

REGOLAMENTI

REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) 2017/771

tat-3 ta' Mejju 2017

li jemenda r-Regolament (KE) Nru 152/2009 fir-rigward tal-metodi għad-determinazzjoni tal-livelli tad-diossini u l-poliklorobifenili

(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-verifika tal-konformità mal-liġi tal-ġhalf u l-ikel, mas-saħha tal-annimali u mar-regoli dwar il-welfare tal-annimali ⁽¹⁾, u b'mod partikolari l-Artikolu 11(4) tiegħu,

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 152/2009 ⁽²⁾ jinkludi metodi għad-determinazzjoni tal-livelli ta' poliklorodibenzo-p-diossini (PCDDs), poliklorodibenzofurani (PCDFs), poliklorobifenili (PCBs) simili għad-diossini u PCBs mhux simili għad-diossini fl-ġhalf.
- (2) Il-laboratorju ta' referenza tal-UE għad-diossini u l-PCBs fl-ġhalf u fl-ikel ta' prova li r-riżultati analitiċi għad-diossini u l-PCBs f'ċerti każijiet mhumix affidabbli meta l-kriterji tar-rendiment stipulati fil-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009 ma jiġux applikati minn laboratorji li jwettqu l-analizi ta' kampjuni mehuda mill-operaturi tan-negozju tal-ġhalf skont ir-Regolament (KE) Nru 183/2005 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill ⁽³⁾. Huwa għalhekk xieraq li l-applikazzjoni tal-kriterji tar-rendiment għall-analizi tal-kampjuni ssir obbligatorja.
- (3) Billi l-metodu li permezz tiegħu jintuża limitu ta' deċiżjoni biex jiżgura, b'ċerta probabbiltà, li r-riżultat analitiku huwa oghla mil-livell massimu, kif previst fid-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE ⁽⁴⁾, ma għadux jiġi applikat għall-analizi tad-diossini, il-furani u l-PCBs fl-oġġetti tal-ġhalf, huwa xieraq li jithassar dan il-metodu u li jinżamm biss il-metodu tal-inċertezza estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
- (4) Ġew żviluppatti dokumenti ta' gwida dwar l-inċertezza tal-kejl u għall-istima tal-Limitu ta' Ditezzjoni (LOD) u l-Limitu ta' Kwantifikazzjoni (LOQ). Huwa xieraq li ssir referenza għalihom.
- (5) B'konformità mar-rekwiżiti ta' rappurtar għall-metodi ta' skrinjar bjoanalitiċi stipulati fil-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009, huwa xieraq li għall-metodi fiżikokimiċi, li jintużaw għall-iskrinjar, jiġu preveisti wkoll rekwiżiti ta' rappurtar speċifiċi fil-Kapitolu II ta' dik il-Parti.
- (6) Peress li l-analizi tad-diossini, il-PCBs simili għad-diossini u l-PCBs mhux simili għad-diossini hija f'haqna każijiet determinata għalihom f'daqqa, huwa xieraq li l-kriterji tar-rendiment tal-PCBs mhux simili għad-diossini stipulati fil-punt 3.3 tal-Kapitolu III tal-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009 jiġu allinjati mal-kriterji tar-rendiment għad-diossini u l-PCBs simili għad-diossini. Din hija simplifikazzjoni mingħajr bidliet sostanzjali fil-prattika peress li fil-każ tal-PCBs mhux simili għad-diossini l-intensità relattiva ta' joni kwalifikaturi meta mqabbla mal-mira tal-joni hija ta' > 50 %.

⁽¹⁾ ĠU L 165, 30.4.2004, p. 1.

⁽²⁾ Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 152/2009 tas-27 ta' Jannar 2009 li jistabbilixxi l-metodi ta' teħid ta' kampjuni u analizi għall-kontrolli uffiċjali tal-ġhalf (ĠU L 54, 26.2.2009, p. 1).

⁽³⁾ Ir-Regolament (KE) Nru 183/2005 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tad-12 ta' Jannar 2005 li jistabbilixxi l-htigijiet għall-iġjene tal-ġhalf (ĠU L 35, 8.2.2005, p. 1).

⁽⁴⁾ Id-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE tal-14 ta' Awwissu 2002 li timplimenta d-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE rigward il-hidma ta' metodi analitiċi u l-interpretazzjoni tar-riżultati (ĠU L 221, 17.8.2002, p. 8).

- (7) Wara l-esperjenza miksuba, huwa xieraq li jiġu adattati ċerti speċifikazzjonijiet tekniċi bħalma huma l-irkupri ta' standards b'tikketta ta' isotopu previsti fil-punti 7.3 u 7.5 tal-Kapitolu III tal-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009.
- (8) Barra minn hekk, hemm diversi modifiki minuri oħrajn proposti għad-dispożizzjonijiet attwali biex tittejjeb il-konsistenza fit-terminoloġija użata, bil-htieġa tas-sostituzzjoni shiha tal-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009 biex tinzamm il-leġibbiltà tat-test.
- (9) Għalhekk, ir-Regolament (KE) Nru 152/2009 għandu jiġi emendat skont dan.
- (10) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament huma skont l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Katina Alimentari u s-Saħħa tal-Annimali,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

Il-Parti B tal-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009 hi emendata kif jidher fl-Anness ta' dan ir-Regolament.

Artikolu 2

Dan ir-Regolament għandu jidhol fis-seħh fl-għoxrin 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-3 ta' Mejju 2017.

Għall-Kummissjoni
Il-President
Jean-Claude JUNCKER

ANNEX

Fl-Anness V tar-Regolament (KE) Nru 152/2009, il-Parti B “DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA’ DIOSSINI (PCDD/PCDF) U TA’ PCBs” tinbidel b’dan li ġej:

“B. DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA’ DIOSSINI (PCDD/PCDF) U TA’ PCBs

KAPITOLU I

Metodi ta’ tehid ta’ kampjuni u interpretazzjoni tar-riżultati analitiċi**1. Kamp ta’ applikazzjoni u definizzjonijiet**

Il-kampjuni mahsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta’ poliklorodibenzo-p-diossina (PCDDs), poliklorodibenzo-furan (PCDFs), poliklorobifenili (PCBs)(*) simili għad-diossini u PCBs (1) li mhumiex simili għad-diossini fl-għalf għandhom jittiehdu skont id-dispożizzjonijiet tal-Anness I. Għandhom jiġu applikati r-rekwiżiti kwantitattivi f’relazzjoni mal-kontroll ta’ sustanzi jew prodotti mqasma uniformament fl-għalf kif stipulat fil-punt 5.1 tal-Anness I. Aggregazzjoni ta’ kampjuni li tkun inkisbet għandha tiġi kkunsidrata bhala rappreżentattiva tal-lottijiet jew tas-sublottijiet li minnhom tkun ittiehdet. Għandha tiġi stabbilita konformità mal-livelli massimi stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE fuq bażi tal-livelli ddeterminati fil-kampjuni tal-laboratorju.

Għall-finijiet ta’ din il-Parti B, għandhom japplikaw id-definizzjonijiet miġjuba fl-Anness I mad-Deciżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE (2).

(1) Tabella tat-TEF (= fatturi ta’ ekwivalenza tossika) għal PCDDs, PCDFs u PCBs simili għad-diossini: It-TEFs tad-WHO għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bnedmin imsejja 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’Gunju 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
Dibenzo-p-diossini (“PCDDs”) u Dibenzo-p-furani (“PCDFs”)		PCBs “simili għad-diossini” PCBs mhux orto + PCBs monoorto	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCBs 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	PCBs mhux 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		

Taqsiriet użati: ‘T’ = tetra; ‘Pe’ = penta; ‘Hx’ = eża; ‘Hp’ = epta; ‘O’ = okta; ‘CDD’ = klorodibenžodiossina; ‘CDF’ = klorodibenžofuran; ‘CB’ = klorobifenil.

(2) Id-Deciżjoni 2002/657/KE tal-Kummissjoni tal-14 ta’ Awwissu 2002 li jimplementa 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.)

Minbarra dawk id-definizzjonijiet, id-definizzjonijiet li ġejjin għandhom japplikaw għall-finijiet ta' din il-parti B:

“Metodi tal-iskrinjar” tfisser il-metodi użati għall-għażla ta' dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini li jaqbzu l-livelli massimi, jew il-livelli ta' azzjoni. Dawn għandhom jippermettu ammont qawwi ta' kampjunar kosteffiċjenti, biex b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda ta' esponiment għoli tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. Il-metodi tal-iskrinjar għandhom ikunu bbażati fuq metodi bijoanalitiċi jew GC-MS. Ir-riżultati minn kampjuni li jaqbzu l-valur ta' limitu użat biex tiġi vverifikata l-konformità mal-livell massimu għandhom jiġu verifikati bl-użu ta' rianalizi shiha mill-kampjun oriġinali b'metodu ta' konferma.

