l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni abbażi tal-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- 1.11. "Lott" tfisser kwantità identifikabbli ta' ikel ikkunsinnat f'darba u ddeterminat mill-uffiċjal li għandu karatteristiċi komuni, bħall-orijini, 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 bhala lott iżda għandha tiġi applikata proċedura speċifika ta' tehid ta' kampjuni.
- 1.12. "Sublott" tfisser parti ddenominata ta' lott kbir sabiex jiġi applikat il-metodu ta' tehid ta' kampjuni fuq dik il-parti ddenominata. Kull sublott għandu jkun separat fizikament u identifikabbli.
- 1.13. "Kampjun inkrementali" tfisser kwantità ta' materjal mehuda minn post wiehed fil-lott jew fis-sublott.
- 1.14. "Kampjun aggregat" tfisser it-total shiħ tal-kampjuni inkrementali kollha mehuda mil-lott jew mis-sublott.
- 1.15. "Kampjun tal-laboratorju": parti/kwantità repreżentattiva tal-kampjun aggregat intiża għal-laboratorju.

## II. ABBREVJAZZJONIJIET UŻATI

BEQ	Ekwivalenti Bjoanalitiċi
GC	Kromatografija b' fażi gassuża
HRMS	Spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni għolja
LRMS	Spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni baxxa
MS/MS	Spettrometrija ta' massa tandem
PCB	Poliklorobifenil
PCDD	Poliklorodibenzo-p-diossina
PCDF	Poliklorodibenżofuran
QC	Kontroll tal-kwalità
REP	Potenza relattiva
TEF	Fatturi ta' Ekwivalenza Tossika
TEQ	Ekwivalenti ta' Tossicità
TCDD	Tetraklorodibenżodiossina
U	Incertezza tal-kejl estiża

## ANNEX II

**METODI TA' TEHID TAL-KAMPJUNI GHALL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TA' DIOSSINI (PCDD/PCDF), PCB SIMILI GHAD-DIOSSINA U PCB MHUX SIMILI GHAD-DIOSSINA F'ĊERTI OĠĠETTI TAL-IKEL**

## I. KAMP TA' APPLIKAZZJONI

Il-kampjuni maħsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF), PCB simili għad-diossina u PCB mhux simili għad-diossina, minn issa 'l quddiem imsejha diossini u PCB, f'oġġetti tal-ikel għandhom jittiehdu skont il-metodi deskritti f'dan l-Anness. Il-kampjuni aggregati miksuba b'dan il-mod għandhom jitqiesu bhala rappreżentattivi tal-lottijiet jew sublottijiet li jittiehdu minnhom. 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. Persunal**

It-tehid ta' kampjuni għandu jsir minn persuna awtorizzata kif innominata mill-Istat Membru.

**2. Materjal li minnu għandu jittiehed kampjun**

Kull lott jew sublott, li għandu jiġi eżaminat, għandu jittiehed kampjun b'mod separat.

**3. Prekawzjonijiet li jridu jittiehdu**

Matul il-proċess tat-tehid tal-kampjuni u tat-thejjija tal-kampjuni, għandhom jittiehdu 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**

Sa fejn ikun possibbli għandhom jittiehdu kampjuni inkrementali minn postijiet differenti mqasma mal-lott jew mas-sublott kollu. Kull devjazzjoni minn din il-proċedura għandha tiġi rreġistrata fir-reġistru previst skont il-punt II.8 ta' dan l-Anness.

**5. Thejjija 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 jittiehed kampjun minn pakkett wiehed biss jew meta l-prodott ikollu valur kummerċjali għoli hafna.

**6. Kampjuni replikati**

Il-kampjuni replikati għal raġunijiet ta' infurzar, difiża u referenza, għandhom jittiehdu 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 jippermetti li ssir mill-inqas analiżi doppja.

**7. Imballaġġ u trażmissjoni tal-kampjuni**

Kull kampjun għandu jitqiegħed f'kontenitur nadif u inert li joffri protezzjoni xierqa mill-kontaminazzjoni, mit-telf ta' analiti minhabba l-assorbiment mill-hitan interni tal-kontenitur u kontra l-hsara li tista' tirriżulta waqt it-trasport. Għandhom jittiehdu l-prekawzjonijiet kollha meħtieġa biex ikun evitat kwalunkwe tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjun, li jista' jsehh waqt il-garr jew il-hzin.

**8. Siġillar u tikkettar tal-kampjuni**

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

Għandu jinżamm rekord ta' kull darba li jittiehed kampjun, sabiex kull lott ikun jista' jiġi identifikat minghajr ambigwità u għandhom jingħataw id-data u l-post fejn ittiehdu l-kampjuni flimkien ma' kull tagħrif addizzjonali li jista' jkun ta' għajjnuna għall-analista.

## III. PJAN TAT-TEHID TA' KAMPJUNI

Il-metodu applikat ta' tehid ta' kampjuni għandu jiżgura li l-kampjun aggregat ikun rappreżentattiv għal-lott jew is-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 fizikament. Għal prodotti nnegozjati f'kunsinni bl-ingrossa kbar (eż. żjut veġetali), għandha tapplika t-Tabella 1. Għal 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' jaqbez 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
$\geq 1\ 500$	500 tunnellata
$> 300$ u $< 1\ 500$	3 sublottijiet
$\geq 50$ u $\leq 300$	100 tunnellata
$< 50$	—

Tabella 2

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

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

## 2. Għadd 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).

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

Fil-każ ta' prodotti likwidi bl-ingrossa, il-lott jew is-sublott għandu jithallat sew sakemm huwa possibbli u sakemm ma tiġix affettwata l-kwalità tal-prodott, permezz ta' mezzi manwali jew mekkaniċi immedjatament qabel it-tehid tal-kampjun. F'dan il-każ, wiehed jassumi li t-tqassim tal-kontaminanti flott 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 97/747/KE li tiffissa l-livelli u l-frekwenzi tat-tehid tal-kampjuni provduti fid-Direttiva 96/23/KE sabiex jiġu monitorjati ċerti sustanzi u l-fdalijiet tagħhom f'ċerti prodotti mill-annimali, 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
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 jiffurma l-kampjun aggregat, huwa mogħti fit-Tabella 4.

Tabella 4

**Numru ta' pakketti jew unitajiet (kampjuni inkrementali) li għandu jittiehed biex jiffirma 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
1 sa 25	mhux inqas minn pakkett wiehed għal kull unità
26 sa 100	madwar 5 %, mill-inqas żewġ pakketti jew unitajiet
100 tunnellata	madwar 5 %, massimu ta' 10 pakketti jew unitajiet

**3. Dispożizzjonijiet speċifiċi għat-tehid ta' kampjuni tal-lottijiet li fihom hut shih 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 huwa definit 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 lott li minnu għandu jittiehed il-kampjun ikun magħmul minn hut żgħir (hut individwali li jiżen < madwar 1 kg), il-huta shiha tittiehed bhala kampjun inkrementali biex jiġi fformat il-kampjun aggregat. F'każ li l-kampjun aggregat li jirriżulta jkun jiżen aktar minn 3 kg, il-kampjuni inkrementali jistgħu jikkonsistu mill-parti tan-nofs, u kull waħda tiżen mill-inqas 100 gramma, tal-hut li jiffirma 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-fetħa tal-garġi u l-anus,

- F'każ li l-lott li għandu jittiehed minnu l-kampjun ikollu fih hut ikbar (hut individwali li jiżen aktar 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-sinla saż-żaqq fil-parti tan-nofs tal-huta.

