

II

(Niet-wetgevingshandelingen)

VERORDENINGEN

VERORDENING (EU) Nr. 252/2012 VAN DE COMMISSIE

van 21 maart 2012

tot vaststelling van bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EG) nr. 1883/2006

(Voor de EER relevante tekst)

DE EUROPESE COMMISSIE,

Gezien het Verdrag betreffende de werking van de Europese Unie,

Gezien Verordening (EG) nr. 882/2004 van het Europees Parlement en de Raad van 29 april 2004 inzake officiële controles op de naleving van de wetgeving inzake diervoeders en levensmiddelen en de voorschriften inzake diergezondheid en dierenwelzijn ⁽¹⁾, en met name artikel 11, lid 4,

Overwegende hetgeen volgt:

(1) Bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 van de Commissie van 19 december 2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen ⁽²⁾ worden maximumgehalten aan niet-dioxineachtige pcb's, dioxinen en furanen en maximumwaarden voor de som van dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen vastgesteld.

(2) In Aanbeveling 2011/516/EU van de Commissie van 23 augustus 2011 inzake de reductie van de aanwezigheid van dioxinen, furanen en pcb's in diervoeders en levensmiddelen ⁽³⁾ worden actiedrempels vastgesteld ter stimulering van een proactieve aanpak om de aanwezigheid van polychloordibenzo-para-dioxinen en polychloordibenzofuranen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige pcb's in levensmiddelen te verminderen. Die actiedrempels zijn voor de bevoegde autoriteiten en de exploitanten een instrument om te bepalen in welke gevallen het wenselijk is een bron van verontreiniging op te sporen en maatregelen te nemen om deze te reduceren of te elimineren.

(3) Verordening (EG) nr. 1883/2006 van de Commissie van 19 december 2006 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen ⁽⁴⁾ stelt specifieke bepalingen vast betreffende de bemonsteringsprocedure en de analysemethoden voor de officiële controle.

(4) In verband met de toepassing van nieuwe maximumgehalten voor niet-dioxineachtige pcb's — die zijn vastgesteld naar aanleiding van een wetenschappelijk advies van de Europese Autoriteit voor voedselveiligheid (EFSA) over niet-dioxineachtige pcb's en ook met het oog op harmonisatie op Unieniveau — en de actualisering van de criteria voor screeningsmethoden zijn ingrijpende wijzigingen nodig. Duidelijkheidshalve moet daarom Verordening (EG) nr. 1883/2006 door deze verordening worden vervangen.

(5) De bij deze verordening vastgestelde bepalingen gelden alleen voor de bemonstering en analyse van dioxinen, dioxineachtige pcb's en niet-dioxineachtige pcb's ter uitvoering van Verordening (EG) nr. 1881/2006. Zij zijn niet van invloed op de bemonsteringsstrategie en de niveaus en frequentie van bemonstering zoals vastgelegd in de bijlagen III en IV bij Richtlijn 96/23/EG van de Raad van 29 april 1996 inzake controlemaatregelen ten aanzien van bepaalde stoffen en residuen daarvan in levende dieren en in producten daarvan en tot intrekking van de Richtlijnen 83/358/EEG en 86/469/EEG en de Beschikkingen 89/187/EEG en 91/664/EEG ⁽⁵⁾. Zij zijn evenmin van invloed op de criteria voor gerichte bemonstering zoals vastgesteld bij Beschikking 98/179/EG van de Commissie van 23 februari 1998 houdende vaststelling van uitvoeringsbepalingen met betrekking tot de officiële bemonstering in het kader van de opsporing van bepaalde stoffen en residuen daarvan in levende dieren en dierlijke producten ⁽⁶⁾.

⁽¹⁾ PB L 165 van 30.4.2004, blz. 1.

⁽²⁾ PB L 364 van 20.12.2006, blz. 5.

⁽³⁾ PB L 218 van 24.8.2011, blz. 23.

⁽⁴⁾ PB L 364 van 20.12.2006, blz. 32.

⁽⁵⁾ PB L 125 van 23.5.1996, blz. 10.

⁽⁶⁾ PB L 65 van 5.3.1998, blz. 31.

- (6) Met behulp van een gevalideerde, op grote schaal aanvaarde screeningsmethode met hoge doorvoer kunnen de monsters met hoge gehalten aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's worden geïdentificeerd (waarbij bij voorkeur monsters worden geselecteerd die de actiedrempels overschrijden en er in elk geval voor wordt gezorgd dat monsters die het maximumgehalte overschrijden, worden geselecteerd). Het gehalte aan PCDD/PCDF's en dioxineachtige pcb's in deze monsters moet met behulp van een bevestigingsmethode worden bepaald. Daarom moeten passende vereisten voor de screeningsmethode worden vastgesteld, waarbij ervoor wordt gezorgd dat het fout-conformcijfer met betrekking tot het maximumgehalte minder dan 5 % bedraagt, en daarnaast ook stringente voorschriften voor de bevestigingsmethoden. Bovendien kunnen met bevestigingsmethoden ook lage achtergrondconcentraties worden vastgesteld. Dat is belangrijk voor het volgen van trends in de loop der tijd, de beoordeling van de blootstelling en een nieuwe evaluatie van maximumgehalten en actiedrempels.
- (7) De bemonstering van zeer grote vissen moet nauwkeurig worden omschreven om een geharmoniseerde methode in de hele Unie te waarborgen.
- (8) Bij vissen van dezelfde soort die uit hetzelfde gebied afkomstig zijn, kan het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's afhankelijk van de grootte en/of de leeftijd van de vis verschillen. Bovendien spreekt het niet vanzelf dat het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in alle delen van de vis gelijk is. Daarom moet de bemonstering en de monstervoorbereiding nauwkeurig worden gespecificeerd, teneinde een geharmoniseerde methode in de hele Unie te waarborgen.
- (9) Met het oog op een geharmoniseerde handhaving in de gehele Unie is het van belang dat de analyseresultaten op uniforme wijze worden gerapporteerd en geïnterpreteerd.
- (10) De in deze verordening vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor de voedselketen en de diergezondheid en het Europees Parlement noch de Raad hebben zich ertegen verzet,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Voor de toepassing van deze verordening gelden de definities en afkortingen in bijlage I.

Artikel 2

De bemonstering ten behoeve van de officiële controle van de in punt 5 van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 vermelde gehalten aan dioxinen, furanen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's wordt overeenkomstig de methoden van bijlage II bij deze verordening uitgevoerd.

Artikel 3

De monstervoorbereiding en de analyses ten behoeve van de officiële controle van de in punt 5 van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 vermelde gehalten aan dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's in levensmiddelen worden overeenkomstig de methoden van bijlage III bij deze verordening uitgevoerd.

Artikel 4

De analyses ten behoeve van de officiële controle van de in punt 5 van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 vermelde gehalten aan niet-dioxineachtige pcb's in levensmiddelen worden overeenkomstig de vereisten voor analyseprocedures in bijlage IV bij deze verordening uitgevoerd.

Artikel 5

Verordening (EG) nr. 1883/2006 wordt ingetrokken.

Verwijzingen naar de ingetrokken verordening gelden als verwijzingen naar deze verordening.

Artikel 6

Deze verordening treedt in werking op de twintigste dag na die van de bekendmaking ervan in het *Publicatieblad van de Europese Unie*.

Zij is van toepassing met ingang van de datum van inwerkingtreding.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke lidstaat.

Gedaan te Brussel, 21 maart 2012.

Voor de Commissie

De voorzitter

José Manuel BARROSO

BIJLAGE I

Definities en afkortingen

I. DEFINITIES

Voor de toepassing van deze verordening zijn de in bijlage I bij Beschikking 2002/657/EG van de Commissie van 14 augustus 2002 ter uitvoering van Richtlijn 96/23/EG van de Raad wat de prestaties van analysemethoden en de interpretatie van resultaten betreft ⁽¹⁾ neergelegde definities van toepassing.

Daarnaast gelden voor de toepassing van deze verordening de volgende definities:

- 1.1. „actiedrempel”: het gehalte van een bepaalde stof, vastgesteld in de bijlage bij Aanbeveling 2011/516/EU, bij overschrijding waarvan een onderzoek naar de bron van die stof moet worden ingesteld;
- 1.2. „bioanalytische methoden”: methoden die zijn gebaseerd op het gebruik van biologische principes zoals assays op basis van cellen of receptoren, of immunoassays. Dergelijke methoden geven geen resultaten op congeerniveau, maar geven alleen een indicatie ⁽²⁾ van het TEQ-gehalte, uitgedrukt in bioanalytische equivalenten (BEQ), omdat wellicht niet alle verbindingen in een monsterextract dat in de test een respons geeft, aan alle vereisten van het TEQ-principe voldoen;
- 1.3. „schijnbare terugvinding bij bioassays”: het BEQ-gehalte dat is berekend aan de hand van de TCDD- of PCB 126-ijkkromme, na blancocorrectie en gedeeld door het met behulp van GC/HRMS bepaalde TEQ-gehalte. Hierbij wordt getracht te corrigeren voor factoren als het verlies van PCDD/PCDF's en dioxineachtige verbindingen bij de extractie en opzuivering, tegelijkertijd geëxtraheerde verbindingen die de respons doen toe- of afnemen (agonistische of antagonistische effecten), de kwaliteit van de fitting van de kromme of de verschillen tussen de TEF- en de REP-waarde. De schijnbare terugvinding bij bioassays wordt berekend aan de hand van geschikte referentiemonsters met een representatief congeernpatroon rond het betrokken concentratieniveau;
- 1.4. „semikwantitatieve methoden”: methoden die een approximatieve indicatie geven van de concentratie van de vermeende analyt, terwijl het numerieke resultaat niet aan de voorschriften voor kwantitatieve methoden voldoet;
- 1.5. „aanvaarde specifieke bepaalbaarheidsgrens van een afzonderlijke congeener”: de concentratie van een analyt in een monsterextract die voor twee te meten ionen een instrumentele respons geeft met een signaal-ruisverhouding van 3:1 voor het zwakste signaal, waarbij wordt voldaan aan de identificatiecriteria die zijn beschreven in bijvoorbeeld norm prEN 16215 (Animal feed — Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC/HRMS and of indicator PCBs by GC/HRMS) en/of EPA method 1613 revision B;
- 1.6. „bovengrens”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congeener op de bepaalbaarheidsgrens wordt gesteld;
- 1.7. „ondergrens”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congeener op nul wordt gesteld;
- 1.8. „middenwaarde”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congeener op de helft van de bepaalbaarheidsgrens wordt gesteld;
- 1.9. „partij”: identificeerbare hoeveelheid levensmiddel die in één zending is geleverd en waarbij de verantwoordelijke functionaris gemeenschappelijke kenmerken heeft geconstateerd, zoals herkomst, soort, type verpakking, verpakker, verzender of aangebrachte vermeldingen of stempels. In geval van vissen en visserijproducten dienen ook de afmetingen van de vissen vergelijkbaar te zijn. Indien de omvang en/of het gewicht van de vis binnen een zending niet vergelijkbaar is, kan de zending nog steeds als een partij worden beschouwd, maar moet er een specifieke bemonsteringsprocedure worden uitgevoerd;
- 1.10. „subpartij”: deel van een grote partij dat voor bemonsteringsdoeleinden van die partij is afgescheiden. Elke subpartij moet fysiek gescheiden zijn en identificeerbaar zijn;
- 1.11. „basisondermonster”: hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of de subpartij is genomen;
- 1.12. „verzamelmonster”: het totaal van alle uit de partij of de subpartij genomen basisondermonsters;
- 1.13. „laboratoriummonster”: een representatief deel of een representatieve hoeveelheid van het verzamelmonster, bestemd voor het laboratorium.