“Metodi ta' konferma” tfisser metodi li jipprovdu informazzjoni shiha jew kumplimentarja li tippermetti li jiġu identifikati l-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini u li dawn jiġu kkwantifikati mingħajr żball fil-livell massimu jew fil-każ ta' hteġa fil-livell ta' azzjoni. Dawn il-metodi jużaw kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa b'riżoluzzjoni għolja (GC-HRMS) jew kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa tandem (GC-MS/MS).

2. Konformità tal-lott jew tas-sublott mal-livell massimu

2.1. Fir-rigward ta' PCBs mhux simili għad-diossini

Il-lott jew is-sublott jikkonforma mal-livell massimu jekk ir-riżultat analitiku tas-somma ta' PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180 (minn hawn 'il quddiem imsejha PCBs mhux simili għad-diossini) ma jaqbiżx il-livell massimu stabbilit mid-Direttiva 2002/32/KE, b'qies tal-inċertezza estiża tal-kejl⁽¹⁾. Il-lott jew is-sublott ma jikkonformax mal-livell massimu kif stabbilit mid-Direttiva 2002/32/KE, jekk il-medjan taż-żewġ riżultati analitiċi ta' livell superjuri⁽²⁾ miksuba minn analizzjiet dupplikati⁽³⁾, b'qies tal-inċertezza tal-kejl imwessa', jaqbeż il-livell massimu bla dubju raġjonevoli, jiġifieri l-konċentrazzjoni analizzata wara li titnaqqas l-inċertezza estiża tal-kejl tintuża biex tiġi evalwata l-konformità.

L-inċertezza estiża tal-kejl hija kkalkulata bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 u dan jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-medjan tal-valuri mkejla nieqsa minnu l-inċertezza estiża tal-medjan huwa oghla mil-livell massimu.

Ir-regoli, imsemmija fil-paragrafi taħt dan il-punt, għandhom japplikaw għar-riżultati analitiċi miksuba fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

2.2. Rigward il-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini

Il-lott jew sublott ikun jaqbel mal-livell massimu jekk ir-riżultat ta' analiżi waħda,

- imwettqa minn metodu ta' skrinjar b'rata ta' konformità falza taħt il-5 %, jindika li l-livell ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE,
- imwettqa minn metodu ta' konferma, ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wiehed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

⁽¹⁾ Il-prinċipji mfissra fil-“Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry” (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en) għandhom jiġu segwiti fejn japplika.

⁽²⁾ Il-kunċett tal-“livell superjuri” (upper-bound) jeħtieġ l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-“livell inferjuri” (lower-bound) jeħtieġ l-użu ta' zero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-“livell medju” (medium-bound) jeħtieġ l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni meta tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.

⁽³⁾ Analizi duplikata: Analizi separata tal-analiti ta' interess bl-użu tat-tieni alikwota tal-istess kampjun omoġenizzat. B'mod ġenerali, japplikaw ir-rekwiżiti għal analiżi duplikata kif previst fl-Anness II, il-Kapitolu C, il-punt 3. Madankollu, fil-każ tal-metodi bl-użu ta' standard intern bit-tikketta ¹³C għall-analiti rilevanti, tkun meħtieġa analiżi duplikata jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni ma jkunx konformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata jew xi tahwida aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell misjub ikun konsiderevolment oghla mil-livell massimu.

Għal assaġġi tal-iskrinjar għandu jkun stabbilit valur ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar il-konformità tal-kampjuni mal-livelli massimi rispettivi stipulati jew għal PCDD/Fs, jew inkella għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini.

Il-lott jew is-sublott ma jikkonformax mal-livell massimu kif stabbilit mid-Direttiva 2002/32/KE, jekk il-medjan taż-żewġ riżultati analitiċi ta' livell superjuri ⁽¹⁾ miksuba minn analiżi, ⁽²⁾ duplikata, bl-użu ta' metodu ta' konferma, b'qies tal-inċertezza estiżta tal-kejl, jaqbeż il-livell massimu bla dubju raġjonevoli, jiġifieri l-koncentrazzjoni analizzata wara li titnaqqas l-inċertezza estiżta tal-kejl tintuża biex tiġi evalwata l-konformità.

L-inċertezza estiżta tal-kejl, tinhadem billi jintuża fattur ta' kopertura ta' 2 u dan jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-medjan tal-valuri mkejla nieqsa minnu l-inċertezza estiżta tal-medjan huwa oghla mil-livell massimu.

Is-somma tal-istima tal-inċertezzi estiżi tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini għandha tintuża għas-somma tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini.

Ir-regoli, imsemmija fil-paragrafi taħt dan il-punt, għandhom japplikaw għar-riżultati analitiċi miksuba fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

3. **Riżultati li jaqbz u l-livelli ta' azzjoni kif stipulati fl-Anness II tad-Direttiva 2002/32/KE**

Il-livelli ta' azzjoni jservu ta' għodda biex jintgħażlu l-kampjuni f'dawk il-każijiet fejn hu meħtieġ li jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni u li jittiehdu miżuri biex din titnaqqas jew titneħħa. Il-metodi ta' skrinjar għandhom jistabbilixxu valuri ta' limitu għas-selezzjoni ta' dawk il-kampjuni. F'każ li jkun meħtieġa sforzi sinifikanti biex ikun identifikat is-sors u biex il-kontaminazzjoni titnaqqas jew tiġi eliminata, ikun xieraq li tiġi konfirmata l-qabza fil-livelli ta' azzjoni bl-analiżi duplikata permezz ta' metodu ta' konferma u b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza estiżta tal-kejl ⁽³⁾.

KAPITOLU II

Preparazzjoni tal-kampjun u r-rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/Fs) u ta' PCBs simili għad-diossini fl-għalf

1. **Kamp tal-applikazzjoni**

Ir-rekwiżiti stipulati f'dan il-Kapitolu għandhom jiġu applikati meta l-għalf ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCDD/Fs sostituti ta' 2, 3, 7, 8 u diossini simili għall-PCBs u fir-rigward ta' thejġija ta' kampjuni u rekwiżiti analitiċi għal għanijiet regolatorji oħrajn, li jinkludu l-kontrolli mwettqa mill-operatur tan-negozju tal-għalf biex jiżgura l-konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 183/2005 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill ⁽⁴⁾.

⁽¹⁾ Il-kunċett tal-"livell superjuri" jirrikjedi l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongenru mhux kwantifikat għall-Ekwivalent ta' Tossicità (TEQ). Il-kunċett tal-"livell inferjuri" jeħtieġ l-użu taż-żero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat għat-TEQ. Il-kunċett ta' "limitu medju" jeħtieġ l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni billi tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull kongenru mhux kwantifikat għat-TEQ.

⁽²⁾ B'mod ġenerali, japplikaw ir-rekwiżiti għal analiżi duplikata kif previst fl-Anness II, il-Kapitolu C, il-punt 2. Madankollu, fil-każ tal-metodi ta' konferma bl-użu ta' standard intern bit-tikketta ¹³C għall-analiżi rilevanti, tkun meħtieġa analiżi duplikata jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni ma jkunx konformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata jew xi taħwida aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell misjub ikun konsiderevolment oghla mil-livell massimu.

⁽³⁾ Spjegazzjoni identika u r-rekwiżiti għall-analiżi duplikata għall-kontroll tal-livelli ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota ta' qiegħ il-paġna 2 aktar 'il fuq għal-livelli massimi.

⁽⁴⁾ Ir-Regolament (KE) Nru 183/2005 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tat-12 ta' Jannar 2005 li jstabbilixxi l-htigijiet għall-iġjene tal-għalf (ĠU L 35, 8.2.2005, p. 1).

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

(a) *Metodi ta' skrinjar*

L-għan tal-metodi tal-iskrinjar huwa li jintgħazlu dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini li jaqbzu l-livelli massimi, jew il-livelli ta' azzjoni. Il-metodi tal-iskrinjar għandhom jiżguraw ammont qawwi ta' kampjunar kosteffiċjenti, biex b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda ta' esponiment għoli tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. L-applikazzjoni tagħhom għandha timmira li tevita riżultati ta' konformità falza. Dawn jistgħu jinkludu metodi bijoanalitiċi u ta' GC-MS.

Il-metodi tal-iskrinjar iqabblu r-riżultat analitiku mal-valur ta' limitu, filwaqt li jipprovdu deċiżjoni pożittiva jew negattiva dwar il-possibbiltà li jkun inqabeż il-livell massimu jew ta' livell ta' azzjoni. Huwa meħtieġ li l-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini fil-kampjuni suspettati li mhumiex konformi mal-livell massimu għandha tiġi ddeterminata/kkonfermata permezz ta' metodu ta' konferma.