Għal hut kbir hafna (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 inkella tista' tittiehed parti uguali tal-laħam tal-muskoli li tinsab qrib il-parti tad-denb u tal-laħam tal-muskoli qrib il-parti tar-ras ta' huta waħda 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 shih 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 għal-lott. Għal każijiet bħal dawn hi pprovduta gwida speċifika fil-“Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight”<sup>(1)</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.

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

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

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

##### 1. Fir-rigward ta' PCB mhux simili għad-diossina

Il-lott jiġi aċċettat jekk ir-riżultat analitiku ma jaqbiżx il-livell massimu ta' PCB mhux simili għad-diossina 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-riżultat analitiku tal-livell superjuri kkonfermat minn analiżi doppja (\*), ikun jaqbeż mingħajr ebda dubju l-livell massimu, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl. Biex tkun ivverifikata l-konformità, tintuża l-medja taż-żewġ determinazzjonijiet, u dan filwaqt li jingħata kas tal-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 %. Lott jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjet nieqes U jkun oġhla 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 (il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I ta' dik id-Deciżjoni — il-każ tas-sustanzi b'livell permess stabbilit). Lott jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjet ikun ugwali għal CC<sub>α</sub> jew oġhla.

Ir-regoli msemija hawn fuq għandhom japplikaw għar-riżultat 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-diossina

Il-lott hu aċċettat, jekk ir-riżultat 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-diossina 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-diossina 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 massimi rispettivi stabbiliti għall-PCDD/F jew għas-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina.

Il-lott jitqies mhux konformi mal-livell massimu kif stabbilit fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006, jekk ir-riżultat analitiku tal-livell superjuri miksub permezz ta' metodu konfermatorju u kkonfermat b'analizi doppja (\*\*), ikun jaqbeż mingħajr ebda dubju l-livell massimu, filwaqt li titqies l-inċertezza tal-kejl. Biex tkun ivverifikata l-konformità tintuża l-medja taż-żewġ determinazzjonijiet, u dan filwaqt li jingħata kas tal-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 %. Lott jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjet nieqes U jkun oġhla mil-livell permess stabbilit. Fil-każ ta' determinazzjoni separata ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossina, is-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina għandha tintuża għall-istima tal-inċertezza estiża għas-somma tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina,
- 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 imkejjet ikun ugwali għal CC<sub>α</sub> jew oġhla.

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

(\*) L-analiżi doppja tkun neċessarja jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni permezz ta' metodi konfermatorji bl-użu ta' standard intern tikkettat<sup>13</sup>C għall-analiżi rilevanti ma jkunx konformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja sabiex tiġi eskluża l-possibilità tal-kontroezami intern jew biex jiġi evitat li l-kampjuni jithawdu bi żball. 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 jkunu konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell misjub ikun ferm oġhla mil-livell massimu.

(\*\*) L-ispjegazzjoni u r-rekwiziti rigward l-analiżi doppja huma identiċi għall-kontroll tal-livelli ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota (\*)



## 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' skrinjng għandhom jistabbilixxu valuri ta' limitu xierqa għall-għażla ta' dawn il-kampjuni. F'każ li jkunu meħtieġa sforzi konsiderevoli biex jiġi identifikat is-sors u biex titnaqqas jew titneħħa l-kontaminazzjoni, ikun xieraq li l-eċċess tal-livell ta' azzjoni jiġi kkonfermat b'analisi doppja bl-użu ta' metodu konfermatorju u billi titqies l-inċertezza tal-kejl (\*\*).

---

## ANNEX III

**THEJJJA TAL-KAMPJUNI U REKWIZITI 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-rekwiziti stabbiliti f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-oġġetti tal-ikel jiġu analizzati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' poliklorodibenzo-p-diossini (PCDD) u poliklorodibenzofurani (PCDF) sostitwiti fil-pożizzjoni 2,3,7,8 u ta' poliklorobifenili simili għad-diossina (PCB simili għad-diossina) u għal finijiet regolatorji oħra

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

**(a) Metodi ta' skринing**

L-għan tal-metodi ta' skринing huwa l-għażla ta' dawk il-kampjuni bil-livelli ta' PCDD/F u ta' PCB simili għad-diossina li jaqzbu l-livelli massimi, jew il-livelli ta' azzjoni. Il-metodi ta' skринing għandhom jippermettu volum kbir ta' kampjuni kosteffikaċi, u b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet ġodda ta' espożizzjoni għolja tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. L-applikazzjoni tagħhom għandha timmira li tevita riżultati ta' konformità falza. Huma jstgħu jinkludu metodi bijoanalitiċi u metodi GC/MS.

Il-metodi ta' skринing iqabblu r-riżultat analitiku ma' valur massimu, billi jipprovdut deċiżjoni ta' iva/le fuq il-possibbiltà ta' eċċess tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni. Il-konċentrazzjoni ta' PCDD/F u s-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina f'kampjuni li huma ssuspettati li ma jikkonformawx mal-livell massimu għandha tiġi ddeterminata/ikkonfermata b'metodu konfermatorju.

Barra minn hekk, il-metodi ta' skринing jstgħu jagħtu indikazzjoni tal-livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCB simili għad-diossina preżenti fil-kampjun. F'każ li jiġu applikati metodi ta' skринing bijoanalitiċi, ir-riżultat huwa espress bħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ), filwaqt li jekk jiġu applikati metodi GC-MS fiżiko-kimiċi dan jiġi espress bħala Ekwivalenti ta' Tossicità (TEQ). Ir-riżultati tal-metodi ta' skринing indikati b'numri huma adattati biex tintwera l-konformità jew is-suspett ta' nuqqas ta' konformità jew l-eċċess tal-livelli ta' azzjoni u jagħtu indikazzjoni tal-firxa ta' livelli f'każ ta' segwitu permezz ta' metodi konfermatorji. Dawn mhumiex adattati għal finijiet bhall-evalwazzjoni tal-livelli ta' sfond, l-istima tat-teħid, is-segwitu tat-tendenzi tal-hin fil-livelli jew l-evalwazzjoni mill-ġdid tal-livelli ta' azzjoni jew tal-livelli massimi.