II. GEBRUIKTE AFKORTINGEN

BEQ bioanalytische equivalenten

GC gaschromatografie

⁽¹⁾ PB L 221 van 17.8.2002, blz. 8.

⁽²⁾ Bioanalytische methoden zijn niet specifiek voor de in het TEF-schema opgenomen congenen. Er kunnen zich in het monsterextract andere, structureel verwante AhR-actieve verbindingen bevinden die ook bijdragen tot de algehele respons. Daarom kunnen bioanalytische resultaten niet als schatting worden aangemerkt, maar geven zij veeleer een indicatie van het TEQ-gehalte van het monster.

HRMS	hogeresolutiemassaspectrometrie
LRMS	lageresolutiemassaspectrometrie
pcb's	polychloorbifenylen
PCDD'S	polychloordibenzo-p-dioxinen
PCDF's	polychloordibenzofuranen
QC	kwaliteitscontrole
REP	relatieve potentie
TEF	toxische equivalentiefactor
TEQ	toxische equivalenten
TCDD	tetrachloordibenzodioxine
U	uitgebreide meetonzekerheid

BIJLAGE II

Bemonsteringsmethoden voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen

I. TOEPASSINGSGEBIED

De monsters voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's, hierna dioxinen en pcb's genoemd, in levensmiddelen worden genomen overeenkomstig de in deze bijlage beschreven methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de partijen of subpartijen waarvan zij zijn genomen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de maximumgehalten zoals vastgesteld bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

II. ALGEMENE BEPALINGEN

1. Personeel

De monsters worden genomen door een door de lidstaat aangewezen gemachtigde.

2. Te bemonsteren materiaal

Elke partij of subpartij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

3. Voorzorgsmaatregelen

Bij de bemonstering en de voorbehandeling van de monsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het gehalte aan dioxinen en pcb's kan veranderen of de analytische bepaling of de representativiteit van het verzamelmonster kan worden beïnvloed.

4. Basisonsters

De basisonsters worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt II.8 van deze bijlage bedoelde verslag vermeld.

5. Voorbehandeling van het verzamelmonster

Het verzamelmonster wordt verkregen door de basisonsters door elkaar te mengen. Het moet een gewicht van minimaal 1 kg hebben, behalve als dat niet uitvoerbaar is, bijvoorbeeld als één enkele verpakking bemonsterd is of wanneer het product een zeer hoge handelswaarde heeft.

6. Identieke monsters

Van het gehomogeniseerde verzamelmonster worden identieke monsters voor controle-, verhaal- en referentiedoel-einden genomen, mits deze procedure in overeenstemming is met de regelgeving van de lidstaat inzake de rechten van de exploitant van het levensmiddelenbedrijf. De grootte van de laboratoriummonsters voor controledoeleinden moet zodanig zijn dat ten minste duploanalyses mogelijk zijn.

7. Verpakking en verzending van de monsters

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging, verlies van analyten door adsorptie aan de binnenwand van de recipiënt en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

8. Verzegeling en etikettering van de monsters

Elk officieel monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd volgens de in de lidstaten geldende voorschriften.

Van elke bemonstering wordt een verslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden de bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

III. BEMONSTERINGSPLAN

Bij de gebruikte bemonsteringswijze wordt ervoor gezorgd dat het verzamelmonster representatief is voor de te controleren (sub)partij.

1. Verdeling van partijen in subpartijen

Grote partijen worden in subpartijen verdeeld, mits de subpartij fysiek van de partij kan worden gescheiden. Voor producten die in grote bulkzendingen worden verhandeld (zoals plantaardige oliën) geldt tabel 1. Voor andere producten geldt tabel 2. Aangezien partijen niet altijd een gewicht hebben dat een exact veelvoud is van het gewicht van de subpartijen, mag het gewicht van de subpartijen het aangegeven gewicht met maximaal 20 % overschrijden.

Tabel 1

Onderverdeling van partijen in subpartijen bij in bulkzendingen verhandelde producten

Gewicht van de partij (ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen
$\geq 1\ 500$	500 ton
> 300 en $< 1\ 500$	3 subpartijen
≥ 50 en ≤ 300	100 ton
< 50	—

Tabel 2

Onderverdeling van partijen in subpartijen bij andere producten

Gewicht van de partij (ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen
≥ 15	15-30 ton
< 15	—

2. Aantal basisonsters

Het verzamelmonster (totaal van alle basisonsters) moet een gewicht van minstens 1 kg hebben (zie punt II.5 van deze bijlage).

Het minimumaantal basisonsters dat van de partij of subpartij dient te worden genomen, is in de tabellen 3 en 4 aangegeven.

In geval van onverpakte vloeibare producten moet de partij of subpartij voor zover mogelijk en voor zover dit de kwaliteit van het product niet beïnvloedt, net vóór de bemonstering goed worden gemengd, hetzij handmatig, hetzij mechanisch. In dat geval wordt verondersteld dat de verontreinigingen homogeen over de partij of subpartij zijn verdeeld. Drie basisonsters van een partij of subpartij zijn daarom voldoende om het verzamelmonster te vormen.

De basisonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn. Het gewicht van het basisonster moet minimaal 100 gram zijn.

Als van deze procedure wordt afgeweken, wordt dit in het in punt II.8 van deze bijlage bedoelde verslag vermeld. Overeenkomstig Beschikking 97/747/EG van de Commissie van 27 oktober 1997 tot vaststelling van de niveaus en frequenties van de monsternemingen zoals bedoeld in Richtlijn 96/23/EG van de Raad, ten behoeve van de controle op bepaalde stoffen en residuen daarvan in bepaalde dierlijke producten ⁽¹⁾ bedraagt de omvang van het samen te stellen verzamelmonster voor kippeneieren ten minste 12 eieren (voor onverpakte partijen en voor partijen die uit afzonderlijke verpakkingen bestaan, zijn de tabellen 3 en 4 van toepassing).

Tabel 3

Minimumaantal van de partij of subpartij te nemen basisonsters

Gewicht of volume van de partij/subpartij (in kg of l)	Minimumaantal basisonsters
< 50	3
50 t/m 500	5
> 500	10

Indien de partij of subpartij uit afzonderlijke verpakkingen of eenheden bestaat, wordt voor het verzamelmonster een aantal verpakkingen of eenheden genomen overeenkomstig tabel 4.

⁽¹⁾ PB L 303 van 6.11.1997, blz. 12.

Tabel 4

Aantal verpakkingen of eenheden (basismonsters) waaruit het verzamelmonster wordt samengesteld indien de partij of subpartij uit afzonderlijke verpakkingen of eenheden bestaat

Aantal verpakkingen of eenheden in de partij/subpartij	Aantal te nemen verpakkingen of eenheden
1 t/m 25	minimaal 1 verpakking of eenheid
26 t/m 100	circa 5 %, minimaal 2 verpakkingen of eenheden
> 100	circa 5 %, maximaal 10 verpakkingen of eenheden

3. Bijzondere bepalingen voor de bemonstering van partijen die gehele vissen van vergelijkbaar gewicht en vergelijkbare grootte bevatten

Vissen worden geacht een vergelijkbare grootte en een vergelijkbaar gewicht te bezitten, indien het verschil in grootte en gewicht niet meer dan 50 % bedraagt.

In tabel 3 wordt aangegeven hoeveel basismonsters van de partij moeten worden genomen. Het verzamelmonster (totaal van alle basismonsters) moet een gewicht van minstens 1 kg hebben (zie punt II.5).

- Als de te bemonsteren partij kleine vissen (met een gewicht tot circa 1 kg per vis) bevat, wordt de hele vis als basismonster genomen om het verzamelmonster te vormen. Als het resulterende verzamelmonster meer dan 3 kg weegt, mogen de basismonsters bestaan uit het middendeel (met een minimumgewicht van 100 gram per stuk) van de vissen van het verzamelmonster. Het deel waarop het maximumgehalte van toepassing is, wordt in zijn geheel gebruikt voor de homogenisering van het monster.

Het middendeel van de vis is waar het zwaartepunt ligt. Dit is meestal gelegen bij de rugvin (als de vis een rugvin bezit) of halverwege tussen de kieuwopening en de aars.

- Als de te bemonsteren partij grotere vissen (met een gewicht van meer dan circa 1 kg per vis) bevat, bestaat het basismonster uit het middendeel van de vis. Elk basismonster weegt minstens 100 gram.