Barra minn hekk, il-metodi ta' skrinjar jistgħu jagħtu indikazzjoni tal-livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini preżenti fil-kampjun. Fil-każ tal-applikazzjoni ta' metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi r-riżultat jiġi espress bħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ), filwaqt li f'każ ta' applikazzjoni ta' metodi fiziko-kimiċi GC-MS jiġi espress bħala Ekwivalenti ta' Tossicità (TEQ). Ir-riżultati indikati numerikament tal-metodi ta' skrinjar huma adattati biex tintwera l-konformità jew suspett ta' nuqqas ta' konformità jew eċċess tal-limiti ta' azzjoni u jagħtu indikazzjoni tal-medda ta' livelli f'każ ta' segwitu permezz ta' metodi ta' konferma. Dawn mhumiex adattati għal għanijiet bħalma huma l-evalwazzjoni tal-livelli ta' sfond, l-istima tal-konsum, is-segwiment tax-xejriet matul iż-żmien flivelli jew ir-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u l-livelli ta' azzjoni.

(b) *Metodi ta' konferma*

Il-metodi ta' konferma jippermettu l-identifikazzjoni inekwivokabbli u l-kwantifikazzjoni ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini preżenti f'kampjun u jipprovdu informazzjoni shiħa fil-livell ta' kongeneru. Għalhekk, dawn il-metodi jippermettu l-kontroll tal-livelli massimi u ta' livelli ta' azzjoni, inkluza l-konferma tar-riżultati miksuba permezz tal-metodi ta' skrinjar. Barra minn hekk, ir-riżultati jistgħu jintużaw għal skopijiet oħra bħalma hija d-determinazzjoni tal-livelli ta' sfond inferjuri fil-monitoraġġ tal-għalf, is-segwiment tax-xejriet matul iż-żmien, l-istima tal-esponiment u t-tiswir ta' bażi ta' dejta għar-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u ta' livelli ta' azzjoni. Dawn huma importanti wkoll biex jiġu stabbiliti profili ta' kongeneri sabiex jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni potenzjali. Dawn il-metodi jużaw GC-HRMS. Għall-konferma tal-konformità jew in-nuqqas ta' konformità mal-livell massimu, jistgħu jintużaw ukoll il-GC-MS/MS.

2. **Sfond**

Għall-kalkolu tal-koncentrazzjonijiet tat-TEQ, il-koncentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu mmultiplikati mal-Fattur ta' Ekwivalenza ta' Tossicità (TEF) rispettiv tagħhom (ara n-nota ta' qiegħ il-paġna 1 tal-Kapitolu I) u sussegwentament magħduda biex jinkiseb it-total tal-koncentrazzjoni tal-komposti simili għad-diossini espressa bħala TEQs.

Għall-finijiet ta' din il-Parti B, il-limitu speċifiku aċċettat ta' kwantifikazzjoni ta' kongeneri individwali jfisser il-kontenut l-aktar baxx tal-analita li jista' jitkejjel b'ċertezza statistika raġonevoli, li jissodisfa l-kriterji ta' identifikazzjoni kif deskritti fl-istandards rikonnoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-annimali — Determinazzjoni tad-diossini u PCBs simili għad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCBs indikaturi permezz tal-GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

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

- (a) il-koncentrazzjoni ta' analita fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi reazzjoni strumentali f'żewġ joni differenti biex jiġu ssorveljati bi proporzjon S/N (sinjal/hoss) ta' 3:1 għal sinjal ta' dejta mhux ipprocessata inqas intensiva; jew

(b) jekk għal raġunijiet tekniċi l-kalkolu sinjal-ghal-hoss ma jipprovdiż riżultati affidabbli, il-punt ta' konċentrazzjoni l-aktar baxx fuq kurva ta' kalibrizzjoni li jagħti devjazzjoni aċċettabbli ($\leq 30\%$) u konsistenti (imkejla mill-inqas fil-bidu u fit-tmiem ta' serje ta' kampjuni analitiċi) mill-medja tal-fattur ta' reazzjoni relattiva kkalkulata għal kull punt fuq il-kurva ta' kalibrizzjoni f'kull serje ta' kampjuni. Il-limitu tal-kwantifikazzjoni (LOQ) huwa kkalkulat mill-punt ta' konċentrazzjoni l-aktar baxx b'kunsiderazzjoni tal-irkupru tal-istandards interni u l-kampjun ta' konsum.

Metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi mhumiex se jagħtu riżultati flivell ta' kongeneru imma biss indikazzjoni ⁽¹⁾ tal-livell TEQ, espress f'BEQ sabiex ikun magħruf il-fatt li f'estratt ta' kampjuni, mhux il-komposti kollha preżenti li jipproduċu rispons f'test jistgħu jissodisfaw ir-rekwiżiti kollha tal-prinċipju TEQ.

Il-metodi ta' skrinjar u konfermatorji jistgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerti matrici jekk il-metodi huma sensittivi biżżejjed biex jinstabu livelli b'mod li wiehed jista' joqghod fuqhom fil-limitu ta' azzjoni jew il-livell massimu.

3. Rekwiżiti għall-assigurazzjoni tal-kwalità

- 3.1. Għandhom jittiehdu miżuri sabiex tkun evitata l-kontaminazzjoni trasversali f'kull stadju tal-proċedura tat-tehid ta' kampjuni u tal-analizi.
- 3.2. Il-kampjuni għandhom jinħażnu u jiġu ttrasportati f'kontenituri tal-ħġieġ, aluminju, polipropilen jew polietilen adattati għall-ħżin mingħajr ebda influwenza fuq il-livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini fil-kampjuni. Traċċi ta' trab tal-karti għandhom jitnehhew mill-kontenitur tal-kampjun.
- 3.3. Il-ħażna u t-trasport tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li jzomm l-integrità tal-kampjun tal-għalf.
- 3.4. Sa fejn huwa rilevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun mithun fin u mħallat sew permezz ta' proċess li jkun intwera li jista' jikseb omogenizzazzjoni kompluta (perezempju thin li jgħaddi minn arbiel ta' 1 mm). Il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel ma jiġu mithuna jekk il-kontenut umdu jkun għoli wisq.
- 3.5. Għandu jsir kontroll tar-reagenti, tal-oġġetti tal-ħġieġ u tat-tagħmir għall-possibbiltà ta' influwenza tar-riżultati bbażati fuq it-TEQ jew il-BEQ.
- 3.6. Għandha ssir analizi inbjank billi titwettaq il-proċedura analitika kollha filwaqt li jithalla barra l-kampjun biss.
- 3.7. Għall-metodi bijoanalitiċi, l-oġġetti kollha tal-ħġieġ u s-solventi użati fl-analizi għandhom ikunu ttestjati biex ikunu hielsa minn komposti li jistgħu jfixklu d-detezzjoni tal-komposti fil-mira fil-medda ta' hidma. L-oġġetti tal-ħġieġ għandhom jitlehhalhu b'solventi jew jissahnju f'temperaturi adattati biex inehhu kull traċċa ta' PCDD/Fs, komposti simili għad-diossini u komposti li jinterferixxu, mill-wiċċ tagħhom.
- 3.8. Il-kwantità ta' kampjuni użata għall-estrazzjoni għandha tkun biżżejjed biex tissodisfa r-rekwiżiti b'kunsiderazzjoni ta' medda ta' hidma baxxa biżżejjed inkluż il-konċentrazzjonijiet tal-livelli massimi jew il-livell ta' azzjoni.
- 3.9. Il-proċeduri speċifiċi ta' preparazzjoni tal-kampjun użati għall-prodotti meqjusa għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati internazzjonalment.

4. Rekwiżiti għal-laboratorji

- 4.1. 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 ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025. Il-prinċipji mfissra fil-Linji Gwida Tekniċi għall-istima tal-incertezza tal-kejl u l-limiti ta' kwantifikazzjoni għall-analizi tal-PCDD/F u l-PCB għandhom jiġu segwiti fejn japplika ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Il-metodi bijoanalitiċi mhumiex speċifiċi għal dawk il-kongeneri inklużi fl-iskema TEF. Komposti oħra attivi fl-AhR marbuta strutturalment jistgħu jkunu preżenti fl-estratt ta' kampjun li jikkontribwixxi għal rispons ġenerali. Għaldaqstant, ir-riżultati bijoanalitiċi ma jistgħux ikunu stima iżda pjuttost indikazzjoni tal-livell TEQ fil-kampjun.

⁽²⁾ "Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry" (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en), "Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food" (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en).