**(b) Metodi konfermatorji**

Il-metodi konfermatorji jippermettu l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni mingħajr żball ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossini preżenti f'kampjun u jipprovdut l-informazzjoni kollha fuq bażi kongenera. Għaldaqstant, dawn il-metodi jippermettu l-kontroll tal-livelli massimi u ta' azzjoni, inkluża l-konferma tar-riżultati miksuba permezz ta' metodi ta' skринing. Barra minn hekk, ir-riżultati jstgħu jintużaw għal għanijiet oħrajn bħad-determinazzjoni ta' livelli ta' sfond baxxi fil-monitoraġġ tal-ikel, is-segwitu tax-xejriet matul iż-żminijiet, l-istima tal-espożizzjoni tal-popolazzjoni u biex tinholoq bażi ta' dejta għar-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u ta' azzjoni. Dawn huma importanti wkoll biex jiġu stabbiliti profili ta' kongeneri sabiex jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni potenzjali. Metodi bħal dawn jużaw GC-HRMS. Jstgħu jintużaw ukoll GC-MS/MS għall-konferma tal-konformità jew tan-nuqqas ta' konformità mal-livell massimu.

**2. SFOND**

Sabiex jiġu kkalkolati l-konċentrazzjonijiet tal-Ekwivalenti ta' Tossicità (TEQ), il-konċentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu multiplikati mal-Fattur ta' Ekwivalenza Tossika (TEF) rispettiv tagħhom, kif ġie stabbilit mill-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa u elenkati fl-Appendiċi ma' dan l-Anness, u mbagħad jingħaddu biex jinkiseb it-total ta' konċentrazzjoni tal-komposti simili għad-diossini espressi bħala TEQs.

Il-metodi konfermatorji u ta' skринing jstgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerta matriċi jekk il-metodi jkunet sensitivi biżżejjed li jindividwaw il-livelli b'mod affidabbli fil-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.

**3. REKWIZITI TA' GARANZIJA TAL-KWALITÀ**

— Għandhom jittiehdu miżuri sabiex tkun evitata l-kontaminazzjoni kroċjata f'kull stadju tal-proċedura tat-teħid ta' kampjuni u tal-analiżi,

— Il-kampjuni għandhom jinħażnu u jinġarru f'kontenituri tal-ħġieġ, aluminju, polipropilen jew polietilen adattati għall-ħżin mingħajr ma jaffettwaw il-livelli ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina fil-kampjuni. It-traċċi ta' trab tal-karti għandhom jitnehhew mill-kontenitur tal-kampjuni,

- Il-ħażna u l-garr tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li tinzamm l-integrità tal-kampjun tal-oġġett tal-ikel,
- Sa fejn huwa rilevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun mithun fin u mħallat sew bl-użu ta' proċess li ntwerwa li jikseb omoġenizzazzjoni kompluta (eż. mithun biżżejjed li jgħaddi minn 60 għarbiel ta' 1 mm); il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel it-tin jekk il-kontenut ta' umdu jkun għoli wisq,
- Il-kontroll tar-reagenti, tal-oġġetti tal-ħġieġ u tat-tagħmir għall-influenza possibbli tar-riżultati msejsa fuq TEQ jew BEQ, huwa ta' importanza ġenerali,
- Għandha ssir analiżi in bjank billi ssir il-proċedura analitika shiha filwaqt li jithalla barra l-kampjun biss,
- Għall-metodi bjoanalitiċi, huwa ferm importanti li l-oġġetti tal-ħġieġ u s-solventi kollha użati fl-analiżi jiġu ttestjati biex ikunu hielsa minn komposti li jinterferixxu mad-detezzjoni tal-komposti fil-mira fil-medda ta' hidma. L-oġġetti tal-ħġieġ għandhom jtlahalhu bis-solventi jew/u jissahhnu ftemperaturi adattati sabiex jitnehew it-traċċi ta' PCDD/F, il-komposti simili għad-diossina u l-komposti li jinterferixxu mis-superfiċje tagħhom,
- Il-kwantità tal-kampjun użata għall-estrazzjoni għandha tkun biżżejjed biex tissodisfa r-rekwiżiti fir-rigward tal-medda ta' hidma baxxa biżżejjed inklużi l-konċentrazzjonijiet tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni,
- Il-proċeduri speċifiċi ta' preparazzjoni tal-kampjun użati għall-prodotti inkwistjoni għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati fuq livell internazzjonali,
- Fil-każ tal-hut, il-ġilda għandha titneħħa billi l-livell massimu japplika għal-laħam tal-muskoli mingħajr ġilda. Madankollu, jinhtieg li l-fdalijiet kollha tal-laħam tal-muskoli u tat-tessut tax-xaham li jinsabu fuq il-parti ta' ġewwa tal-ġilda jitnehew bil-galbu u kompletament mill-ġilda u jiżdiedu mal-kampjun li jrid jiġi analizzat.

#### 4. REKWIŻITI GĦAL-LABORATORJI

- F'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill (<sup>1</sup>), il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida tal-ISO 58 biex jiżgura li dawn qegħdin japplikaw garanzija ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati billi jiġi segwit l-istandard EN ISO/IEC 17025,
- Il-proficjenza tal-laboratorju għandha tiġi ppruvata permezz tal-partecipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina fil-matrici tal-ikel u l-medda ta' konċentrazzjoni rilevanti,
- Il-laboratorji li japplikaw il-metodi ta' skringing 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-riżultat analitiku tal-kampjuni suspettati.

#### 5. REKWIŻITI BAŻIĊI LI GĦANDHOM JIĠU SSODISFATI MILL-PROĊEDURA ANALITIKA GHAD-DIOSSINI (PCDD/F) U PCB SIMILI GHAD-DIOSSINA

##### 5.1. Il-medda ta' hidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni

- Fir-rigward tal-PCDD/F, il-kwanitajiet 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-diossina 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).

##### 5.2. Is-selettività għolja (speċifiċità)

- Jinhtieg li ssir distinzjoni bejn il-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina u għadd kbir ta' komposti oħra koestratti, li possibbilment jinterferixxu u li huma preżenti f'konċentrazzjonijiet ta' daqs ferm akbar minn dawk tal-analiżi ta' interess. Għall-metodi ta' kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija ta' massa (GC/MS), jinhtieg li ssir differenzjazzjoni fost diversi kongeneri, pereżempju bejn il-kongeneri tossiċi (eż. is-sbatax-il PCDD/F sostitwiti fil-pożizzjoni 2,3,7,8 u t-tna-x-il PCB simili għad-diossina) u kongeneri oħra,
- Il-metodi bjoanalitiċi għandhom jindividwaw il-komposti fil-mira bħalma hi s-somma ta' PCDD/F u/jew PCB simili għad-diossina. It-tindif tal-kampjun għandu jimmira li jneħħi l-komposti li jikkawżaw riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza jew il-komposti li jistgħu jnaqqsu r-rispons u jikkawżaw riżultati ta' konformità falza.