Bij middelgrote vissen (circa 1-6 kg) wordt als basismonster een moot van de vis van de ruggengraat tot de buik in het middendeel van de vis genomen.

Bij zeer grote vissen (> circa 6 kg) wordt het basismonster genomen van het vlees van de rechterdorsolaterale spier (vooraanzicht) in het middendeel van de vis. Als er ernstige economische schade ontstaat doordat een dergelijk gedeelte van het middendeel van de vis wordt genomen, wordt het voldoende geacht om drie basismonsters van minstens 350 gram per stuk te nemen, onafhankelijk van de omvang van de partij, dan wel een gelijk gedeelte van het spiervlees dichtbij het staartdeel en het spiervlees dichtbij het kopdeel van één vis te nemen om een basismonster te vormen dat representatief is voor het gehalte aan dioxinen in de hele vis.

4. Bemonstering van partijen vis die gehele vissen van verschillend gewicht en/of verschillende grootte bevatten

- De bepalingen van punt III.3 over de monstersamenstelling zijn van toepassing.
- Als een grootte- of gewichtsklasse/-categorie overheerst (circa 80 % of meer van de partij), wordt het monster genomen van vissen van de overheersende grootte of het overheersende gewicht. Dit monster wordt beschouwd als representatief voor de gehele partij.
- Indien geen bepaalde grootte- of gewichtsklasse/-categorie overheerst, moet erop worden toegezien dat de voor het monster uitgekozen vissen representatief voor de partij zijn. Het „Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight” ⁽²⁾ bevat specifieke richtsnoeren voor dergelijke gevallen.

5. Bemonstering in de detailhandel

De bemonstering in de detailhandel wordt zo mogelijk verricht overeenkomstig de bemonsteringsvoorschriften in punt III.2 van deze bijlage.

Is dit niet mogelijk, dan kan in de detailhandel een alternatieve bemonsteringsmethode worden toegepast, mits deze een voldoende representativiteit voor de bemonsterde partij of subpartij biedt.

⁽²⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

IV. OVEREENSTEMMING VAN DE PARTIJ OF SUBPARTIJ MET DE EISEN

1. Niet-dioxineachtige pcb's

De partij wordt aanvaard als het analyseresultaat het maximumgehalte aan niet-dioxineachtige pcb's, zoals vastgesteld in Verordening (EG) nr. 1881/2006, niet overschrijdt, rekening houdend met de meetonzekerheid.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgelegde maximumgehalte als de door een tweede bepaling ⁽³⁾ bevestigde bovengrens van het analyseresultaat buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, rekening houdend met de meetonzekerheid.

De meetonzekerheid wordt volgens een van de volgende methoden verdisconteerd:

- door de uitgebreide onzekerheid te berekenen met een dekkingsfactor 2, wat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert. Een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde minus de onzekerheid boven het toelaatbare gehalte ligt;
- door de beslissingsgrens (CC_α) te bepalen overeenkomstig Beschikking 2002/657/EG van de Commissie van 14 augustus 2002 (punt 3.1.2.5 van bijlage I bij die beschikking — stoffen waarvoor een toelaatbaar gehalte is vastgesteld). Een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde gelijk is aan of groter is dan de CC_α.

Bovenstaande voorschriften gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitrage-doeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.

2. Dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige pcb's

De partij wordt aanvaard als het resultaat van een enkele analyse:

- uitgevoerd aan de hand van een screeningsmethode met een fout-conformcijfer onder 5 % erop wijst dat het gehalte niet hoger is dan het maximumgehalte van respectievelijk PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's, zoals neergelegd in Verordening (EG) nr. 1881/2006;
- uitgevoerd aan de hand van een bevestigingsmethode het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalte van respectievelijk PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's niet overschrijdt, rekening houdend met de meetonzekerheid.

Voor screeningsassays wordt een afkapwaarde vastgesteld voor de beslissing inzake het al dan niet voldoen aan de concentratieniveaus die voor respectievelijk PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's zijn vastgesteld.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgelegde maximumgehalte als de aan de hand van een bevestigingsmethode verkregen en door een tweede bepaling ⁽³⁾ bevestigde bovengrens van het analyseresultaat buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, rekening houdend met de meetonzekerheid.

De meetonzekerheid wordt volgens een van de volgende methoden verdisconteerd:

- door de uitgebreide onzekerheid te berekenen met een dekkingsfactor 2, wat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert. Een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde minus de onzekerheid boven het toelaatbare gehalte ligt. Bij een afzonderlijke bepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's moet de som van de geschatte uitgebreide onzekerheid van de afzonderlijke analyseresultaten van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's worden gebruikt voor de geschatte uitgebreide onzekerheid van de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's;
- door bepaling van de beslissingsgrens (CC_α) volgens de bepalingen van Beschikking 2002/657/EG van de Commissie van 14 augustus 2002 (punt 3.1.2.5 van bijlage I bij die beschikking — voor stoffen waarvoor een toelaatbaar gehalte is vastgesteld): een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde gelijk is aan of groter is dan de CC_α.

Bovenstaande voorschriften gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitrage-doeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.

⁽³⁾ De tweede bepaling is noodzakelijk om de mogelijkheid van interne kruiscontaminatie of een onbedoelde verwisseling van monsters uit te sluiten. De eerste bepaling, waarbij de meetonzekerheid in aanmerking wordt genomen, wordt gebruikt voor de controle op de naleving. Indien de bepaling wordt gedaan in verband met een verontreinigingsincident, kan de bevestiging door middel van de tweede bepaling komen te vervallen als de voor de bepaling geselecteerde monsters via traceerbaarheid terug te voeren zijn op dat incident.

V. OVERSCHRIJDING VAN ACTIEDREMPELS

Actiedrempels zijn een instrument voor de selectie van monsters in gevallen waarin een bron van verontreiniging moet worden opgespoord en maatregelen moeten worden genomen om deze te reduceren of te elimineren. Bij screeningsmethoden moeten geschikte afkapwaarden voor de selectie van die monsters worden vastgesteld. De inspanningen die nodig zijn om een bron vast te stellen en de verontreiniging te reduceren of te elimineren worden alleen verricht wanneer de overschrijding van de actiedrempel wordt bevestigd door een tweede bepaling door middel van een bevestigingsmethode, rekening houdend met de meetonzekerheid ⁽⁴⁾.

⁽⁴⁾ Toelichting en vereisten voor de tweede bepaling ter controle van actiedrempels als in voetnoot 3 voor maximumgehalten.

BIJLAGE III

Monstervoorbereiding en voorschriften voor de analysemethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen

1. TOEPASSINGSGEBIED

De voorschriften in deze bijlage gelden voor de analyse van levensmiddelen in verband met de officiële controle op het gehalte aan 2,3,7,8-gesubstitueerde polychloordibenzo-p-dioxinen en polychloordibenzofuranen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige polychloorbifenylen (dioxineachtige pcb's) en voor andere doeleinden in verband met de regelgeving.

De controle op de aanwezigheid van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's kan met twee verschillende doelen worden uitgevoerd:

- a) selectie van monsters met een gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's dat de maximumgehalten of de actiedrempels overschrijdt. Hiervoor kan een screeningsmethode nodig zijn waarbij een kosteneffectieve doorvoer van een groot aantal monsters mogelijk is, zodat de kans groter is dat nieuwe gevallen worden ontdekt waarbij het blootstellings- en het gezondheidsrisico voor de consument groot is. Tot de screeningsmethoden behoren bioanalytische methoden en GC/MS-methoden. Hiermee wordt beoogd fout-conforme resultaten te voorkomen. De concentratie van PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in die monsters moet hoge gehalten moet worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode;
- b) bepaling van het gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in monsters van levensmiddelen met lage achtergrondconcentraties. Dit is van belang voor het volgen van de ontwikkeling in de tijd, een beoordeling van de blootstelling van de bevolking en de opbouw van een gegevensbasis voor een eventuele nieuwe evaluatie van de actiedrempels en maximumgehalten. Dit doel wordt bereikt door middel van bevestigingsmethoden voor de ondubbelzinnige identificatie en bepaling van de PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's op het betrokken concentratieniveau. Deze methoden kunnen worden gebruikt voor de bevestiging van resultaten die zijn verkregen door middel van screeningsmethoden en voor de bepaling van lage achtergrondconcentraties bij het levensmiddelentoezicht. Zij zijn ook belangrijk voor de vaststelling van congenerpatronen met het oog op de identificatie van de bron van mogelijke contaminaties. Tegenwoordig worden hiervoor hogeresolutiegaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometriemethoden (HRGC/HRMS) gebruikt.

2. CLASSIFICATIE VAN METHODEN NAAR MATE VAN KWANTIFICERING ⁽¹⁾

„Kwalitatieve methoden” geven een ja/nee-antwoord op de aanwezigheid van de te bepalen analyten, zonder gekwantificeerde indicatie over de concentratie van die analyt. Deze methoden kunnen eventueel semikwantitatieve resultaten bieden, maar zij worden uitsluitend gebruikt als indicatie voor het feit of een gehalte al dan niet boven of onder een bepaalde waarde, bv. de aantoonbaarheidsgrens, bepaalbaarheidsgrens of afkapwaarde, ligt.

Voor de controle op het maximumgehalte en de actiedrempel voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige verbindingen in levensmiddelen kunnen screeningsmethoden worden toegepast die zijn gebaseerd op een vergelijking van het analyseresultaat met een afkapwaarde en aangeven of het betrokken concentratieniveau al dan niet overschreden is. Hiertoe zijn bioanalytische methoden ingevoerd. In principe zouden ook fysisch-chemische methoden kunnen worden ontwikkeld; met betrekking tot het maximumgehalte en de actiedrempels op basis van TEQ en de complexe analyse waarbij de relevante afzonderlijke congenen moeten worden bepaald, zijn er in de praktijk evenwel geen voorbeelden.