- 4.2. Il-proficjenza tal-laboratorju għandha tiġi ppruvata permezz tal-partecipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini fil-matrici tal-ghalf rilevanti u fil-medda ta' koncentrazzjoni.
- 4.3. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontroll ta' rutina għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodi ta' konferma, kemm għall-kontroll ta' kwalità kif ukoll għall-konferma tar-riżultat analitiku ta' kampjuni suspettużi.
5. **Rekwiziti bażiċi li għandhom jiġu ssodisfati mill-proċedura analitika għad-diossini (PCDD/Fs) u PCBs simili għad-diossini.**
- 5.1. *Medda ta' hidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni*
- Għal PCDD/Fs, il-kwantitajiet li jistgħu jinstabu għandhom ikunu fil-medda femtogramm superjuri (10^{-15} g) minhabba t-tossiċità estrema ta' xi wħud 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. Għall-kejl tal-kongeneri ta' PCBs simili għad-diossini li huma aktar tossiċi (b'mod partikolari kongeneri sostituti mhux orto) il-livell inferjuri tal-medda ta' hidma għandu jilhaq il-livelli pikogramm (10^{-12} g). Għall-kumpliment tal-kongeneri ta' PCB il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm (10^{-9} g) huwa suffiċjenti.
- 5.2. *Selettività għolja (specifiċità)*
- 5.2.1. Hija meħtieġa distinzjoni bejn il-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini, u hafna komposti oħra li huma koestratti u li possibbilment komposti li jinterferixxu, preżenti f'koncentrazzjonijiet sa diversi ordnijiet ta' magnitudni oġġla minn dawk tal-analiti ta' interess. Għall-metodi ta' GC-MS, hija meħtieġa differenza fost il-kongeneri varji, bħal pereżempju bejn it-tossiċità (pereżempju, is-sbatax-il sostitut 2, 3, 7, 8 PCDD/Fs u 12-il PCBs simili għad-diossini) u kongeneri oħrajn.
- 5.2.2. Il-metodi bijoanalitiċi għandhom jindividwaw il-komposti fil-mira bħalma hi s-somma ta' PCDD/Fs u/jew PCBs simili għad-diossini. It-tindif tal-kampjun għandu jimmira li jneħhi l-komposti li jikkawżaw riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza jew il-komposti li jistgħu jnaqqsu r-rispons u jikkawżaw riżultati ta' konformità falza.
- 5.3. *Preciżjoni kbira (eżattezza u preciżjoni, irkupru apparenti tal-bijoassagġ)*
- 5.3.1. Għall-metodi GC-MS, id-determinazzjoni għandha tipprovdi stima valida tal-koncentrazzjoni effettiva f'kampjun. Eżattezza għolja hija meħtieġa biex tkun evitata ċ-ċaħda ta' riżultat ta' analiżi ta' kampjun abbażi ta' affidabbiltà baxxa tal-livell TEQ determinat. L-eżattezza hija espressa bhala l-eżattezza (id-differenza bejn il-valur medju mkejjel għall-analiti f'materjal iċċertifikat u l-valur iċċertifikat tiegħu, li huwa espress bhala perċentwal ta' dan il-valur) u l-preciziżjoni (RSD_R id-devjazzjoni standard relattiva kkalkolata mir-riżultati ġġenerati f'kondizzjonijiet ta' riproduċibilità).
- 5.3.2. Għall-metodi bijoanalitiċi, għandu jiġi ddeterminat l-irkupru apparenti tal-bijoassagġ. L-irkupru apparenti tal-bijoassagġ ifisser il-livell BEQ ikkalkulat mill-kurva tal-kalibrazzjoni tat-TCDD jew il-PCB 126 korretta għall-inbjank u mbagħad diviża bil-livell TEQ determinat mill-metodu ta' konferma. Dan għandu l-ghan li jikkoreġi fatturi bħat-telf ta' PCDD/Fs u komposti simili għad-diossini waqt l-estrazzjoni u l-istadji tat-tindif, komposti koestratti li jżidu jew inaqqsu r-rispons (effetti agonistiċi u antagonistiċi), il-kwalità tal-aġġustament tal-kurva, jew id-differenzi bejn il-valuri TEF u l-valuri tal-Potenza Relattiva (REP). L-irkupru apparenti tal-bijoassagġ huwa kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell ta' interess.
- 5.4. *Il-validazzjoni fil-medda tal-livell massimu u l-miżuri generali tal-kontroll tal-kwalità*
- 5.4.1. Il-laboratorji għandhom juru t-tweqqif ta' metodu fil-medda tal-livell massimu, pereżempju 0,5x, 1x u 2x il-livell massimu b'koeffiċjent aċċettabbli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta, waqt il-proċedura ta' validazzjoni u waqt l-analiżi ta' rutina.

5.4.2. Għandhom jitwettqu regolarment kontrolli inbjank u esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll (preferibbilment, jekk ikun possibbli, materjal ta' referenza ċertifikat) bhala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità. Għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati iċ-ċarts tal-kontroll tal-kwalità tal-kontrolli inbjank, tal-esperimenti ta' tahlit jew tal-analiżi tal-kontroll tal-kampjuni biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti.

5.5. *Limitu ta' kwantifikazzjoni*

5.5.1. Għal metodu ta' skrinjar bijoanalitiku, l-istabbiliment tal-limitu ta' kwantifikazzjoni (LOQ) mhux rekwiżit indispensabbli imma l-metodu għandu jipprova li jista' jagħmel differenza bejn il-valur inbjank u l-valur ta' limitu. Meta jingħata l-livell BEQ, għandu jiġi stabbilit livell ta' rappurtar biex ikollu x'jaqsam ma' kampjuni li juru rispons taht dan il-livell. Il-livell ta' rappurtar għandu jintwera li hu differenti mill-kampjuni inbjank tal-proċedura mill-inqas b'fattur ta' tlieta, b'rispons taht il-medda ta' hidma. Għalhekk għandu jiġi kkalkulat mill-kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu mehtieg, u mhux minn proporzjon S/N jew minn assaġġ inbjank.

5.5.2. Il-LOQ għall-metodu ta' konferma għandu jkun ta' madwar wiehed minn hamsa tal-livell massimu.

5.6. *Kriterji analitici*

Għal riżultati ta' min joqghod fuqhom mill-metodi ta' konferma jew tal-iskrinjar, għandhom jintlahqu l-kriterji li ġejjin fil-medda tal-livell massimu għall-valur tat-TEQ jew il-BEQ, rispettivament, kemm jekk determinati bhala total tat-TEQ jew total ta' BEQ (bhala s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini) kemm jekk separatament għall-PCDD/Fs u għall-PCBs simili għad-diossini:

	Skrinjar permezz ta' metodi bijoanalitici jew fizikokimici	Metodi ta' konferma
Rata ta' konformità falza (*)	< 5 %	
Eżattezza		- 20 % to + 20 %
Ripetibbiltà (RSD _r)	< 20 %	
Preciżjoni intermedjarja (RSD _R)	< 25 %	< 15 %

(*) fir-rigward tal-livelli massimi.

5.7. *Rekwiżiti speċifiċi għal metodi ta' skrinjar*

5.7.1. Għall-iskrinjar jistgħu jintużaw kemm il-metodi GC-MS kif ukoll dawk bijoanalitici. Għall-metodi GC-MS għandhom jintlahqu r-rekwiżiti stipulati fil-punt 6. Għall-metodi bijoanalitici msejsa fuq iċ-ċelloli hemm stipulati rekwiżiti speċifiċi fil-punt 7.

5.7.2. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontroll ta' rutina ta' kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodu ta' konferma.

5.7.3. Ir-rendiment tal-metodu ta' skrinjar 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.

- 5.7.4. Iċċekkar għall-possibilità ta' suppressjoni tar-rispons taċ-ċellola u taċ-ċitossità.

20 % tal-estratti tal-kampjun għandhom jitkejlu fi skrinjar ta' rutina biż-żieda ta' 2, 3, 7, 8-TCDD jew mingħajrha, b'konformità mal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni, biex jiġi ċċekkjat jekk ir-rispons huwiex imhassar minn sustanzi li jinterferixxu, li jinsabu fl-estratt tal-kampjun. Il-koncentrazzjoni mkejla tal-kampjun miżjud għandha titqabbel mas-somma tal-koncentrazzjoni tal-estratt mhux miżjud u tingħadd mal-koncentrazzjoni taż-żieda. Jekk din il-koncentrazzjoni mkejla tkun aktar minn 25 % anqas mill-koncentrazzjoni kkalkulata (is-somma), dan ikun indikazzjoni ta' potenzjalità ta' suppressjoni tas-sinjali u l-kampjun rispettiv għandu jintbghat għand il-GC-HRMS għal analiżi konfermatorja. Ir-risultati għandhom jiġu mmonitorjati f'tabelli ta' kontroll tal-kwalità.

- 5.7.5. Kontroll ta' 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.