(<sup>1</sup>) 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 ta' l-għalf u l-ikel, mas-sahha ta' l-annimali u mar-regoli dwar il-welfare ta' l-annimali (GUL 165, 30.4.2004, p. 1).

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

- Għall-metodi GC/MS, id-determinazzjoni għandha tipprovdi stima valida tal-konċentrazzjoni effettiva f'kampjun. Akkuratezza kbira (akkuratezza tal-kejl: il-grad ta' konkordanza bejn ir-rizultat tal-kejl mal-valur reali jew assenjat tal-kwantità li trid titkejjel) hi meħtieġa biex jiġi evitat li r-rizultat 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 mkejjeł 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  $RSD_R$  ikkalkolata mir-rizultati ġġenerati f'kundizzjonijiet ta' riproduċibilità),
- Għall-metodi bjoanalitiċi, għandu jiġi determinat l-irkupru apparenti tat-test bijoloġiku.

### 5.4. Il-validazzjoni fil-medda tal-livell massimu u l-miżuri generali tal-kontroll tal-kwalità

- Il-laboratorji għandhom juru r-rendiment ta' metodu fil-medda tal-livell massimu, eż.  $0,5 \times 1 \times 2 \times$  il-livell massimu b'koeffiċjenti aċċettabbli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta, matul il-proċedura ta' validazzjoni u/jew matul l-analiżi ta' rutina,
- Bħala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità, għandhom jitwettqu kontrolli in bjank regolari u esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll (preferibbilment, jekk ikun hemm, materjal iċċertifikat ta' referenza). It-tabelli tal-kontroll tal-kwalità (QC) għal kontrolli in bjank, l-esperimenti miżjuda jew l-analiżi tal-kampjuni ta' kontroll għandhom jiġu rreġistrati u vverifikati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa konformi mar-rekwiziti.

### 5.5. Il-limitu ta' kwantifikazzjoni

- Għall-metodu ta' skrining bjoanalitiku, mhuwiex indispensabbli li jiġi stabbilit LOQ (limit of quantification) 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 taħt dan il-livell. Għandu jintwera li l-livell ta' rappurtar hu differenti mill-kampjuni in bjank tal-proċedura mill-inqas b'fattur ta' tlieta, b'rispons taħt il-medda ta' hidma. Għaldaqstant, dan għandu jiġi kkalkolat minn kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu meħtieġ, 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 massimu.

### 5.6. Il-kriterji analitiċi

- Għal rizultati affidabbli minn metodi konfermatorji jew ta' skrining, il-kriterji li ġejjin għandhom jiġu ssodisfati fil-medda tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni għall-valur TEQ u l-valur BEQ rispettivament, kemm jekk determinat bħala TEQ totali (bħala somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-dioossina) jew separatament għal PCDD/F u PCB simili għad-dioossina.

	Skrining b'metodi bjoanalitiċi jew fiżikokimiċi	Metodi konfermatorji
Rata ta' konformità falza (*)	< 5 %	
Eżattezza		- 20 % to + 20 %
Ripetibilità ( $RSD_r$ )	< 20 %	
Riproduċibilità fil-laboratorju ( $RSD_R$ )	< 25 %	< 15 %

(\*) Fir-rigward ta' livelli massimi.

### 5.7. Ir-rekwiziti speċifiċi għal metodi ta' skrining

- Għall-iskrining jistgħu jintużaw kemm il-metodi GC/MS kif ukoll dawk bjoanalitiċi. Għall-metodi GC/MS, għandhom jintużaw ir-rekwiziti kif stabbiliti fil-punt 6 ta' dan l-Anness. Għall-metodi bjoanalitiċi bbażati fuq iċ-ċelloli, hemm rekwiziti speċifiċi stabbiliti fil-punt 7 ta' dan l-Anness,
- Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrining għall-kontroll ta' rutina tal-kampjuni, għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib mal-laboratorji li japplikaw il-metodu konfermatorju,

- Tinhtieg verifika tar-rendiment tal-metodu tal-iskrining waqt l-analiżi ta' rutina, permezz ta' kontroll tal-kwalità analitiku u validazzjoni kontinwa tal-metodu. Ghandu jkun hemm programm kontinwu għall-kontroll ta' riżultati konformi,
  - Kontroll tas-soppressjoni potenzjali tar-rispons ċellulari u ċ-ċitossicità
 

20 % tal-estratti tal-kampjun għandhom jitkejlu fi skrining ta' rutina biż-żieda ta' 2,3,7,8-TCDD u min-ghajrha, f'konformità mal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni, biex jiġi vverifikat jekk ir-rispons huwiex imhassar minn sustanzi li jinterferixxu, li jinsabu fl-estratt tal-kampjun. Il-koncentrazzjoni mkejla tal-kampjun miżjud titqabbel mas-somma tal-koncentrazzjoni tal-estratt mhux miżjud flimkien mal-koncentrazzjoni miżjuda. Jekk din il-koncentrazzjoni mkejla tkun baxxa aktar minn 25 % tal-koncentrazzjoni kkalkolata (is-somma), dan jindika li s-sinjali seta' thassar u l-kampjun rispettiv għandu jintbagħat għall-analiżi konfermatorja. Ir-riżultati għandhom jiġu mmonitorjati f'tabelli ta' kontroll tal-kwalità.
  - Il-kontroll tal-kwalità fuq kampjuni konformi
 

Għandhom jiġu kkonfermati madwar 2 sa 10 % tal-kampjuni konformi, skont il-matrici tal-kampjun u l-esperjenza tal-laboratorju.
  - Id-determinazzjoni tar-rati ta' konformità falza mid-dejta tal-QC
 

Għandha tiġi determinata r-rata tar-riżultati ta' konformità falza mill-iskrining tal-kampjuni inqas u oghla mil-livell massimu jew mil-livell ta' azzjoni. 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 matrici jew grupp ta' matrici, il-konkluzjonijiet dwar ir-rata ta' konformità falza jistgħu jifasslu minn din il-bażi tad-dejta. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji jew waqt incidenti ta' kontaminazzjoni li jkopru sa medda ta' koncentrazzjoni 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 tal-kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrapprezentaw diversi sorsi.