„Semikwantitatieve methoden” geven een approximatieve indicatie van de concentratie, die van nut kan zijn als informatie over het concentratiebereik van de analyt en de analist kan helpen bij zijn besluit over het ijkgebied voor de vervolgens uit te voeren bevestigingstest en ten behoeve van de kwaliteitscontrole. Enkele voorbeelden zijn:

- bioanalytische methoden waarmee de aanwezigheid van de te bepalen analyten kan worden vastgesteld; zij omvatten een ijkcurve, bieden een indicatie of het betrokken concentratieniveau mogelijk wordt overschreden en geven een resultaat in bioanalytische equivalenten (BEQ), wat een indicatie is voor de TEQ-waarde van het monster;
- fysisch-chemische tests (bv. GC-MS/MS of GC/LRMS), waarbij de precisiekenmerken niet aan de eisen voor kwantitatieve tests voldoen.

⁽¹⁾ Aangepast voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige verbindingen, uit „Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines”, Communautaire referentielaboratoria (CRL's) voor residuen van diergeneesmiddelen in Fougères, Berlijn en Bilthoven, 20 januari 2010, http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm.

„Kwantitatieve methoden” voldoen aan dezelfde eisen met betrekking tot nauwkeurigheid, dynamisch bereik en precisie als bevestigingsmethoden. Wanneer kwantificering nodig is, moeten deze methoden als bevestigingsmethoden worden gevalideerd, zoals in dit document wordt uiteengezet voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's.

3. ACHTERGROND

Voor de berekening van de concentraties in toxische equivalenten (TEQ) worden de concentraties van de verschillende stoffen in een monster elk met de respectieve, door de Wereldgezondheidsorganisatie vastgestelde en in het aanhangsel van deze bijlage vermelde toxische-equivalentiefactor (TEF) vermenigvuldigd en vervolgens bij elkaar opgeteld ter verkrijging van de totale concentratie aan dioxineachtige verbindingen, uitgedrukt in TEQ.

Screenings- en bevestigingsmethoden mogen alleen voor de controle van een bepaalde matrix worden toegepast als zij gevoelig genoeg zijn om betrouwbaar gehalten vast te stellen op het betrokken concentratieniveau (actiedrempel of maximumgehalte).

4. KWALITEITSBORINGSVOORSCHRIFTEN

- Er moeten maatregelen worden genomen om kruiscontaminatie in elke fase van de bemonsterings- en analyseprocedure te voorkomen.
- De monsters moeten worden opgeslagen en vervoerd in recipiënten van glas, aluminium, polypropyleen of polyethyleen die geschikt zijn voor opslag zonder invloed te hebben op het gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in de monsters. Sporen papierstof moeten van de monsterrecipiënt worden verwijderd.
- De levensmiddelenmonsters moeten zodanig worden bewaard en vervoerd dat de integriteit ervan bewaard blijft.
- Voor zover nodig wordt elk laboratoriummonster fijngemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat (bv. zo fijn gemalen dat het een zeef met mazen van 1 mm kan passeren); als het vochtgehalte te hoog is, moeten de monsters voor het malen worden gedroogd.
- Het is altijd belangrijk reagentia, glaswerk en apparatuur te controleren op factoren die de op de TEQ of BEQ gebaseerde resultaten kunnen beïnvloeden.
- Er moet een blancobepaling worden verricht door de gehele analyseprocedure met weglating van het monster uit te voeren.
- Bij bioanalytische methoden is het van groot belang dat al het glaswerk en alle oplosmiddelen die bij de analyses worden gebruikt, worden getest om te zien of zij vrij zijn van verbindingen die de opsporing van de doelverbindingen in het werkbereik storen. Glaswerk moet met oplosmiddelen worden afgespoeld en/of worden verhit tot een temperatuur waarbij sporen van PCDD's/PCDF's, dioxineachtige verbindingen en verbindingen die de bepaling kunnen storen, van het oppervlak worden verwijderd.
- Het geëxtraheerde monster moet groot genoeg zijn om te voldoen aan de eisen inzake een voldoende laag werkbereik waarbinnen de te bepalen concentraties liggen.
- De specifieke monstervoorbereidingsprocedures voor de producten in kwestie moeten in overeenstemming zijn met internationaal aanvaarde richtsnoeren.
- Bij vis moet de huid worden verwijderd, aangezien het maximumgehalte geldt voor spiervlees zonder huid. Het is evenwel noodzakelijk alle resterende spiervlees en vetweefsel aan de binnenzijde van de huid zorgvuldig en volledig af te schrapen en bij het te analyseren monster te voegen.

5. VOORSCHRIFTEN VOOR LABORATORIA

- Ingevolge Verordening (EG) nr. 882/2004 moeten de laboratoria geaccrediteerd zijn door een erkende instantie die werkt volgens ISO-handleiding 58, teneinde te garanderen dat zij kwaliteitsborging op hun analyses toepassen. De laboratoria moeten geaccrediteerd zijn overeenkomstig de norm ISO/IEC/17025.
- De geschiktheid van het laboratorium moet worden aangetoond doordat het steeds met goed gevolg deelneemt aan interlaboratoriumonderzoeken voor de gehaltebepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in de betrokken levensmiddelenmatrices en concentratiebereiken.
- Laboratoria die screeningsmethoden toepassen voor de routinematige controle van monsters moeten een nauwe samenwerking aangaan met laboratoria die de bevestigingsmethode toepassen, zowel voor de kwaliteitscontrole als voor de bevestiging van het analyseresultaat van verdachte monsters.

6. BASISVOORSCHRIFTEN VOOR EEN ANALYSEMETHODE VOOR DIOXINEN (PCDD'S/PCDF'S) EN DIOXINE-ACHTTIGE PCB'S

6.1. Laag werkbereik en lage bepaalbaarheidsgrenzen

- Voor PCDD's/PCDF's moeten de aantoonbare hoeveelheden wegens de extreme toxiciteit van sommige van deze verbindingen in het hoge femtogramgebied (10^{-15} g) liggen. Voor de meeste pcb-congeneren is een bepaalbaarheidsgrens in het nanogramgebied (10^{-9} g) al voldoende. Voor de bepaling van de sterker toxische dioxineachtige pcb-congeneren (met name non-ortho-gesubstitueerde congeneren) moet het onder eind van het werkbereik in het lage picogramgebied (10^{-12} g) liggen.

6.2. Hoge selectiviteit (specificiteit)

- PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's moeten kunnen worden onderscheiden van tal van andere stoffen die tegelijkertijd worden geëxtraheerd en de bepaling kunnen storen, en die aanwezig zijn in concentraties die enkele orden van grootte hoger kunnen liggen dan de concentraties van de te meten analyten. Bij gas-chromatografie-massaspectrometriemethoden (GC/MS) moet onderscheid worden gemaakt tussen de verschillende congeneren, bv. tussen toxische congeneren (zoals de zeventien 2,3,7,8-gesubstitueerde PCDD's/PCDF's en de twaalf dioxineachtige pcb's) en andere congeneren.
- Met behulp van bioanalytische methoden moeten de doelverbindingen kunnen worden aangetoond als de som van PCDD's/PCDF's en/of dioxineachtige pcb's. Monsters moeten worden opgezuiverd om verbindingen te verwijderen die tot fout-niet-conforme resultaten leiden of verbindingen die de respons kunnen verminderen, waardoor fout-conforme resultaten worden gekregen.

6.3. Grote nauwkeurigheid (juistheid en precisie, schijnbare terugvinding bij bioassays)

- Bij GC/MS-methoden moet de bepaling een betrouwbare schatting van de werkelijke concentratie in een monster opleveren. Grote nauwkeurigheid (nauwkeurigheid van de meting: de mate van overeenstemming tussen het meetresultaat en de werkelijke of toegekende waarde van de te meten grootte) is vereist om afwijking van het resultaat van een monsteranalyse op grond van de geringe betrouwbaarheid van het vastgestelde TEQ-gehalte te vermijden. De nauwkeurigheid wordt uitgedrukt als juistheid (verschil tussen de gemiddelde waarde die voor een analyt in een gecertificeerd referentiemateriaal is gemeten en zijn gecertificeerde waarde, uitgedrukt als percentage van deze laatste waarde) en precisie (RSD_R , de relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen).
- Voor bioanalytische methoden moet de schijnbare terugvinding bij bioassays worden bepaald.

6.4. Validering binnen het betrokken concentratiebereik en algemene kwaliteitscontrolemaatregelen

- Laboratoria moeten de prestaties van een methode in het betrokken concentratiebereik aantonen, bv. bij 0,5 maal, 1 maal en 2 maal het betrokken concentratieniveau, met een aanvaardbare variatiecoëfficiënt voor herhaalde analyse, tijdens de valideringsprocedure en/of bij een routineanalyse.
- Bij wijze van interne kwaliteitsborging moeten voortdurend blancobepalingen en bepalingen op verrijkte monsters of controlemonsters (bij voorkeur gecertificeerde referentiematerialen, indien beschikbaar) worden uitgevoerd. Voor blancobepalingen en bepalingen op verrijkte monsters of controlemonsters moeten kwaliteitscontrolekaarten (QC-kaarten) worden bijgehouden en gecontroleerd om na te gaan of de prestatie van de analyse aan de vereisten beantwoordt.

6.5. Bepaalbaarheidsgrens

- Voor een bioanalytische screeningsmethode is het vaststellen van de bepaalbaarheidsgrens geen onontbeerlijk vereiste, maar wel moet worden aangetoond dat met de methode een onderscheid kan worden gemaakt tussen de blancowaarde en de afkapwaarde. Wanneer een BEQ-gehalte wordt aangegeven, moet een rapportagegrens worden vastgesteld in verband met monsters met een respons onder die grens. Aangetoond moet worden dat het rapportageniveau ten minste een factor drie verschilt van procedureblanco's met een respons onder het werkbereik. Daarom moet het worden berekend op basis van monsters met de doelverbindingen rond het vereiste minimumgehalte, en niet op basis van een signaal-ruisverhouding of een assayblanco.
- De bepaalbaarheidsgrens (LOQ) voor een bevestigingsmethode moet ongeveer een vijfde van het betrokken concentratieniveau bedragen.