- 5.7.6. Id-determinazzjoni ta' rati ta' konformità falza mid-dejta tal-kontroll ta' kwalità:

Għandha tiġi determinata r-rata ta' risultati ta' konformità falza mill-iskrinjar tal-kampjuni anqas jew aktar mill-limitu massimu jew il-livell ta' azzjoni. Ir-rati attwali ta' konformità falza għandhom ikunu inqas minn 5 %. Meta jkun hemm disponibbli minimu ta' 20 risultat konfermat għal kull matriċi jew grupp ta' matriċi mill-kontroll tal-kwalità ta' kampjuni konformi, għandhom isiru konklużjonijiet minn din il-bażi ta' dejta dwar ir-rata ta' konformità falza. Ir-risultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji jew waqt każijiet ta' kontaminazzjoni, li jkopru medda ta' koncentrazzjoni sa pereżempju ta' 2x il-livell massimu (ML), jistgħu jiġu inklużi wkoll fil-minimu ta' 20 risultat għall-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profilu ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrapprezentaw diversi sorsi.

Għalkemm l-iskrinjar tal-assaġġ għandu preferenzjalment ikollu l-iskop li jsib il-kampjuni li jaqbu l-limitu ta' azzjoni, il-kriterju biex jiddetermina r-rati ta' konformità falza huwa l-livell massimu, b'kunsiderazzjoni tal-incertezza estiża tal-kejl tal-metodu ta' konferma.

- 5.7.7. Kampjuni mill-iskrinjar potenzjalment mhux konformi għandhom dejjem jiġu vverifikati permezz ta' rianaliżi shiha tal-kampjun oriġinali b'metodu ta' analiżi konfermatorju. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tiġi evalwata r-rata ta' risultati ta' nuqqas ta' konformità falza. Għal metodi ta' skrinjar, ir-rata ta' risultati ta' nuqqas ta' konformità falza għandha tkun il-frazzjoni ta' risultati kkonfermati li huma konformi skont l-analiżi konfermatorja, waqt li fi skrinjar li sar qabel il-kampjun ikun gie ddikjarat bhala potenzjalment mhux konformi. L-evalwazzjoni tal-vantaġġi tal-metodu ta' skrinjar għandha tkun ibbażata fuq it-tqabbil tal-kampjuni b'nuqqas ta' konformità falza man-numru totali ta' kampjuni ċċekkjati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed sabiex l-użu ta' għodda ta' skrinjar jibqa' wiehed vantaġġjuż.

- 5.7.8. Il-metodi bjoanalitiċi għandhom jipprovdu, f'kundizzjonijiet ta' validazzjoni, indikazzjoni valida tal-livell TEQ, ikkalkolat u espress bhala BEQ.

Għall-metodi bjoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ripetuti wkoll, l-RSD_r bejn laboratorju u iehor tkun tipikament iżgħar milli f'kundizzjonijiet ta' riproducibbiltà (RSD_R).

6. **Rekwiżiti speċifiċi għal metodi GC-MS li għandhom jiġu ssodisfati għal raġunijiet ta' konferma jew ta' skrinjar**

- 6.1. *Differenzi aċċettabbli bejn ir-risultati superjuri u inferjuri tad-WHO-TEQ*

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

6.2. *Kontroll tal-irkupri*

6.2.1. Ghandha titwettaq zieda ta' standards interni għal PCDD/PCDF 2, 3, 7, 8-sostituti bil-kloru ttikkettjati ¹³C u ta' standards interni għall-PCBs simili għad-diossini ttikkettjati ¹³C, fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun ivalidata l-proċedura analitika. Tal-inqas kongeneru wiehed għal kull wiehed mill-gruppi omologi għall-PCBs simili għad-diossini għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, tal-inqas kongeneru wiehed għal kull funzjoni ta' reġistrazzjoni ta' jon magħżula għal kull spettrometrija ta' massa użata għall-monitoraġġ ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini). Fil-każ ta' metodi ta' konferma, għandhom jintużaw is-17-il standard intern għal PCDD/PCDF 2, 3, 7, 8-sostituti ttikkettjati ¹³C kollha u t-12-il standard intern għall-PCBs simili għad-diossini ttikkettjati ¹³C kollha.

6.2.2. Għandhom jiġu determinati wkoll fatturi ta' rispons relattivi għal dawk il-kongeneri li għalihom mhu miżjud l-ebda analoġu ttikkettjat b'¹³C, bl-użu ta' soluzzjonijiet ta' kalibrizzjoni xierqa.

6.2.3. Għal għalf ta' oriġini mill-pjanti u għal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih anqas minn 10 % ta' xaham, iż-zieda ta' standards interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Għal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih aktar minn 10 % ta' xaham, l-istandards interni jistgħu jiġu magħduda qabel jew wara l-estrazzjoni tax-xaham. Għandha titwettaq validazzjoni xierqa tal-effiċjenza tal-estrazzjoni, skont l-istadju ta' fih huma introdotti l-istandards interni.

6.2.4. Qabel l-analiżi GC-MS, għandhom ikunu miżjuda standard wiehed jew tnejn tal-irkupru (surrogat).

6.2.5. Il-kontroll tal-irkupru huwa neċessarju. Għal metodi ta' konferma, l-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu fil-medda ta' minn 60 sa 120 %. L-irkupri oghla jew aktar baxxi mill-kongeneri individwali, b'mod partikolari għal xi dibenzo-p-diossini ettaklorinati u ottaklorinati u xi dibenzofurani, għandhom ikunu aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur totali tat-TEQ (ibbażat fuq is-somma tal-PCDD/F u tal-PCBs simili għad-diossini). Għal metodi ta' skrinjar GC-MS, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' minn 30 sa 140 %.

6.3. *Tnehhija ta' sustanzi li jinterferixxu*

— Is-separazzjoni ta' PCDD/Fs minn komposti klorinati li jinterferixxu bħal PCBs 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 kromatografika b'fażi gassuża tal-isomeri għandha tkun < 25 % minn quċcata sa quċcata bejn 1,2,3,4,7,8-HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

6.4. *Kalibrizzjoni b'kurva standard*

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

6.5. *Kriterji speċifiċi għal metodi ta' konferma*

— Fil-każ ta' GC-HRMS:

F'każ ta' HRMS, ir-risoluzzjoni tipikament tkun akbar minn jew ugwali għal 10 000 għall-iskala shiha tal-piż f'deklinazzjoni ta' 10 %.

L-issodisfar ta' aktar kriterji ta' identifikazzjoni u konferma kif deskritti fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-annimali — Determinazzjoni ta' diossini u PCBs simili għad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCBs indikaturi permezz ta' GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

— Fil-każ tal-GC-MS/MS:

Monitoraġġ ta' mill-inqas 2 joni prekursori speċifiċi, kull wiehed b'jone ta' prodott ta' tranżizzjoni korrespondenti speċifika waħda għal kull analita tikkettjata u mhix ittikkettjata fl-ambitu tal-analizi.

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

Ir-riżoluzzjoni għal kull kwadrupolu tiġi stabbilita indaqs jew aħjar mir-riżoluzzjoni tal-massa tal-unità (riżoluzzjoni tal-massa tal-unità: riżoluzzjoni suffiċjenti biex tifred żewġ quċcati ta' massa waħda minn xulxin) sabiex jixxejnu kemm jista' jkun l-interferenzi possibbli fuq l-analiti ta' interess.

L-issodisfar ta' aktar kriterji kif deskritt fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-animali — Determinazzjoni ta' diossini u PCBs simili għad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCBs indikaturi permezz ta' GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti, għajr l-obbligu li jintuża l-GC-HRMS.

7. Rekwiżiti speċifiċi għall-metodi bijoanalitiċi

Il-metodi bijoanalitiċi huma metodi msejsa fuq l-użu ta' principji bijoloġiċi bħal assaġġi bbażati fuq iċ-ċelloli, assaġġi bbażati fuq ir-riċevituri jew immunoassaġġi. Il-punt 7 preżenti jstabbilixxi rekwiżiti għall-metodi bijoanalitiċi b'mod generali.

Il-metodu ta' skrinjar bhala principju jikklassifika kampjun bhala konformi jew suspettat li ma jikkonformax. Għal dan il-għan, il-livell BEQ ikkalkolat jitqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 7.3). Kampjuni taht il-valur ta' limitu huma ddikjarati konformi, kampjuni daqs jew 'il fuq mill-valur ta' limitu huma suspettati li mhumiex konformi, u għalhekk jehtieġu analizi permezz tal-metodu ta' konferma. Fil-prattika, il-livell BEQ li jikkorrispondi għal żewġ terzi tal-livell massimu jista' jservi bhala valur ta' limitu sakemm jiżgura rata ta' konformità falza taht il-5 % u rata aċċettabbli għal riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. B'livelli massimi separati għal PCDD/Fs u għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini, l-iċċekkjar tal-konformità tal-kampjuni mingħajr frazzjonament jirrikjedi valuri ta' limitu ta' bjoassaġġi adattati għall-PCDD/Fs. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqbzu l-livelli ta' azzjoni, bhala valur ta' limitu għandu jkun adattat perċentwal xieraq tal-limitu ta' azzjoni rispettiv.