Għalkemm it-testijiet ta' skrining huma maħsuba biex qabel kollox jindividwaw il-kampjuni li jaqbz u 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-iskrining potenzjalment mhux konformi għandhom dejjem jiġu vverifikati permezz ta' analiżi mill-ġdid tal-kampjun oriġinali permezz ta' metodu konfermatorju. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tiġi evalwata r-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. Għall-metodi ta' skrining, 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 skrining precedenti l-kampjun kien gie ddikjarat li hu suspettat li ma jikkonformax. Madankollu, l-evalwazzjoni tal-utilità tal-metodu ta' skrining għandha tkun imsejja fuq it-tqabbil tal-kampjuni ta' nuqqas ta' konformità falza man-numru totali ta' kampjuni vverifikati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed sabiex l-użu ta' għodda ta' skrining jibqa' wiehed vantaġġjuż,
  - Il-metodi bjoanalitiċi għandhom jagħtu indikazzjoni valida tal-livell TEQ, ikkalkolat u espress bħala BEQ, tal-anqas taht il-kundizzjonijiet ta' validazzjoni,
  - Barra minn hekk, għall-metodi bjoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ta' ripetibbiltà, l-RSD<sub>r</sub> bejn laboratorju u iehor tkun tipikament iżgħar mill-RSD<sub>r</sub> tar-riproduċibbiltà.
6. REKWIZITI SPECIFIĊI GĦALL-METODI GC-MS LI GĦANDHOM JIĠU SSODISFATI GĦAL RAĠUNIJET KONFERMATORJI JEW TA' SKRINING
- 6.1. **Id-differenzi aċċettabbli bejn il-livelli WHO-TEQ tal-limitu ta' fuq u tal-limitu ta' isfel**
- Id-differenza bejn il-livell superjuri u l-livell inferjuri ma għandhiex tkun aktar minn 20 % għall-konferma tal-qabza tal-livell massimu jew f'każ ta' bżonn tal-livell ta' azzjoni.
- 6.2. **Il-kontroll tal-irkupri**
- L-istandards interni tal-PCDD/F sostitwiti fil-pożizzjoni 2,3,7,8-kloru ttikkettati bi<sup>13</sup>C u l-istandards interni ta' PCB simili għad-diossina ttikkettati bi<sup>13</sup>C għandhom jiżdiedu fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun invalidata l-proċedura analitika. Tal-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi tetra jew oktaklorinati għall-PCDD/F u tal-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi għall-PCB simili għad-diossina għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, tal-inqas kongeneru wiehed għal kull funzjoni ta' reġistrazzjoni ta' jon magħzula għal kull spettrometrija ta' massa użata għall-monitoraġġ ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina). Fil-każ ta' metodi konfermatorji, għandhom jintużaw is-17-il standard intern kollha ta' PCDD/F sostitwiti fil-pożizzjoni 2,3,7,8 ttikkettati bi<sup>13</sup>C u t-12-il standard intern kollha ta' PCB simili għad-diossina ttikkettati bi<sup>13</sup>C,

- Għandhom jiġu determinati wkoll fatturi ta' rispons relattivi għal dawk il-kongeneri li għalihom mhu miżjud l-ebda analogu ttikkettat bi<sup>13</sup>C, bl-użu ta' soluzzjonijiet ta' kalibrazzjoni xierqa,
- Għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-pjanti u għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-annimali li jkun fihom inqas minn 10 % ta' xaħam, iż-żieda ta' standards interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Għall-oġġetti tal-ikel li joriginaw mill-annimali li jkun fihom aktar minn 10 % ta' xaħam, l-istandards interni jistgħu jiż-żiedu qabel jew wara l-estrazzjoni tax-xaħam. 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-xaħam,
- Qabel l-analiżi GC/MS, għandhom jiżiedu 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 oghla jew aktar baxxi għal kongeneri individwali, b'mod partikolari għal ċerti dibenzo-p-diossini u dibenzofurani ettaklorinati u ottaklorinati huma aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur TEQ totali (ibbażat fuq is-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina). Għall-metodi ta' skringing GC-MS, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' 30 sa 140 %.

### 6.3. It-tnehhija ta' sustanzi li jinterferixxu

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

### 6.4. Il-kalibrazzjoni b'kurva standard

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

### 6.5. Kriterji speċifiċi għal metodi konfermatorji

- Għal GC-HRMS:

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

Għandhom jiġu sodisfatti aktar kriterji ta' identifikazzjoni u ta' konferma kif deskritt fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (L-ghalf tal-annimali — Id-determinazzjoni ta' diossini u PCB simili għad-diossina b'GC/HRMS u ta' PCB indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodu EPA 1613 u 1668 kif riveduti,

- Għal GC-MS/MS:

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

It-tolleranza massima permessa ta' intensitajiet ta' joni relattivi ta'  $\pm 15$  % għal joni tal-prodott ta' tranżizzjoni magħżula mqabbla mal-valuri kkalkolati jew imkejla (medja mill-istandards ta' kalibrazzjoni) bl-applikazzjoni ta' kundizzjonijiet MS/MS identiċi, b'mod partikolari l-enerġija waqt il-kollizzjoni u l-pressjoni tal-gass waqt il-kollizzjoni, għal kull tranżizzjoni ta' analiti.

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

Għandhom jiġu ssodisfatti aktar kriterji kif deskritt fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (L-ghalf tal-annimali — Id-determinazzjoni ta' diossini u PCB simili għad-diossina b'GC/HRMS u ta' PCB indikaturi b'GC/HRMS) u/jew fil-metodu EPA 1613 u 1668 kif riveduti, hlief l-obbligju li tintuża GC-HRMS.

## 7. REKWIZITI SPEĊIFIĊI GĦALL-METODI BIJOANALITIĊI

Il-metodi bjoanalitiċi huma metodi msejsa fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal testijiet ibbażati fuq iċ-ċelloli, testijiet fuq ir-riċevituri jew l-immunoanalizi. B'mod generali dan il-punt 7 jistabbilixxi r-reqwiziti għall-metodi bjoanalitiċi.

Il-metodu ta' skringing bhala principju jikklassifika kampjun bhala konformi jew suspettat li ma jikkonformax. Ghal dan il-ghan, il-livell BEQ ikkalkolat jitqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 7.3). 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 valur ta' limitu, diment li 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-diossina, il-verifika tal-konformità tal-kampjuni minghajr frazzjonament tirrikjedi valuri ta' limitu ta' testijiet bijoloġiċi adattati għall-PCDD/F. Għall-verifika tal-kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, jista' jintuża perċentwal adattat tal-livell ta' azzjoni rispettiv bhala valur ta' limitu.

Barra minn hekk, fil-każ ta' ċerti metodi bjoanalitiċi, jista' jinghata livell indikattiv espress f'BEQ għal kampjuni fil-medda ta' hidma u li jaqbżu l-limitu ta' rappurtar (ara l-punti 7.1.1 u 7.1.6).

## 7.1. Evalwazzjoni tar-rispons għat-test

### 7.1.1. Ir-rekwiziti ġenerali

- Meta jiġu kkalkolati l-konċentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrizzjoni tat-TCDD, il-valuri fil-limitu inferjuri u superjuri għall-kurva juru varjazzjoni kbira (koeffiċjent għoli ta' varjazzjoni, CV — coefficient of variation). Il-medda ta' hidma hija l-erja fejn dan is-CV ikun 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-konċentrazzjoni effettiva massima), iżda huwa inferjuri jekk is-CV jkun oghla minn 15 % f'din il-medda. Il-medda ta' hidma għandha tiġi stabbilita waqt il-validazzjoni. Il-valuri ta' limitu (il-punt 7.3) għandhom ikunu sew fil-medda ta' hidma,
- Is-soluzzjonijiet standard u l-estratti tal-kampjuni għandhom ikunu ttestjati tal-anqas darbtejn. Meta jintużaw id-duplikati, is-soluzzjoni standard jew l-estratt tal-kontroll ittestjat f'bejn erba' u sitt kontenituri mqasma fuq il-platt għandu jipproduċi rispons jew konċentrazzjoni (possibbli biss fil-medda ta' hidma) msejsa fuq CV < 15 %.