6.6. Criteria voor de analyse

- Voor betrouwbare resultaten van bevestigings- of screeningsmethoden moet voor de TEQ-waarde respectievelijk de BEQ-waarde aan de volgende criteria zijn voldaan, ongeacht of het om TEQ totaal (som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's) of afzonderlijke waarden voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's gaat.

	Screening met bioanalytische of fysisch-chemische methoden	Bevestigingsmethoden
Fout-conformcijfer (*)	< 5 %	
Juistheid		> 20 % t/m 20 %
Herhaalbaarheid (RSD _p)	< 20 %	
Intralaboratorium-reproduceerbaarheid (RSD _R)	< 25 %	< 15 %

(*) met betrekking tot de maximumgehalten.

6.7. Specifieke voorschriften voor screeningsmethoden

- Voor een screening kunnen zowel GC/MS-methoden als bioanalytische methoden worden gebruikt. Voor GC/MS-methoden moeten de in punt 7 van deze bijlage beschreven voorschriften worden toegepast. Voor bioanalytische methoden op basis van cellen zijn specifieke voorschriften neergelegd in punt 8 van deze bijlage.
- Laboratoria die screeningsmethoden voor routinematige controles van monsters toepassen, moeten een nauwe samenwerking aangaan met laboratoria die de bevestigingsmethode toepassen.
- Verificatie van de prestaties van de screeningsmethode moet bij routinematige analyses plaatsvinden door middel van kwaliteitscontrole van de analyse en een voortdurende validering van de methode. Er moet een continu programma voor de controle van conforme resultaten zijn.
- *Controle op mogelijke onderdrukking van de celrespons en de cytotoxiciteit*

20 % van de monsterextracten moet in een routinescreening worden gemeten zonder toevoeging van 2,3,7,8-TCDD en met toevoeging van 2,3,7,8-TCDD overeenkomstig het betrokken concentratieniveau, teneinde te controleren of de respons mogelijk wordt onderdrukt door de aanwezigheid van storende stoffen in het monsterextract. De gemeten concentratie van het verrijkte monster wordt vergeleken met de som van de concentratie van het niet-verrijkte monster en de toegevoegde concentratie. Indien deze gemeten concentratie meer dan 25 % lager is dan de berekende (totale) concentratie bedraagt, is dit een aanwijzing voor een potentiële signaalonderdrukking; op het betrokken monster moet dan een bevestigingsanalyse met GC/HRMS worden uitgevoerd. De resultaten moeten worden gevolgd op kwaliteitscontrolekaarten.

- *Kwaliteitscontrole bij conforme monsters*

Ongeveer 2-10 % van de conforme monsters, afhankelijk van de aard van de monstrematrix en de ervaring van het laboratorium, moet door middel van GC/HRMS worden bevestigd.

- *Bepaling van fout-conformcijfers van QC-gegevens*

Het percentage fout-conforme resultaten van de screening van monsters onder en boven het maximumgehalte of de actiedrempel moet worden bepaald. Het fout-conformcijfer moet onder 5 % liggen.

Als de kwaliteitscontrole van conforme monsters minimaal 20 bevestigde resultaten per matrix/matrixgroep heeft opgeleverd, worden op grond van deze gegevens conclusies over het fout-conformcijfer getrokken. De resultaten van monsters die in ringonderzoeken of bij verontreinigingsincidenten zijn geanalyseerd en die een concentratiebereik tot bijvoorbeeld tweemaal het maximumgehalte bestrijken, mogen ook worden meegeteld bij de minimaal 20 resultaten ter bepaling van het fout-conformcijfer. De monsters moeten de meest voorkomende congenerpatronen, van diverse bronnen, bestrijken.

Hoewel screeningsassays vooral gericht zijn op het ontdekken van monsters boven de actiedrempel, is het criterium voor de bepaling van het fout-conformcijfer het maximumgehalte, waarbij rekening moet worden gehouden met de meetonzekerheid van de bevestigingsmethode.

- Potentiële niet-conforme resultaten van de screening moeten altijd worden geverifieerd door een bevestigingsmethode (GC/HRMS). Deze monsters kunnen ook worden gebruikt voor de bepaling van het percentage fout-niet-conforme resultaten. Bij screeningsmethoden is het fout-niet-conformcijfer het percentage resultaten die bij een GC/HRMS-bevestigingsanalyse conform blijken te zijn, terwijl bij de voorafgaande screening de verdenking was gerezen dat het monster niet-conform was. De evaluatie van het nut van de screeningsmethode moet evenwel worden gebaseerd op een vergelijking van het aantal fout-niet-conforme monsters met het totale aantal gecontroleerde monsters. Alleen als dit percentage laag genoeg is, is het gebruik van een screeningsinstrument zinvol.

— Bioanalytische methoden moeten in ieder geval onder valideringsomstandigheden een bruikbare indicatie geven van het TEQ-gehalte, berekend als en uitgedrukt in BEQ.

— Ook voor onder herhaalbaarheidsomstandigheden uitgevoerde bioanalytische methoden zal de herhaalbaarheid binnen hetzelfde laboratorium (RSD_r) in de regel geringer zijn dan de reproduceerbaarheid (RSD_R).

7. SPECIFIEKE VOORSCHRIFTEN VOOR SCREENINGS- EN BEVESTIGINGSMETHODEN (GC/HRMS)

7.1. Algemene voorschriften

— Voor levensmiddelen met een verontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g vet (gebaseerd op de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's) mag het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens niet meer dan 20 % bedragen. Voor levensmiddelen met een laag vetgehalte geldt hetzelfde bij een verontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g product. Voor geringe verontreinigingen, bv. 0,5 pg WHO-TEQ/g product, mag het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens 25-40 % bedragen.

7.2. Controle van de terugvinding

— Aan het begin van de analyseprocedure, bijvoorbeeld vóór de extractie, moeten ^{13}C -gelabelde 2,3,7,8-chloor-ge-substitueerde interne PCDD/F-standaarden en ^{13}C -gelabelde interne dioxineachtige pcb-standaarden worden toegevoegd om de analyseprocedure te valideren. Er moet ten minste één congeneer voor elk van de tetra- tot octagechloreerde homologe groepen voor PCDD's/PCDF's en ten minste één congeneer voor elk van de homologe groepen voor dioxineachtige pcb's worden toegevoegd (een andere mogelijkheid is het toevoegen van ten minste één congeneer voor elke voor de bepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's gebruikte massaspectrometrische meting van geselecteerde ionen). In het geval van bevestigingsmethoden moeten alle zeventien ^{13}C -gelabelde 2,3,7,8-ge-substitueerde interne PCDD/PCDF-standaarden en alle twaalf ^{13}C -gelabelde interne dioxineachtige pcb-standaarden worden gebruikt.

— De relatieve responsfactoren moeten ook worden bepaald voor congenen waarvoor geen ^{13}C -gelabeld analoog is toegevoegd onder gebruikmaking van geschikte ijkoplossingen.

— In geval van levensmiddelen van plantaardige oorsprong en levensmiddelen van dierlijke oorsprong die minder dan 10 % vet bevatten, moeten de interne standaarden vóór de extractie worden toegevoegd. Bij levensmiddelen van dierlijke oorsprong die meer dan 10 % vet bevatten, kunnen de interne standaarden hetzij voor, hetzij na de vetextractie worden toegevoegd. Er moet een geschikte validering van de extractie-efficiëntie worden uitgevoerd, afhankelijk van het stadium waarin interne standaarden worden geïntroduceerd en van de vraag of de resultaten op product- of vetbasis worden weergegeven.

— Voordat de GC/MS-analyse wordt uitgevoerd, moeten een of twee standaarden (surrogaten) worden toegevoegd ter bepaling van de terugvinding.

— Bepaling van de terugvinding is noodzakelijk. Voor bevestigingsmethoden moet de terugvinding van de verschillende interne standaarden tussen 60 en 120 % liggen. Lagere of hogere terugvindingspercentages voor bepaalde congenen, met name voor sommige hepta- en octagechloreerde dibenzo-p-dioxinen en dibenzofuranen, kunnen worden geaccepteerd mits hun bijdrage tot de TEQ-waarde niet meer dan 10 % van de totale TEQ-waarde (gebaseerd op de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's) bedraagt. Voor GC/MS-screeningsmethoden moet de terugvinding tussen 30 en 140 % liggen.

7.3. Verwijdering van storende stoffen

— De PCDD's/PCDF's moeten met behulp van geschikte chromatografische technieken (bij voorkeur met behulp van een florisil-, aluminiumoxide- en/of koolstofkolom) worden gescheiden van storende chloorverbindingen zoals niet-dioxineachtige pcb's en gechloreerde difenylethers.

— De gaschromatografische scheiding van de isomeren moet voldoende zijn (< 25 % piek-piek tussen 1,2,3,4,7,8-HxCDF en 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

7.4. Ijking met standaardkromme

— De ijkcurve moet het relevante concentratiebereik bestrijken.

8. SPECIFIEKE VOORSCHRIFTEN VOOR BIOANALYTISCHE METHODEN

Bioanalytische methoden zijn methoden die zijn gebaseerd op het gebruik van biologische principes zoals assays op basis van cellen of receptoren of immunoassays. In dit punt 8 worden algemene voorschriften voor bioanalytische methoden vastgesteld.

Een screeningsmethode bestempelt een monster in beginsel als conform dan wel als verdacht niet-conform. Daartoe wordt het berekende BEQ-gehalte vergeleken met de afkapwaarde (zie punt 8.3). Monsters onder de afkapwaarde worden conform verklaard en monsters boven of gelijk aan de afkapwaarde worden ervan verdacht niet-conform te zijn en moeten geanalyseerd worden met behulp van een bevestigingsmethode. In de praktijk kan een BEQ-gehalte van tweederde van het maximumgehalte worden aangehouden als meest geschikte afkapwaarde om een fout-conformcijfer van minder dan 5 % en een aanvaardbaar fout-niet-conformcijfer te krijgen. Aangezien er afzonderlijke maximumgehalten voor PCDD's/PCDF's en voor de som van PCDD/F's en dioxineachtige pcb's zijn, zijn voor de controle op de conformiteit van monsters zonder fractionering geschikte bioassay-afkapwaarden voor PCDD's/PCDF's nodig. Voor de controle van monsters die de actiedrempels overschrijden, kan een passend percentage van het respectieve betrokken concentratieniveau als afkapwaarde worden gehanteerd.