Jekk livell indikattiv jiġi espress f'BEQs, ir-riżultati tal-kampjun għandhom ikunu fil-medda ta' hidma u jaqbzu l-limitu tar-rapportar (ara l-punti 7.1.1 u 7.1.6).

7.1. Evalwazzjoni tar-rispons għat-test

7.1.1. Rekwiżiti generali

— Meta jiġu kkalkolati l-koncentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrizzjoni TCDD, il-valuri fil-limitu superjuri tal-kurva juru varjazzjoni kbira (koeffiċjent għoli ta' varjazzjoni (CV)). Il-medda ta' hidma hija l-erja fejn dan is-CV jkun iżgħar minn 15 %. Il-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma (il-limitu ta' rappurtar) għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta 'l fuq mill-proċedura inbjank. Il-limitu superjuri tal-medda ta' hidma normalment huwa rrapprezentat bil-valur EC_{70} (70 % tal-koncentrazzjoni 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 (ara l-punt 7.3) għandhom ikunu sew fil-medda ta' hidma.

— Is-soluzzjonijiet standard u l-estratti tal-kampjun għandhom jiġu ttestjati b'mod triplikat jew 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 $CV < 15\%$.

7.1.2. Il-kalibrazzjoni

7.1.2.1. Kalibrazzjoni b'kurva standard

- Il-livelli fil-kampjuni għandhom jiġu kkalkulati permezz tat-tqabbil tar-rispons għat-test mal-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD (jew PCB 126 jew tahlita standard ta' PCDD/PCDF/PCBs simili għad-diossini) biex jiġi kkalkulat il-livell BEQ fl-estratt u sussegwentament fil-kampjun.
- Il-kurva ta' kalibrazzjoni għandhom jinkludu minn 8 sa 12-il konċentrazzjoni (għall-inqas f'duplikati), b'konċentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti t'isfel tal-kurva (il-medda ta' hidma). Għandha tingħata attenzjoni speċjali għall-kwalità tal-aġġustament tal-kurva fil-medda ta' hidma. Bhala tali, il-valur R^2 għandu f'it jew l-ebda valur fl-istima tal-adegwatezza tal-aġġustament fir-rigressjoni nonlineari. Jista' jinkiseb aġġustament ahjar billi d-differenza bejn il-livelli kkalkulati u osservati fil-medda ta' hidma tal-kurva tiġi minimizzata, pereżempju billi s-somma ta' residwi kwadrata tiġi minimizzata.
- Il-livell stmat fl-estratt tal-kampjun għandu sussegwentament jiġi kkoreġut għal-livell BEQ ikkalkulat għal kampjun inbank ta' matrici/solvent (biex jagħti rendikont tal-impurità minn solventi u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkulat mil-livell BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni). Biex issir korrezzjoni ta' rkupru, l-irkupru apparenti għandu jkun fil-medda mehtieġa (ara l-punt 7.1.4). Kampjuni ta' referenza użati għall-korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu konformi mar-rekwiżiti stipulati fil-punt 7.2.

7.1.2.2. Kalibrazzjoni bil-kampjuni ta' referenza

Alternattivament, kurva ta' kalibrazzjoni ppreparata minn tal-anqas erba' kampjuni ta' referenza (ara l-punt 7.2.4): matrici wahda vojta, flimkien ma' tliet kampjuni ta' referenza f'0,5x, 1x u 2x il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni jistgħu jintużaw, bl-eliminazzjoni tal-htieġa li ssir korrezzjoni għall-vojt u l-irkupru jekk il-karatteristiċi tal-matrici fil-kampjuni ta' referenza jaqblu ma' daww tal-kampjuni mhux magħrufa. F'dan il-każ, ir-rispons tat-test li jikkorrispondi ma' żewġ terzi tal-livell massimu (ara l-punt 7.3) jista' jiġi kkalkulat direttament minn dawn il-kampjuni u użat bhala valur ta' limitu. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqblu l-livelli ta' azzjoni, bhala valur ta' limitu għandu jkun adattat perċentwal xieraq ta' dawn il-limiti ta' azzjoni.

7.1.3. Id-determinazzjoni separata ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini

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

7.1.4. Irkupri apparenti tal-bijoassaġġi

L-“irkupru apparenti tal-bijoassaġġi” għandu jiġi kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni u espressi bhala perċentwal tal-livell BEQ imqabbel mal-livell TEQ. Id-differenzi bejn il-fatturi tat-TEF u tar-REP għal PCBs simili għad-diossini jistgħu johlqu rkupri apparenti baxxi għal PCBs simili għad-diossini meta mqabbla ma' PCDD/Fs, skont it-tip ta' assaġġ u TEFs⁽¹⁾ użati. Għaldaqstant, jekk titwettaq determinazzjoni separata tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għandhom ikunu: fil-każ ta' PCBs simili għad-diossini 20 % sa 60 %, għal PCDD/Fs 50 % sa 130 % (il-meded japplikaw għall-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD). Peress li l-kontribuzzjoni ta' PCBs simili għad-diossini għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini tista' tvarja bejn il-matrici u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għas-somma tal-PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini jirriflettu dawn il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % u 130 %. Kull implikazzjoni ta' revizzjoni sostanzjali ta' valuri TEF għal-leġiżlazzjoni tal-Unjoni għall-PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini tehtieġ ir-reviżjoni ta' dawn il-meded.

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

7.1.5. Kontroll tal-irkupri ghat-tindif

It-telf ta' komposti waqt it-tindif għandu jiġi ċċekkjat matul il-validazzjoni. Il-kampjun inbjank miżjud b'tahlita ta' kongeneri differenti għandu jiġi ppreżentat ghat-tindif (mill-inqas $n = 3$) u l-irkupru u l-varjabbiltà għandhom jiġu ċċekkjati permezz ta' metodu ta' konferma. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għal kongeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell TEQ f'diversi tahlitiet.

7.1.6. 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' kalibrazzjoni tal-istandards minhabba l-preċiżjoni baxxa fil-medda inferjuri tal-kurva. L-effetti tal-estrazzjoni u tat-tindif għandhom jiġu kkunsidrati. Il-limitu ta' rappurtar għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta l fuq mill-proċedura inbjank.

7.2. Użu ta' kampjuni ta' referenza

7.2.1. Il-kampjuni ta' referenza għandhom jirrapprezentaw matrici ta' kampjun, profili ta' kongeneri u meded ta' koncentrazzjoni għal PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini madwar il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.

7.2.2. Kull serje ta' testijiet għandha tinkludi matrici inbjank, u fejn dan mhux possibbli, proċedura inbjank, u kampjun ta' referenza fil-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni. Dawn il-kampjuni għandhom jiġu estratti u ttestjati fl-istess hin taht kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri rispons elevat ċar imqabbel mal-kampjun inbjank, biex b'hekk ikun żgurat li t-test ikun adattat. Dawk il-kampjuni jistgħu jintużaw għall-korrezzjonijiet tal-inbjank u tal-irkupru.

7.2.3. Il-kampjuni ta' referenza magħżulin biex issir korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu rappreżentattivi għat-test tal-kampjuni, li jfisser li l-profilu tal-kongeneri ma jistgħux iwasslu għal sottovalutazzjoni tal-livelli.

7.2.4. Il-kampjuni żejda ta' referenza, eż. b'0,5x u 2x il-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni għandhom jiġu inkluzi sabiex juru r-rendiment korrett tat-test fil-medda ta' interess għall-kontroll tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni. Meta mpogġija flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex ikunu kkalkulati l-livelli BEQ fil-kampjuni għat-test (ara l-punt 7.1.2.2).

7.3. Determinazzjoni tal-valuri ta' limitu

Ir-relazzjoni bejn ir-riżultati bjoanalitiċi f'BEQ u r-riżultati mill-metodu ta' konferma fit-TEQ għandha tiġi stabbilita, pereżempju permezz ta' esperimenti ta' kalibrazzjoni adattata għall-matrici, li jinvolvu kampjuni ta' referenza miżjuda b'0, 0,5x, 1x u 2x il-LM (livell massimu), b'6 ripetizzjonijiet fuq kull livell ($n = 24$). Jistgħu jiġu stmati fatturi ta' korrezzjoni (inbjank u rkupru) minn din ir-relazzjoni imma dawn għandhom jiġu ċċekkjati skont il-punt 7.2.2.