### 7.1.2. Il-kalibrizzjoni

#### 7.1.2.1. Il-kalibrizzjoni b'kurva standard

- Il-livelli fil-kampjuni jistgħu jiġu stmati billi jitqabbel ir-rispons tat-test mal-kurva ta' kalibrizzjoni tat-TCDD (jew PCB 126 jew tahlita standard ta' PCDD/F/PCB simili ghad-diossina) biex jiġi kkalkolat il-livell BEQ fl-estratt u wara fil-kampjun,
- Il-kurvi ta' kalibrizzjoni għandhom jinkludu minn 8 sa 12-il konċentrazzjoni (tal-anqas f'duplikati), b'konċentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti ta' isfel tal-kurva (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 fitt jew l-ebda valur fl-istima 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 mminimizata s-somma ta' residwi kwadrati),
- Wara jiġi kkoreġut il-livell stmat fl-estratt tal-kampjun għal-livell BEQ ikkalkolat għall-kampjun in bjank ta' matrici/solvent (sabiex ikopri l-impurità minn solventi u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkolat mil-livell BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi qrib il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni). Sabiex jiġi kkoreġut l-irkupru, l-irkupru apparenti għandu dejjem ikun fil-medda mehtieġa (ara l-punt 7.1.4). Il-kampjuni ta' referenza użati għall-korrezzjoni tal-irkupru għandhom jikkonformaw mar-rekwiziti mogħtija fil-punt 7.2.

#### 7.1.2.2. Il-kalibrizzjoni bil-kampjuni ta' referenza

Bhala alternattiva, tista' tintuża kurva ta' kalibrizzjoni ppreparata minn tal-inqas erba' kampjuni ta' referenza (ara l-punt 7.2): jistgħu jintużaw bjank tal-matrici wiehed, flimkien ma' tliet kampjuni ta' referenza b' $0,5 \times 1,0 \times 2,0$   $\times$  il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni), filwaqt li titnehha l-htieġa 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 7.3) jista' jiġi kkalkolat direttament minn dawn il-kampjuni u użat bhala valur ta' limitu. Għall-ivverifikar tal-kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, il-valur ta' limitu jista' jkun perċentwal adattat ta' dawn il-livelli ta' azzjoni.

### 7.1.3. Id-determinazzjoni separata ta' PCDD/F u PCB simili ghad-diossina

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

#### 7.1.4. *L-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 massimu jew il-livell ta’ azzjoni 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-diossina jistgħu jwasslu biex il-PCB simili għad-diossina jkollhom irkupri apparenti baxxi meta mqabbla mal-PCDD/F. Għaldaqstant, jekk titwettaq determinazzjoni separata tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina, l-irkupri apparenti tat-test bijoloġiku għandhom ikunu: bejn 20 % u 60 % għall-PCB simili għad-diossina, bejn 50 % u 130 % għall-PCDD/F (il-meded japplikaw għall-kurva ta’ kalibrazzjoni tat-TCDD). Billi l-kontribuzzjoni tal-PCB simili għad-diossina għas-somma tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina tista’ tvarja bejn il-matrici u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tat-test bijoloġiku għall-parametru tas-somma jirriflettu dawk il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % u 130 %.

#### 7.1.5. *Il-kontroll tal-irkupri għat-tindif*

It-telf ta’ komposti waqt it-tindif għandu jiġi vverifikat waqt il-validazzjoni. Il-kampjun in bjank miżjud b’tahlita ta’ kongeneri differenti għandu jiġi ppreżentat għat-tindif (mill-inqas  $n=3$ ) u l-irkupru u l-varjabbiltà għandhom jiġu vverifikati permezz ta’ metodu konfermatorju. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għall-kongeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell TEQ ftahlitiet varji.

#### 7.1.6. *Il-limitu tar-Rappurtar*

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

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

- Il-kampjuni ta’ referenza għandhom jirrapreżentaw il-matrici tal-kampjuni, il-profilu tal-kongeneri u l-meded tal-konċentrazzjoni għall-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina qrib il-livell massimu jew il-livell ta’ azzjoni,
- F’kull serje ta’ testijiet għandhom jiġu inklużi bjank tal-proċedura jew preferibbilment bjank tal-matrici, u kampjun ta’ referenza fil-livell massimu jew il-livell ta’ azzjoni. 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-adegwatezza tat-test. Dawn il-kampjuni jistgħu 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 ma jitqisux biżżejjed,
- Il-kampjuni ta’ referenza żejda, eż.  $b'0,5 \times u \times 2 \times$  il-livell massimu jew il-livell ta’ azzjoni jistgħu jiġu inklużi sabiex juru r-rendiment korrett tat-test fil-medda ta’ interess għall-kontroll tal-livell massimu jew il-livell ta’ azzjoni. Meta jingħaqdu flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex jiġu kkalkolati l-livelli BEQ fil-kampjuni tat-test (il-punt 7.1.2.2).

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

Ir-relazzjoni bejn ir-riżultati bjoanalitiċi fil-BEQ u r-riżultati minn metodi konfermatorji fit-TEQ għandha tiġi stabbilita (eż. permezz ta’ esperimenti ta’ kalibrazzjoni adattati għall-matrici, li jinvolvu kampjuni ta’ referenza miżjuda  $b'0, 0,5 \times 1 \times u \times 2 \times$  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 vverifikati f’kull serje ta’ testijiet billi jiġu inklużi bjanki tal-proċedura jew tal-matrici u kampjuni tal-irkupru (il-punt 7.2).

Il-valuri ta’ limitu għandhom jiġu stabbiliti għad-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun mal-livelli massimi jew għall-kontroll tal-livelli ta’ azzjoni, jekk ikun ta’ interess, mal-livell massimu jew mal-livell ta’ azzjoni rispettiv stabbilit jew għall-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina wahidhom, jew għas-somma tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina. Dawn huma rappreżentati mill-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bjoanalitiċi (ikkoreġuti għall-irkupru u in bjank) li jikkorrispondu għal-limitu ta’ deċiżjoni tal-metodu konfermatorju msejjes fuq livell ta’ fiduċja ta’ 95 %, li jimplika rata ta’ konformità falza ta’  $< 5 \%$ , u fuq  $RSD_R$  ta’  $< 25 \%$ . Il-limitu ta’ deċiżjoni tal-metodu konfermatorju huwa l-livell massimu, filwaqt li titqies l-incertezza tal-kejl.