Bovendien kan bij bepaalde bioanalytische methoden een indicatief gehalte in BEQ worden gegeven voor monsters binnen het werkbereik die de rapportagegrens overschrijden (zie de punten 8.1.1 en 8.1.6).

8.1. Evaluatie van de testrespons

8.1.1. Algemene voorschriften

- Wanneer de concentraties op basis van een TCDD-ijkkromme worden berekend, zullen de waarden aan het onder- en bovenind van de kromme een grote variatie (grote variatiecoëfficiënt (CV)) te zien geven. Het werkbereik is het gebied waar deze CV kleiner is dan 15 %. Het onderind van het werkbereik (rapportagegrens) moet bovendien ruimschoots (ten minste een factor drie) boven de procedureblanco's worden vastgesteld. Het bovenind van het werkbereik ligt gewoonlijk bij de EC₇₀-waarde (70 % van de maximale effectieve concentratie), maar lager als de CV in dit gebied hoger is dan 15 %. Het werkbereik moet bij de validering worden vastgesteld. De afkapwaarden (punt 8.3) moeten ruimschoots binnen het werkbereik liggen.
- Standaardoplossingen en monsterextracten moeten ten minste in duplo worden getest. Bij duploanalyses moet een standaardoplossing of een controle-extract bij een test in vier à zes putjes verdeeld over de plaat een respons of een concentratie (alleen mogelijk binnen het werkbereik) te zien geven op basis van een CV < 15 %.

8.1.2. Ijking

8.1.2.1. Ijking met standaardkromme

- Het gehalte in monsters kan worden geschat door de testrespons te vergelijken met een ijkkromme van TCDD (of PCB 126 of een standaardmengsel van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's), teneinde het BEQ-gehalte in het extract en vervolgens in het monster te berekenen.
- Ijkkrommen moeten betrekking hebben op 8-12 concentraties (in elk geval in duplo) met voldoende concentraties in het onderste deel van de kromme (het werkbereik). Er moet speciale aandacht worden besteed aan de kwaliteit van de fitting van de kromme in het werkbereik. Bij niet-lineaire regressie is de R²-waarde niet of nauwelijks van nut om de juistheid van de fitting te schatten. Een betere fitting wordt bereikt door het verschil tussen de berekende en de waargenomen gehalten in het werkbereik van de kromme te minimaliseren (bv. door de residuele kwadratenom zo klein mogelijk te maken).
- Het geschatte gehalte in het monsterextract wordt vervolgens gecorrigeerd voor het BEQ-gehalte dat voor een matrix-/oplosmiddelblanco is berekend (om te corrigeren voor verontreinigingen afkomstig van de gebruikte oplosmiddelen en chemicaliën), en voor de schijnbare terugvinding (berekend uit het BEQ-gehalte van geschikte referentiemonsters met een representatief congeniepatroon rond het betrokken concentratieniveau). Om voor de terugvinding te kunnen corrigeren moet de schijnbare terugvinding steeds binnen het betreffende meetgebied liggen (zie punt 8.1.4). Referentiemonsters die voor de correctie van de terugvinding worden gebruikt, moeten voldoen aan de in punt 8.2 gestelde eisen.

8.1.2.2. Ijking met referentiemonsters

Ook kan gebruik worden gemaakt van een ijkkromme van ten minste vier referentiemonsters rond het betrokken concentratieniveau (zie punt 8.2: één matrixblanco plus drie referentiemonsters bij 0,5, 1,0 en 2,0 maal het betrokken concentratieniveau), waardoor het niet nodig is te corrigeren voor blanco en terugvinding. In dit geval kan de testrespons die overeenkomt met tweederde van het maximumgehalte (zie punt 8.3) rechtstreeks uit deze monsters worden berekend en als afkapwaarde worden gebruikt. Voor de controle van monsters die de actiedrempels overschrijden, kan een passend percentage van deze actiedrempels als afkapwaarde worden gebruikt.

8.1.3. Afzonderlijke bepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's

Extracten kunnen worden gesplitst in fracties die PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's bevatten, waardoor het gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's afzonderlijk (in BEQ) kan worden aangegeven. Bij voorkeur moet voor de evaluatie van de resultaten voor de fractie met dioxineachtige pcb's gebruik worden gemaakt van een standaardijkkromme voor PCB 126.

8.1.4. *Schijnbare terugvinding bij bioassays*

De „schijnbare terugvinding bij bioassays” moet worden berekend aan de hand van geschikte referentiemonsters met representatieve congenerpatronen rond het betrokken concentratieniveau, en uitgedrukt als het aandeel van het BEQ-gehalte in het TEQ-gehalte (in %). Afhankelijk van het type assay en de TEF's⁽¹⁾ die gebruikt zijn, kunnen de verschillen tussen de TEF- en de REP-factor voor dioxineachtige pcb's ertoe leiden dat de schijnbare terugvinding voor dioxineachtige pcb's in verhouding tot die voor PCDD's/PCDF's gering is. Als de PCDD's/PCDF's en de dioxineachtige pcb's afzonderlijk worden bepaald, moet de schijnbare terugvinding bij bioassays daarom voor dioxineachtige pcb's 25-60 % en voor PCDD's/PCDF's 50-130 % bedragen (deze intervallen gelden voor TCDD-ijkkrommen). Omdat het aandeel van dioxineachtige pcb's in de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's naargelang de matrices en monsters kan variëren, komt het interval voor de schijnbare terugvinding bij bioassays voor die som op 30-130 %.

8.1.5. *Controle van de terugvinding in verband met opzuivering*

- Bij de validering moet worden nagegaan of bij de opzuivering verbindingen verloren zijn gegaan. Een blancomonster dat is verrijkt met een mengsel van de verschillende congenen, moet worden opgezuiverd (ten minste $n = 3$), waarna de terugvinding en de variabiliteit door middel van een GC/HRMS-analyse moeten worden gecontroleerd. Voor congenen die in verschillende mengsels meer dan 10 % aan het TEQ-gehalte bijdragen, moet de terugvinding tussen 60 en 120 % bedragen.

8.1.6. *Rapportagegrens*

- Wanneer BEQ-gehalten worden gerapporteerd, moet een rapportagegrens worden vastgesteld aan de hand van de desbetreffende matrixmonsters met kenmerkende congenerpatronen, maar wegens de geringe precisie in het onder eind van de ijkkromme van de standaarden niet aan de hand van die kromme. Er moet rekening worden gehouden met effecten van de extractie en opzuivering. De rapportagegrens moet ruimschoots (ten minste een factor drie) boven de procedureblanco's worden vastgesteld.

8.2. **Gebruik van referentiemonsters**

- Referentiemonsters moeten representatief zijn voor de monstermatrix, de congenerpatronen en de concentratiebereiken voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's rond het betrokken niveau (maximumgehalte of actiedrempel).
- Elke testserie moet een procedureblanco, of bij voorkeur een matrixblanco, en een referentiemonster voor het betrokken concentratieniveau bevatten. Deze monsters moeten op hetzelfde tijdstip en onder identieke omstandigheden worden geëxtraheerd en getest. De respons van het referentiemonster moet duidelijk hoger zijn dan die van het blancomonster, zodat de geschiktheid van de test gewaarborgd is. Deze monsters kunnen worden gebruikt voor de correctie voor blanco en terugvinding.
- De referentiemonsters die voor de correctie voor terugvinding zijn gekozen, moeten representatief zijn voor de testmonsters, wat betekent dat de congenerpatronen niet tot een onderschatting van het gehalte mogen leiden.
- Er kunnen extra referentiemonsters met een concentratie van bijvoorbeeld 0,5 en 2 maal het betrokken concentratieniveau worden onderzocht om aan te tonen dat de test in het voor de controle van het betrokken concentratieniveau relevante bereik voldoet. In combinatie kunnen deze monsters worden gebruikt voor de berekening van de BEQ-gehalten in testmonsters (punt 8.1.2.2).

8.3. **Bepaling van afkapwaarden**

Het verband tussen de bioanalytische resultaten in BEQ en de GC/HRMS-resultaten in TEQ moet worden vastgesteld (bv. door matrix-gematchte ijkeperimenten met referentiemonsters die met 0, 0,5, 1 en 2 maal het maximumgehalte zijn verrijkt en die voor elke concentratie zesmaal worden onderzocht ($n = 24$)). Aan de hand van dit verband kunnen de correctiefactoren (voor blanco en terugvinding) worden geschat, maar deze moeten in elke testreeks worden gecontroleerd door gebruik te maken van procedure-/matrixblanco's en terugvindingsmonsters (punt 8.2).

Er worden afkapwaarden vastgesteld om te beslissen of een monster in overeenstemming is met de maximumgehalten of om, indien van belang, actiedrempels te controleren, waarbij de betrokken concentratieniveaus hetzij voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's afzonderlijk, hetzij voor de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's worden vastgesteld. Het gaat hierbij om het *onderste* eindpunt van de verdeling van de bioanalytische resultaten (gecorrigeerd voor blanco en terugvinding) en zij komen overeen met de GC/HRMS-beslissingsgrens die is gebaseerd op een betrouwbaarheidsniveau van 95 %, hetgeen betekent dat het fout-conformcijfer < 5 % bedraagt, en op een $RSD_R < 25$ %. De GC/HRMS-beslissingsgrens is het maximumgehalte, rekening houdend met de meetonzekerheid.

In de praktijk kan de afkapwaarde (in BEQ) op een van de volgende manieren worden berekend (zie figuur 1).