Għandhom jiġu stabbiliti valuri ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar konformità ta' kampjuni ma' livelli massimi jew għall-kontroll ta' limiti ta' azzjoni, jekk rilevanti, mal-livelli massimi jew il-livell ta' azzjoni rispettiv iffissat jew għall-PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini wahidhom jew inkella għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini. Dawn huma rrappreżentati mill-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bjoanalitiċi (ikkoreġuti għall-inbjank u għall-irkupru) u jikkorrispondu mal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma msejjes fuq livell ta' fiduċja ta' 95 %, li jimplika rata ta' konformità falza ta' < 5 %, u fuq $RSD_R < 25$ %. Il-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma huwa l-livell massimu, meta titqies l-inċertezza estiża tal-kejl.

Il-valur ta' limitu (f'BEQ) jista' jiġi kkalkulat skont wiehed mill-approċċi stipulati fil-punti 7.3.1, 7.3.2 u 7.3.3 (ara l-Figura 1).

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

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

fejn:

BEQ_{DL}	BEQ jikkorrespondi mal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma, billi huwa l-livell massimu, meta titqies l-inċertezza estiża tal-kejl.
$s_{y,x}$	devjazzjoni standard residwa
$t_{\alpha, f=m-2}$	fattur student ($\alpha = 5\%$, $f =$ gradi ta' libertà, b'naħa wahda)
m	numru totali ta' punti ta' kalibrizzjoni (indici j)
n	numru ta' ripetizzjonijiet f'kull livell
x_i	konċentrazzjoni fil-kampjun (f'TEQ) tal-punt ta' kalibrizzjoni i stabbilit minn metodu ta' konferma
\bar{x}	medja tal-konċentrazzjonijiet (f'TEQ) tal-kampjuni kollha ta' kalibrizzjoni

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

7.3.2. Il-kalkolu mir-riżultati bjoanalitiċi (kkoreġuti għall-irkupru u inbjank) ta' analiżi multipla tal-kampjuni ($n \geq 6$) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma, 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:

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

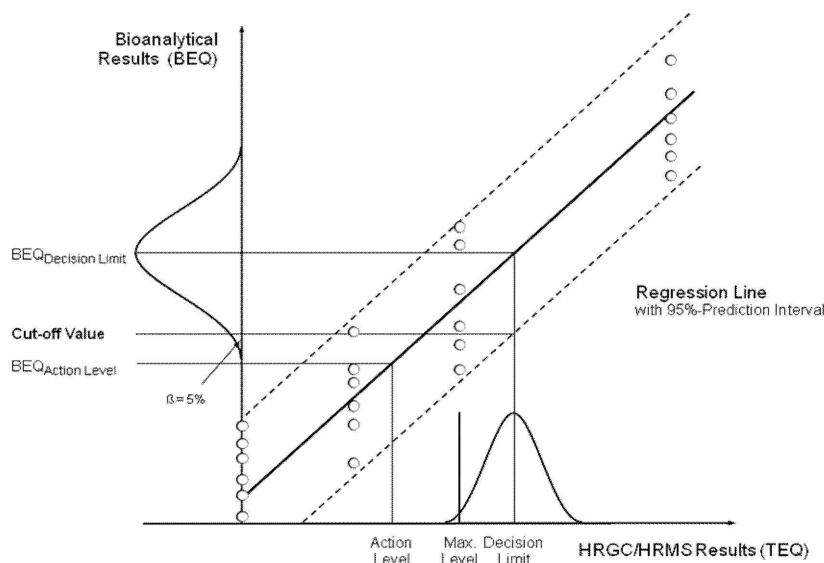
7.3.3. Il-kalkolu bhala valur medju tar-riżultati bjoanalitiċi (f'BEQ, ikkoreġuti għall-inbjank u l-irkupru) minn analiżi multipla tal-kampjuni ($n \geq 6$) ikkontaminati f'zewġ terzi tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni, imsejjes fuq l-osservazzjoni li dan il-livell se jkun madwar il-valur ta' limitu ddeterminat skont il-punt 7.3.1 jew il-punt 7.3.2:

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

(1) Mill-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma,

(2) mill-analiżi multipli tal-kampjuni ($n \geq 6$) kontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu ta' konferma bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta (rappreżentat fil-figura bhala kurva forma ta' qanpiena) fil-valur medju BEQ korrispondenti.

Tabella 1



7.3.4. 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 oghla mil-livelli massimi jew mil-livelli ta' azzjoni msejsa fuq it-TEQ minhabba preċiżjoni ahjar minn dik miksuba f'analizi ta' rutina fejn irid jiġi kkontrollat spettru mhux magħruf ta' profili ta' kongeneri potenzjali. F'dawn il-każijiet, il-valuri ta' limitu għandhom jiġu kkalkolati b' $RSD_R = 25\%$, jew preferibbilment, b'żewġ terzi tal-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni.

7.4. Karatteristiċi tar-rendiment

- 7.4.1. Billi ma jista' jintuza l-ebda standard intern fil-metodi bijoanalitiċi, għandhom isiru testijiet fuq ir-ripetibilità tal-metodi bijoanalitiċi sabiex tinkiseb informazzjoni dwar id-devjazzjoni standard f'serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-ripetibilità għandha tkun inqas minn 20 % u r-riproducibilità intralaboratorju għandha tkun inqas minn 25 %. Dan għandu jkun imsejjes fuq il-livelli kkalkolati f'BEQ wara l-korrezzjoni tal-inbjank u l-irkupru.
- 7.4.2. Bhala parti mill-proċess ta' validazzjoni, it-test għandu juri distinzjoni bejn kampjun inbjank u livell fil-valur ta' limitu, kif ukoll jippermetti l-identifikazzjoni ta' kampjuni oghla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 7.1.2).
- 7.4.3. Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli inbjank.
- 7.4.4. Il-percentwal 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 %.
- 7.4.5. Ir-risultati mhux ikkoreġuti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQ (l-inbjank u l-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni) għandhom jintużaw għall-evalwazzjoni tar-rendiment tal-metodu bijoanalitiku tul perjodu ta' żmien kostanti.
- 7.4.6. Tabelli għall-kontroll ta' kwalità għal proċeduri inbjank u kull tip ta' kampjun ta' referenza għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti, b'mod partikolari għall-proċeduri inbjank fir-rigward tad-differenza minima mitluba meta mqabbla mal-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproducibilità fil-laboratorju. Il-proċeduri inbjank għandhom jiġu kkontrollati b'mod li meta jitnaqqsu jiġu evitati r-risultati b'konformità falza.

- 7.4.7. Ir-riżultati mill-analiżi tal-metodi ta' konferma ta' kampjuni suspettati u bejn 2 u 10 % tal-kampjuni konformi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matrici) għandhom jingabru u jintużaw biex issir evalwazzjoni tal-metodu ta' skrinjar 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 f'kampjuni ta' rutina għall-matrici vvalidati.
- 7.4.8. Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' partecipazzjoni fil-provi interlaboratorji. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji, li jkopru sa medda ta' koncentrazzjoni ta' eż. 2x il-livell massimu, 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-profilu ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrapprezentaw diversi sorsi.
- 7.4.9. Matul incidenti ta' kontaminazzjoni, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, filwaqt li jirriflettu l-matrici u l-profilu ta' kongeneri ta' dan l-incident uniku.

8. Rappurtar tar-riżultati

8.1. Metodi ta' konferma

- 8.1.1. Ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini u l-valuri tat-TEQ għandhom jiġu rrapportati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż il-massimu tal-informazzjoni fir-rappurtar tar-riżultati u tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.
- 8.1.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini.
- 8.1.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra l-medda msemmija fil-punt 6.2.5, f'każ li jinqabeż il-livell massimu (f'każ hekk, l-irkupri għal wahda miż-żewġ analizzjiet duplikati) u fuq talba f'każijiet oħra.
- 8.1.4. Peress li l-inċertezza estiża tal-kejl titqies fil-mument tad-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun, dan il-parametru għandu jkun disponibbli. 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 ta' PCDD/Fs u ta' PCBs simili għad-diossini, għas-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini għandha tintuża s-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/Fs u tal-PCBs simili għad-diossini.
- 8.1.5. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikattivi bhala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.

8.2. Metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi

- 8.2.1. Ir-riżultat tal-iskrinjar għandu jkun espress bhala "konformi" jew "suspettat li mhux konformi" ("suspettat").
- 8.2.2. Barra minn hekk, jista' jingħata riżultat indikattiv ta' PCDD/Fs u/jew PCBs simili għad-diossini espress f'BEQ, u mhux f'TEQ.
- 8.2.3. Kampjuni b'rispons taht il-limitu ta' rappurtar għandhom ikunu espressi bhala "taht il-limitu ta' rappurtar". Kampjuni b'rispons oghla mill-medda ta' hidma għandhom jiġu rrapportati bhala li "jaqbzu l-medda ta' hidma" u l-livell li jikkorrespondi mal-limitu superjuri tal-medda ta' hidma għandu jingħata f'BEQ.
- 8.2.4. Għal kull tip ta' matrici ta' kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni li fuqu tkun imsejsal-evalwazzjoni.
- 8.2.5. Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' test applikat, il-prinċipju bażiku tat-test u t-tip ta' kalibrazzjoni.