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



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

7.3.1. L-użu tal-marġini *inferjuri* tal-intervall ta' previżjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju

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

fejn:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  BEQ li jikkorrispondu għal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju, li huwa l-livell massimu inkluża l-incertezza tal-kejl

$s_{y,x}$  devjazzjoni standard residwa

$t_{\alpha, f=m-2}$  Fattur student ( $\alpha = 5\%$ ,  $f = \text{gradi ta' libert\`a, b'naħa wahda}$ )

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

$n$  numru ta' ripetizzjonijiet f'kull livell

$x_i$  Konċentrazzjoni fil-kampjun (f'TEQ) tal-punt tal-kalibrazzjoni  $i$  iddeterminata permezz ta' metodu konfermatorju

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

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2$  parametru globali kwadrat,

$i$  = indici għall-punt ta' kalibrazzjoni  $i$

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

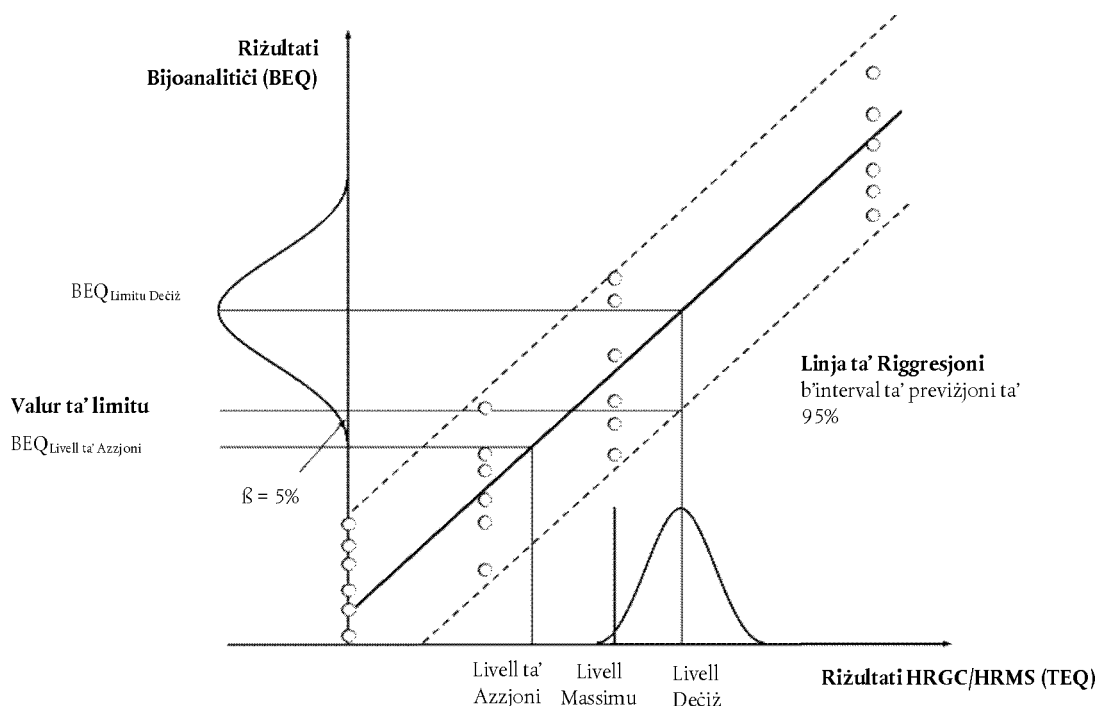
$$\text{Valur ta' limitu} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

Fejn:

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

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

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-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju,
2. mill-analiżi multipla tal-kampjuni ( $n > 6$ ) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta (irrapprezentat fil-grafika b'kurva b'forma ta' qan-piena) fil-valur BEQ medju korrispondenti.

#### 7.3.4. Ir-restrizzjonijiet għall-valuri ta' limitu:

Il-valuri ta' limitu msejsa fuq il-BEQ ikkalkolati mill- $RSD_R$  miksuba waqt il-validazzjoni bl-użu ta' numru limitat ta' kampjuni bi profili ta' kongeneri/matriċi differenti jistgħu jkunu oghla mil-livell massimu jew mil-livell ta' azzjoni msejjes fuq it-TEQ minhabba preċiżjoni aħjar minn dik miksuba f'analizi ta' rutina fejn irid jiġi kkontrollat spettru mhux maghruf 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 massimu jew tal-livell ta' azzjoni.

#### 7.4. Karatteristiċi tar-rendiment

- Billi ma jista' jintuza l-ebda standard intern fil-metodi bijoanalitiċi, għandhom isiru testijiet fuq ir-ripetibbiltà sabiex tinkiseb informazzjoni dwar id-devjazzjoni standard f'serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-ripetibbiltà għandha tkun inqas minn 20 %, u r-riproduċibbiltà bejn laboratorju u iehor 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 oghla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 7.1.2),
- Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli in bjank,
- Il-perċentwal tad-devjazzjoni standard fir-rispons jew fil-koncentrazzjoni kkalkolata mir-rispons (possibbli biss fil-medda ta' hidma) ta' determinazzjoni tripla ta' estratt tal-kampjun, ma għandux ikun oghla minn 15 %,
- Ir-riżultati mhux ikkoreġuti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQs (in bjank u fil-livell massimu jew fil-livell ta' azzjoni) 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 vverifikati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa konformi mar-rekwiżiti, b'mod partikolari għall-proċeduri in bjank fir-rigward tad-differenza minima mitluba għal-limitu *inferjuri* tal-medda ta' hidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproduċibbiltà fil-laboratorju. Il-proċeduri in bjank għandhom jiġu kkontrollati sew biex meta jitnaqqsu jiġu evitati riżultati ta' konformità falza,
- Ir-riżultati mill-metodi konfermatorji tal-kampjuni ssuspettati u bejn 2 u 10 % tal-kampjuni konformi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matriċi) għandhom jingabru u jintużaw biex jiġi evalwat ir-rendiment tal-metodu ta' skrinjng u r-relazzjoni bejn il-BEQ u t-TEQ. Din il-bażi ta' dejta tista' tintuza għall-evalwazzjoni mill-ġdid tal-valuri ta' limitu applikabbli għall-kampjuni ta' rutina għall-matriċi vvalidati,
- Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' parteċipazzjoni fi provi interlaboratorji. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji, li jkopru sa medda ta' koncentrazzjoni ta' eż. 2x ML, jistgħu jiġu inklużi wkoll fl-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza, jekk laboratorju jkun jista' juri r-rendiment b'suċċess tiegħu. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profil tal-kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrapprezentaw diversi sorsi,
- Fxi każijiet, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, b'riflessjoni tal-matriċi speċifika u l-profil tal-kongeneri ta' dan l-incident partikolari.