⁽¹⁾ De eisen zijn nu gebaseerd op de TEF's die zijn gepubliceerd in: M. van den Berg e.a., *Toxicol Sci* 93 (2), 223-241 (2006).

8.3.1. Gebruik van het *onderste* deel van het 95 %-voorspellingsinterval bij de GC/HRMS-beslissingsgrens

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

waarbij:

BEQ_{DL} BEQ die overeenkomt met de GC/HRMS-beslissingsgrens, namelijk het maximumgehalte inclusief de meetonzekerheid

$s_{y,x}$ reststandaardafwijking

$t_{\alpha, f=m-2}$ Studentfactor ($\alpha = 5 \%$, $f =$ aantal vrijheidsgraden, eenzijdig)

m totaal aantal ijkpunten (index j)

n aantal herhalingen per gehalte

x_i GC/HRMS-monsterconcentratie (in TEQ) van ijkpunt i

$\bar{x}$ gemiddelde van de concentraties (in TEQ) van alle ijkmonsters

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2 \text{ kwadratensom, } i = \text{index voor ijkpunt } i.$$

8.3.2. Berekening aan de hand van bioanalytische resultaten (gecorrigeerd voor blanco en terugvinding) van meervoudige analyses van monsters ($n \geq 6$), met een mate van verontreiniging die rond de GC/HRMS-beslissingsgrens ligt, als *onderste* eindpunt van de gegevensverdeling bij de desbetreffende gemiddelde BEQ-waarde:

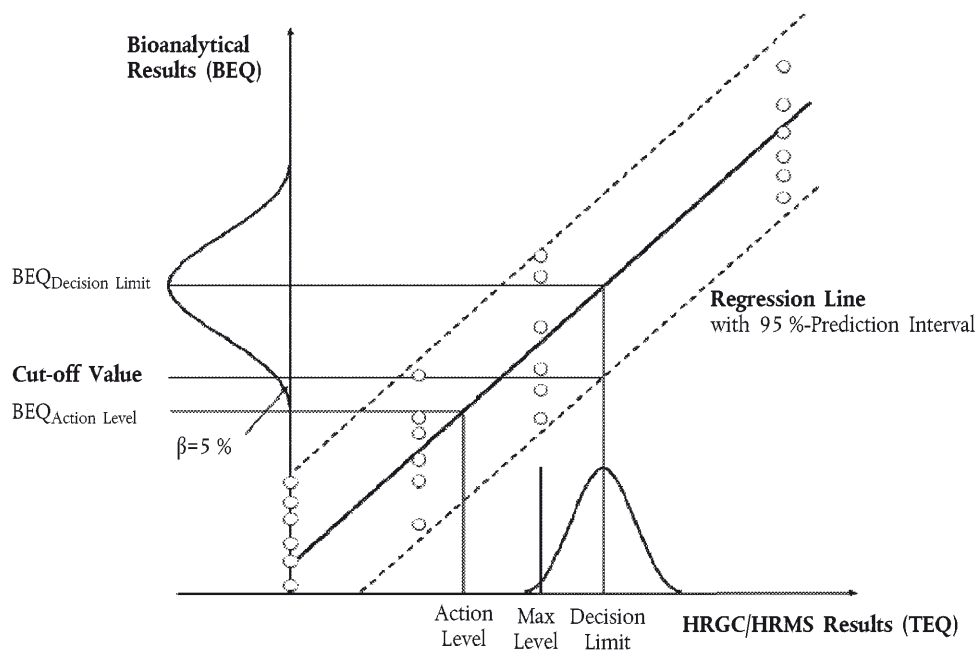
$$\text{afkapwaarde} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

waarbij:

SD_R standaardafwijking van de bioassayresultaten bij BEQ_{DL} , gemeten onder intralaboratorium-reproduceerbaarheidsomstandigheden.

8.3.3. Berekening als gemiddelde waarde van bioanalytische resultaten (in BEQ, gecorrigeerd voor blanco en terugvinding) van meervoudige analyses van monsters ($n \geq 6$), met een mate van verontreiniging die op tweederde van het betrokken concentratieniveau ligt. Dit is gebaseerd op de waarneming dat dit niveau op ongeveer de overeenkomstig 8.3.1 of 8.3.2 vastgestelde afkapwaarde ligt.

Figuur 1



Berekening van de afkapwaarden op basis van een betrouwbaarheidsniveau van 95 %, hetgeen betekent dat het fout-conformcijfer $< 5 \%$ bedraagt, en op een $RSD_R < 25 \%$: 1. aan de hand van het *onderste* deel van het 95 %-voorspellingsinterval bij de HRGC/HRMS-beslissingsgrens, 2. aan de hand van meervoudige analyses van monsters ($n \geq 6$), met een mate van verontreiniging die rond de HRGC/HRMS-beslissingsgrens ligt, als *onderste* eindpunt van de gegevensverdeling (in de figuur een gausskromme) bij de desbetreffende gemiddelde BEQ-waarde.

8.3.4. Beperkingen van afkapwaarden

De afkapwaarden op basis van BEQ, die zijn berekend aan de hand van de bij de validering met behulp van een beperkt aantal monsters met verschillende matrix/congeneerpatronen verkregen RSD_R , kunnen hoger zijn dan de betrokken concentratieniveaus op basis van TEQ, omdat de precisie in dat geval groter is dan mogelijk is bij een routineonderzoek waarbij een onbekend spectrum van mogelijke congeneerpatronen moet worden gecontroleerd. In dat geval moet de afkapwaarde worden berekend op basis van $RSD_R = 25 \%$, of bij voorkeur worden gesteld op tweederde van het betrokken concentratieniveau.

8.4. Prestatiekenmerken

- Aangezien bij bioanalytische methoden geen interne standaarden kunnen worden gebruikt, moeten herhaalbaarheidstests worden uitgevoerd om gegevens te verkrijgen over de standaardafwijking binnen een testreeks en tussen testreeksen. De herhaalbaarheid moet onder de 20 % liggen en de intralaboratorium-reproduceerbaarheid onder de 25 %. Dit moet worden gebaseerd op de berekende BEQ-niveaus na correctie voor blanco en terugvinding.
- Als onderdeel van het valideringsproces moet worden aangetoond dat met de test een onderscheid kan worden gemaakt tussen een blancomonster en een gehalte rond de afkapwaarde, zodat monsters die boven de desbetreffende afkapwaarde liggen, kunnen worden herkend (zie punt 8.1.2).
- De doelverbindingen, de mogelijke storingen en de maximaal toelaatbare blancowaarden moeten worden vastgesteld.
- De standaardafwijking van de respons of van de op grond van de respons berekende concentratie (alleen mogelijk in het werkbereik) mag bij een triplobepaling van een monsterextract niet meer dan 15 % bedragen.
- De niet-gecorrigeerde resultaten van het (de) referentiemonster(s) in BEQ (blanco en betrokken concentratieniveau) moeten worden gebruikt voor de evaluatie van de prestaties van de bioanalytische methode gedurende een constant tijdsinterval.
- Voor procedureblanco's en voor elk type referentiemonster moeten kwaliteitscontrolekaarten (QC-kaarten) worden bijgehouden en gecontroleerd om na te gaan of de prestatie van de analyse in overeenstemming is met de voorschriften; dit geldt met name voor procedureblanco's met betrekking tot het vereiste minimumverschil met het onderend van het werkbereik en voor referentiemonsters met betrekking tot de intralaboratorium-reproduceerbaarheid. Procedureblanco's moeten goed worden gecontroleerd om fout-conforme resultaten te vermijden wanneer zij worden afgetrokken.
- De resultaten van de GC/HRMS-analyses van verdachte monsters en 2-10 % van de conforme monsters (minimaal 20 monsters per matrix) moeten worden verzameld en gebruikt om de prestaties van de screeningsmethode en het verband tussen BEQ en TEQ te evalueren. Deze gegevensbasis kan worden gebruikt voor een nieuwe evaluatie van afkapwaarden die van toepassing zijn op routinemonsters voor de gevalideerde matrices.
- Een succesvolle prestatie van de methode kan ook worden aangetoond door deelneming aan ringonderzoeken. De resultaten van in ringonderzoeken geanalyseerde monsters met een concentratiebereik tot bijvoorbeeld tweemaal het maximumgehalte kunnen ook deel uitmaken van de evaluatie van het fout-conformcijfer indien een laboratorium de succesvolle prestaties ervan kan aantonen. De monsters moeten de meest voorkomende congeneerpatronen, van diverse bronnen, bestrijken.
- Bij incidenten kunnen de afkapwaarden opnieuw worden geëvalueerd, zodat zij overeenkomen met de specifieke matrix- en congeneerpatronen van alleen dat incident.

9. RAPPORTAGE VAN DE RESULTATEN

Bevestigingsmethoden

- Voor zover de gebruikte analyseprocedure dit toelaat, moeten de analyseresultaten de concentratieniveaus van de afzonderlijke PCDD/PCDF- en dioxineachtige-pcb-congeneren bevatten en worden gerapporteerd als ondergrens, bovengrens en middenwaarde, teneinde zo veel mogelijk details te verstrekken om de resultaten naargelang de gestelde eisen te kunnen interpreteren.
- In het rapport moet ook worden vermeld welke methode voor de extractie van PCDD's/PCDF's, dioxineachtige pcb's en lipiden is gebruikt. Het lipidegehalte van het monster moet worden vastgesteld en gerapporteerd voor monsters van levensmiddelen met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten of actiedrempels en een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving); voor andere monsters is bepaling van het lipidegehalte facultatief.

- De terugvindingspercentages van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld wanneer zij buiten het in punt 7,2 aangegeven bereik liggen, wanneer het maximumgehalte wordt overschreden en in andere gevallen op verzoek.
- Daar de meetonzekerheid bij de beslissing of het monster aan de eisen voldoet, in aanmerking moet worden genomen, moet deze parameter ook ter beschikking worden gesteld. Derhalve dienen de analyseresultaten te worden vermeld als $x \pm U$, waarbij x het analyseresultaat is en U de uitgebreide meetonzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen. Bij een afzonderlijke bepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's moet de som van de geschatte uitgebreide onzekerheid van de afzonderlijke analyseresultaten van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's worden gebruikt voor de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's.
- Als de meetonzekerheid door de toepassing van CCa (zie bijlage II, punt IV.2) in aanmerking wordt genomen, dient deze parameter te worden aangegeven.
- De resultaten moeten in dezelfde eenheden en met (minimaal) hetzelfde aantal significante cijfers worden weergegeven als de in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalten.