- 8.2.6. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini.
- 8.2.7. F'każ ta' kampjuni suspettati li ma jkunux konformi, ir-rapport irid jinkludi nota dwar l-azzjoni li trid tittiehed. Huwa meħtieġ li l-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli elevati tkun iddeterminata/ikkonfermata permezz ta' metodu ta' konferma.
- 8.2.8. Ir-riżultati li ma jikkonformawx għandhom jiġu rrapportati biss minn analiżi konfermatorja.
- 8.3. *Metodi ta' skrinjar fiżikokimiċi*
- 8.3.1. Ir-riżultat tal-iskrinjar għandu jkun espress b'hal "konformi" jew "suspettat li mhux konformi" ("suspettat").
- 8.3.2. Għal kull tip ta' matrici ta' kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew il-livell ta' azzjoni li fuqu tkun imsejjes-ewalwazzjoni.
- 8.3.3. Barra minn hekk, jistgħu jingħataw il-livelli għal kongeneri ta' PCDD/Fs individwali u/jew PCBs simili għad-diossini u l-valuri TEQ irrapporati b'hal livell inferjuri, livell superjuri jew livell medju. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikattivi b'hal livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.
- 8.3.4. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra l-medda msemmija fil-punt 6.2.5, f'każ li jinqabeż il-livell massimu (f'każ hekk, l-irkupri għal waħda miż-żewġ analiżijiet duplikati) u fuq talba f'każijiet oħra.
- 8.3.5. Ir-rapport għandu jsemmi l-metodu GC-MS applikat.
- 8.3.6. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/Fs u l-PCBs simili għad-diossini.
- 8.3.7. F'każ ta' kampjuni suspettati li ma jkunux konformi, ir-rapport irid jinkludi nota dwar l-azzjoni li trid tittiehed. Huwa meħtieġ li l-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCBs simili għad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli elevati tkun iddeterminata/ikkonfermata permezz ta' metodu ta' konferma.
- 8.3.8. In-nuqqas tal-konformità jista' jiġi deciz biss wara analiżi konfermatorja.

KAPITOLU III

Preparazzjoni tal-kampjun u r-rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCBs mhux simili għad-diossini fl-għalf

1. Kamp tal-applikazzjoni

Ir-rekwiżiti stipulati f'dan il-Kapitolu għandhom jiġu applikati meta l-għalf ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCBs mhux simili għad-diossini u fir-rigward ta' thejija ta' kampjuni u rekwiżiti analitiċi għal għanijiet regolatorji oħrajn, li jinkludu l-kontrolli mwettqa mill-operatur tan-negozju tal-għalf biex jiżgura l-konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 183/2005.

2. 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.

3. **Identifikazzjoni u konferma tal-analiti ta' interess**

- 3.1. Hin ta' zamma relattiv b'rabta mal-istandards interni jew standards ta' referenza (devjazzjoni aċċettabbli ta' +/- 0,25 %).
- 3.2. Is-separazzjoni permezz ta' kromatografija b'fazi gassuża tal-PCBs mhux simili għad-diossini minn sustanzi li jinterferixxu, speċjalment PCBs ta' koelwizzjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda tal-limiti legali u n-nonkonformità trid tiġi kkonfermata ⁽¹⁾.

3.3. Rekwiziti għal tekniki ta' GC-MS

Monitoraġġ ta' tal-anqas in-numru li ġej ta' joni molekolari jew joni karatteristiċi mill-ġabra molekolari:

- (a) żewġ joni speċifiċi fil-każ tal-HRMS;
- (b) tliet joni speċifiċi fil-każ tal-LRMS;
- (c) żewġ joni prekursori speċifiċi, li kull waħda minnhom ikollha jon prodott ta' tranżizzjoni korrespondenti speċifiku għal 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-jon fil-mira (il-jon immonitorjat l-aktar abbondanti) tal-jon jew joni kwalifikaturi: $\pm 15\%$

3.4. Rekwiziti għal tekniki tal-GC-ECD

Riżultati li jaqbu l-livell massimu għandhom jiġu kkonfermati ma' żewġ kolonni tal-GC ffazżijiet stazzjonarji ta' polarità differenti.

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

Ir-rendiment tal-metodu għandu jiġi vvalidat fil-medda tal-livell massimu (0,5 sa darbtejn il-livell massimu) b'koeffiċjent ta' varjazzjoni aċċettabbli għal analiżi ripetuta (ara r-rekwiziti għall-precizzjoni intermedjarja fil-punt 9).

5. **Limitu ta' kwantifikazzjoni**

Is-somma tal-LOQs ⁽²⁾ ta' PCBs mhux simili għad-diossini ma għandhiex tkun oghla minn terz tal-livell massimu ⁽³⁾.

6. **Kontroll tal-kwalità**

Kontrolli regolari inbjank, analiżi ta' kampjuni miżjuda, kampjuni ta' kontroll ta' kwalita, partecipazzjoni fi studji interlaboratorji dwar matrici rilevanti.

7. **Kontroll tal-irkupri**

- 7.1. Għandhom jintużaw standards interni adattati bi proprjetajiet fiżikokimiċi li jikkomparaw ma' analiti ta' interess.

⁽¹⁾ Il-kongeneri li spiss jinstabu li jikkoelutaw huma pereżempju PCB 28/31, PCB 52/69 u PCB 138/163/164. Fil-każ ta' GC-MS għandhom jiġu kkunsidrati wkoll interferenzi potenzjali ta' frammenti ta' kongeneri aktar klorinati.

⁽²⁾ Il-prinċipji mfissra fil-“Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food” (http://ec.europa.eu/food/safety/animal-feed_en) għandhom jiġu segwiti fejn japplika.

⁽³⁾ Hu rakkomandat ferm li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tal-livell inbjank tar-reagent għal-livell ta' kontaminant f'kampjun. Il-laboratorju huwa responsabbli għall-kontroll tal-varjazzjoni tal-livelli inbjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli inbjank huma mnaqqsa.

- 7.2. Iż-żieda ta' standards interni:
Adeżjoni ta' prodotti (qabel il-proċess ta' estrazzjoni u tindif).
- 7.3. Ir-rekwiżiti għall-metodi bl-użu tal-kongeneri tas-sitt PCBs mhux simili għad-diossini kollha ttikkettjati b'isotopu
- (a) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni;
- (b) l-irkupri ta' standards interni b'tikketta isotopu għandhom ikunu bejn 60 u 120 %;
- (c) irkupri anqas jew aktar għal kongeneri individwali b'kontribuzzjoni għas-somma ta' sitt PCBs mhux simili għad-diossini taht l-10 % huma aċċettabbli.
- 7.4. Ir-rekwiżiti għall-metodi fejn ma jintużawx is-sitt standards interni kollha ttikkettjati b'isotopu jew standards interni ohra:
- (a) l-irkupru ta' standard(s) intern(i) għandu jiġi kkontrollat għal kull kampjun;
- (b) l-irkupri ta' standard(s) intern(i) għandhom ikunu bejn 60 u 120 %;
- (c) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni.
- 7.5. L-irkupri tal-kongeneri mhux ittikkettjati għandhom jiġu ċċekkjati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'koncentrazzjonijiet fil-medda tal-livell massimu. L-irkupri ta' dawn il-kongeneri għandhom ikunu kkunsidrati aċċettabbli, jekk huma bejn is-60 u l-120 %.

8. 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 ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025. Barra minn hekk, il-prinċipji mfissra fil-Linji Gwida Tekniċi għall-istima tal-incertezza tal-kejl u l-limiti ta' kwantifikazzjoni għall-analiżi tal-PCBs għandhom jiġu segwiti fejn japplika ⁽¹⁾.

9. Karatteristiċi tar-rendiment: kriterji għas-somma ta' PCBs mhux simili għad-diossini fil-livell massimu

	Spettromija tal-massa tad-dilwizzjoni ta' isotopi ⁽¹⁾	Tekniki oħrajn
Eżattezza	- 20 sa + 20 %	- 30 sa + 30 %
Preċiżjoni intermedjarja (RSD%)	≤ 15 %	≤ 20 %
Differenza bejn il-kalkolu tal-livell superjuri u dak inferjuri	≤ 20 %	≤ 20 %

⁽¹⁾ L-użu tas-sitt analogi kollha ittikkettjati ¹³C bhala standards interni rekwiżiti.

10. Rappurtar tar-riżultati

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

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

- 10.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCBs.
 - 10.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra mill-medda msemmija fil-punt 7, f'każ li jinqabeż il-livell massimu u fuq talba f'każijiet oħra.
 - 10.4. Peress li l-inċertezza estiżta tal-kejl titqies fil-mument tad-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 estiżta bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
 - 10.5. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikattivi bhala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.”
-