#### 8. RAPPORTAR TAR-RIŻULTAT

##### Metodi konfermatorji

- Sa fejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina 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-estrazzjoni tal-PCDD/F, tal-PCB simili għad-diossina 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 fakultat-tiva,
- L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jinsabu barra mill-medda msemmija fil-punt 6.2, f'każ li jinqabeż il-livell massimu (f'dan il-każ, l-irkupri għal wahda miż-żewġ analizijiet doppji) u f'każijiet ohra fuq talba,
- Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun għandha titqies l-inċertezza tal-kejl, 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 estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Fil-każ ta' determinazzjoni separata tal-PCDD/F u tal-PCB simili għad-diossina, is-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina għandha tintuża għas-somma tal-PCDD/F u l-PCB simili għad-diossina,
- Jekk titqies l-inċertezza tal-kejl billi jiġi applikat CC $\alpha$  (kif deskritt fil-punt IV. 2 tal-Anness II), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat,
- Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet ta' kejl u (tal-anqas) bl-istess numru ta' figuri sinifikanti bhalma huma tal-livelli massimi stipulati fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.

#### **Metodi ta' skринing bjoanalitiċi**

- Ir-riżultat tal-iskринing għandu jiġi espress bhala konformi jew suspettat li ma jikkonformax ("suspettat"),
- Barra minn hekk, jista' jinghata riżultat għall-PCDD/F u/jew il-PCB simili għad-diossina f'Ekwivalenti Bjoanalitiċi (BEQ) (mhux TEQ) (ara l-punt 1 tal-Anness III). Il-kampjuni b'rispons li jkun taht il-limitu ta' rappurtar għandhom jiġu indikati bhala taht il-limitu ta' rappurtar,
- Għal kull tip ta' matrici tal-kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew 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-diossina u tal-lipidi. Il-kontenut ta' lipidi tal-kampjun għandu jiġi ddeterminat u rrapportat għall-kampjuni tal-ikel b'livelli massimi jew livelli ta' azzjoni 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 fakultat-tiva,
- F'każ ta' kampjuni suspettati li ma jikkonformawx, ir-rapport għandu jinkludi nota dwar l-azzjoni li għandha tittiehed. Il-koncentrazzjoni ta' PCDD/F u s-somma ta' PCDD/F u PCB simili għad-diossina f'dawk il-kampjuni b'livelli għoljin jinhtieg li tiġi ddeterminata/ikkonfermata b'metodu konfermatorju.

## Appendiċi tal-ANNESS III

It-TEFs tad-WHO għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bnedmin imsejsa fuq il-konkluzjonijiet tal-laqgħa ta' esperti tal-Programm Internazzjonali dwar is-Sigurtà tas-Sustanzi Kimiċi (IPCS) tal-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa (WHO), li saret f'Ginevra f'Ġunju 2005 (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. Xjenzi Tossikoloġiċi 93(2), 223–241 (2006))

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

## ANNEX IV

**THEJJJA TAL-KAMPJUN U REKWIŻITI GHALL-METODI TA' ANALIŻI UŻATI FIL-KONTROLL TAL-LIVELLI  
TA' PCB MHUX SIMILI GHAD-DIOSSINA (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180) F'ĊERTI OĠĠETTI TAL-IKEL**

Ir-rekwiżiti stabbiliti f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-oġġetti tal-ikel jiġu analizzati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' poliklorobifenili mhux simili għad-dioossina (PCB mhux simili għad-dioossina) u għal finijiet regolatorji oħra.

**1. Metodi ta' detezzjoni applikabbli:**

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

**2. Identifikazzjoni u konferma tal-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 tas-sitt PCB indikaturi kollha (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180) minn sustanzi li jinterferixxu permezz ta' kromatografija b' fażi gassuża, speċjalment PCB ta' koeluzjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda ta' limiti legali u n-nuqqas ta' konformità għadha trid tiġi kkonfermata.

(Il-kongeneri 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' kongeneri aktar klorinati.)

- Għat-tekniki GC-MS:

- Monitoraġġ għal tal-anqas:

- żewġ joni speċifiċi għall-HRMS,
- żewġ joni speċifiċi ta' m/z > 200 jew tliet joni speċifiċi ta' m/z > 100 għall-LRMS,
- prekursur wiehed (1) u żewġ (2) joni tal-prodott għal MS-MS.

- Tolleranzi massimi permessi għall-proporzjonijiet ta' abbondanza għall-frammenti ta' mases magħżula:

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

Intensità relattiva tal-jon/joni kwalifikatur(i) mqabbla mal-jon 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' jon jew joni kwalifikaturi b'intensità relattiva ta' inqas minn 10 % meta mqabbla mal-jon fil-mira.

- Għal GC/ECD:

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

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

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

**4. Limitu ta' kwantifikazzjoni:**

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

**5. Kontroll tal-kwalità:**

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

**6. Kontroll tal-irkupri:**

- L-użu ta' standards interni xierqa bi proprjetajiet fiżikokimiċi komparabbli mal-analiti ta' interess.
- 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.
- Rekwiziti 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 l -10 % huma aċċettabbli.
- Rekwiziti għal metodi li ma jużawx is-sitt standards interni b'tikketta isotop kollha jew standards interni oħra:
  - Il-kontroll tal-irkupru tal-istandard(s) intern(i) għal kull kampjun;
  - L-irkupri aċċettabbli tal-istandard(s) intern(i) bejn 60 u 120 %;
  - Il-korrezzjoni tar-riżultati għall-irkupri tal-istandards interni.
- L-irkupri tal-kongeneri mhux ittikkettati għandhom jiġu vverifikati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'koncentrazzjonijiet fil-medda tal-livell massimu. L-irkupri aċċettabbli għal dawn il-kongeneri huma bejn 70 u 120 %.

**7. Rekwiziti għal-laboratorji:**

F'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida tal-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 massimu:**

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

**9. Rapportar tar-riżultati**

- Sa fejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCB u jiġu rrapportati b'haġa 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 rekwiziti 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 oħra d-determinazzjoni tal-kontenut ta' lipidi hija fakultattiva,

<sup>(1)</sup> Huwa rakkomandat hafna li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tar-reagent in bjank minn dik tal-livell ta' kontaminant fil-kampjun. Hija r-responsabbiltà tal-laboratorju li jikkontrolla l-varjazzjoni tal-livelli in bjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli in bjank jitnaqqsu.

- L-irkupru tal-istandards interni individwali għandu jkun disponibbli f'każ li l-irkupru jkunbarra mill-medda msemmija fil-punt 6, f'każ li l-livell massimu jinqabeż u f'każijiet oħra meta mitluba,
  - Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun għandha titqies l-inċertezza tal-kejl, 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 %,
  - Jekk titqies l-inċertezza tal-kejl billi jiġi applikat CCa (kif deskritt fil-punt IV.1 tal-Anness II), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat,
  - Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet ta' kejl u (tal-anqas) bl-istess numru ta' figuri sinifikanti bħalma huma tal-livelli massimi stipulati fir-Regolament (KE) Nru 1881/2006.
-