Bioanalytische screeningsmethoden

- Het resultaat van de screening dient als hetzij conform, hetzij verdacht niet-conform („verdacht”) te worden opgegeven.
 - Daarnaast kan een resultaat voor PCDD's/PCDF's en/of dioxineachtige pcb's worden gegeven in bioanalytische equivalenten (BEQ) (niet TEQ) (zie bijlage III, punt 2).
 - Als de meetonzekerheid van het berekende BEQ-gehalte bijvoorbeeld als standaardafwijking wordt gegeven, moet deze worden gebaseerd op ten minste een triploanalyse (inclusief extractie, opzuivering en bepaling van de testrespons) van het monster.
 - Monsters met een respons onder de rapportagegrens moeten als zodanig worden aangegeven.
 - Voor elk type monstermatrix moet in het rapport worden vermeld op welk betrokken concentratieniveau (maximumgehalte, actiedrempel) de evaluatie gebaseerd is.
 - In het rapport moeten het toegepaste testtype, het eraan ten grondslag liggende testbeginsel en de wijze van ijking worden vermeld.
 - In het rapport moet ook worden vermeld welke methode voor de extractie van PCDD's/PCDF's, dioxineachtige pcb's en lipiden is gebruikt. Het lipidegehalte van het monster moet worden vastgesteld en gerapporteerd voor monsters van levensmiddelen met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten of actiedrempels en een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving); voor andere monsters is bepaling van het lipidegehalte facultatief.
-

Aanhangsel van BIJLAGE III

WHO-TEFs voor de beoordeling van de risico's voor de mens, gebaseerd op de conclusies van de Wereldgezondheidsorganisatie (WHO) — bijeenkomst van deskundigen van het Internationaal Programma voor chemische veiligheid (IPCS) in juni 2005 in Genève (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))

Congeneer	TEF-waarde	Congeneer	TEF-waarde
Dibenzo-p-dioxinen (PCDD's)		„Dioxineachtige” pcb's: non-ortho-pcb's en mono-ortho-pcb's	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Non-ortho-pcb's</i>	
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		
Dibenzofuranen (PCDF's)		<i>Mono-ortho-pcb's</i>	
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-eCDF	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		

Gebruikte afkortingen: „T” = tetra; „Pe” = penta; „Hx” = hexa; „Hp” = hepta; „O” = octa; „CDD” = chloordibenzodioxine; „CDF” = chloordibenzofuran; „CB” = chloorbifenyl.

BIJLAGE IV

Monstervoorbereiding en voorschriften voor analysemethoden die worden gebruikt bij de officiële controle van het gehalte aan niet-dioxineachtige pcb's (PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180) in bepaalde levensmiddelen**1. Toe te passen detectiemethoden**

Gaschromatografie/elektronenvangstdetectie (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS of gelijkwaardige methoden.

2. Identificatie en bevestiging van de te bepalen analyten

— Retentietijd ten opzichte van interne of referentiestandaarden (aanvaardbare afwijking $\pm 0,25$ %).

— Gaschromatische scheiding van alle zes indicator-pcb's (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 en PCB 180) van storende stoffen, en vooral co-eluerende pcb's, in het bijzonder als het gehalte in de monsters in de buurt van de wettelijke grenswaarden ligt en niet-conformiteit moet worden bevestigd.

Noot: Congeneren die vaak co-elueren zijn bv. PCB 28/31, PCB 52/69 en PCB 138/163/164. Bij GC/MS moet ook rekening worden gehouden met eventuele storingen van fragmenten van hoger gechlorideerde congenen.

— Voor GC/MS-technieken:

— monitoring van ten minste:

— twee specifieke ionen voor HRMS,

— twee specifieke ionen met $m/z > 200$ of drie specifieke ionen met $m/z > 100$ voor LRMS,

— één precursorion en twee productionen voor MS-MS;

— maximaal toegestane toleranties voor isotopenverhoudingen voor geselecteerde massafragmenten:

relatieve afwijking van de isotopenverhouding van geselecteerde massafragmenten van de theoretische abundantie of de ijkstandaard voor het doelion (gemonitord ion met de grootste abundantie) en voor qualifierion(en):

Relatieve intensiteit van qualifier-ion(en) in verhouding tot doelion	GC-EI-MS (relatieve afwijking)	CI-GC-MS, GC-MS ⁿ (relatieve afwijking)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % t/m 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % t/m 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(*) Voldoende aantal massafragmenten met een relatieve intensiteit > 10 % aanwezig; derhalve wordt niet aanbevolen qualifierion(en) met een relatieve intensiteit van minder dan 10 % in verhouding tot het doelion te gebruiken.

— Voor GC/ECD:

bevestiging van resultaten boven de tolerantiegrens, aan de hand van twee GC-kolommen met stationaire fasen van verschillende polariteit.

3. Aantonen van de prestaties van de methode

Validering binnen het relevante concentratiebereik (0,5 tot 2 maal het betrokken concentratieniveau) met een aanvaardbare variatiecoëfficiënt voor herhaalde analyse (zie de voorschriften voor de intermediaire precisie in punt 8).

4. Bepaalbaarheidsgrens

De blancowaarden mogen niet hoger zijn dan 30 % van het verontreinigingsniveau dat overeenkomt met het maximumgehalte ⁽¹⁾.

5. Kwaliteitscontrole

Regelmatige blancocontroles, analyse van verrijkte monsters, monsters voor kwaliteitscontrole, deelname aan interlaboratoriumonderzoeken voor relevante matrices.

⁽¹⁾ Een geringere bijdrage van het blancogehalte van het reagens aan het verontreinigingsgehalte van het monster is zeer aan te bevelen. Het laboratorium moet de variatie van de blancogehalten controleren, vooral als deze worden afgetrokken.

6. Controle van terugvindingen

- Gebruik van geschikte interne standaarden met fysisch-chemische eigenschappen die vergelijkbaar zijn met die van de betrokken analyten.
- Toevoeging van interne standaarden:
 - toevoeging aan producten (vóór extractie en opzuivering),
 - toevoeging ook mogelijk aan geëxtraheerd vet (vóór opzuivering), indien het maximumgehalte op basis van het vetgehalte wordt uitgedrukt.
- Voorschriften voor methoden waarbij alle zes met een isotoop gemerkte indicator-pcb-congeneren worden gebruikt:
 - correctie van de resultaten voor de terugvinding van de interne standaarden,
 - de algemeen aanvaardbare terugvindingen van met een isotoop gemerkte interne standaarden liggen tussen 50 en 120 %,
 - geringere of grotere terugvindingen voor afzonderlijke congenen die minder dan 10 % van de som van de zes indicator-pcb's uitmaken, zijn aanvaardbaar.
- Voorschriften voor methoden waarbij niet alle zes met een isotoop gemerkte interne standaarden dan wel andere interne standaarden worden gebruikt:
 - controle van de terugvinding van de interne standaard(en) voor elk monster,
 - aanvaardbare terugvindingen van de interne standaard(en) tussen 60 en 120 %,
 - correctie van de resultaten voor de terugvinding van de interne standaarden.
- De terugvindingen van ongemerkte congenen moeten worden gecontroleerd met behulp van verrijkte monsters of kwaliteitscontrolemonsters met een concentratie binnen het betrokken concentratiebereik. Aanvaardbare terugvindingen voor deze congenen liggen tussen 70 en 120 %.

7. Voorschriften voor laboratoria

Ingevolge Verordening (EG) nr. 882/2004 moeten de laboratoria door een erkende instantie die werkt volgens ISO-handleiding 58 geaccrediteerd zijn om te garanderen dat zij kwaliteitsborging op hun analyses toepassen. De laboratoria moeten geaccrediteerd zijn overeenkomstig de norm ISO/IEC 17025.

8. Prestatiekenmerken: criteria voor de som van de zes indicator-pcb's op het betrokken concentratieniveau

Juistheid	– 30 % t/m + 30 %
Intermediaire precisie (RSD %)	≤ 20 %
Verskil tussen berekening voor boven- en ondergrens	≤ 20 %

9. Rapportage van de resultaten

- Voor zover de gebruikte analyseprocedure dit toelaat, moeten de analyseresultaten de concentratieniveaus van de afzonderlijke pcb-congeneren bevatten en worden gerapporteerd als ondergrens, bovengrens en middenwaarde teneinde zo veel mogelijk details te verstrekken om de resultaten naargelang de gestelde eisen te kunnen interpreteren.
- In het rapport moet ook worden vermeld welke methode voor de extractie van pcb's en lipiden is gebruikt. Het lipidegehalte van het monster moet worden vastgesteld en gerapporteerd voor monsters van levensmiddelen met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten en een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving); voor andere monsters is bepaling van het lipidegehalte facultatief.
- De terugvindingspercentages van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld wanneer zij buiten het in punt 6 aangegeven bereik liggen, wanneer het maximumgehalte wordt overschreden en in andere gevallen op verzoek.
- Daar de meetonzekerheid bij de beslissing of het monster aan de eisen voldoet, in aanmerking moet worden genomen, moet deze parameter ook ter beschikking worden gesteld. Derhalve dienen de analyseresultaten te worden vermeld als $x \pm U$, waarbij x het analyseresultaat is en U de uitgebreide meetonzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen.
- Als de meetonzekerheid door de toepassing van CCα (zie bijlage II, punt IV.1) in aanmerking wordt genomen, dient deze parameter te worden aangegeven.
- De resultaten moeten in dezelfde eenheden en met (minimaal) hetzelfde aantal significante cijfers worden weergegeven als de in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalten.