

**VERORDENING (EU) 2017/644 VAN DE COMMISSIE****van 5 april 2017****tot vaststelling van bemonsterings- en analysemethoden voor de controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EU) nr. 589/2014****(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 <sup>(1)</sup>, en met name artikel 11, lid 4,

Overwegende hetgeen volgt:

- (1) Bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 van de Commissie <sup>(2)</sup> zijn maximumgehalten aan niet-dioxineachtige polychloorbifenylen (pcb's), dioxinen en furanen en maximumwaarden voor de som van dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen vastgesteld.
- (2) In Aanbeveling 2013/711/EU van de Commissie <sup>(3)</sup> zijn 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 terug te dringen. Die actiedrempels zijn een instrument dat door de bevoegde autoriteiten en de exploitanten wordt gebruikt om te bepalen in welke gevallen het wenselijk is een bron van verontreiniging op te sporen en de nodige maatregelen te nemen om deze te reduceren of te elimineren.
- (3) Verordening (EU) nr. 589/2014 van de Commissie <sup>(4)</sup> bevat specifieke bepalingen betreffende de bemonsteringsprocedure en de analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's.
- (4) De bij deze verordening vastgestelde bepalingen gelden alleen voor de bemonstering en analyse van dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's ter uitvoering van Verordening (EG) nr. 1881/2006 en Aanbeveling 2013/711/EU. 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 <sup>(5)</sup>. Evenmin zijn zij van invloed op de criteria voor gerichte bemonstering zoals vastgesteld bij Beschikking 98/179/EG van de Commissie <sup>(6)</sup>.
- (5) Het is aangewezen ervoor te zorgen dat de exploitanten van levensmiddelenbedrijven bij het uitvoeren van de controles uit hoofde van artikel 4 van Verordening (EG) nr. 852/2004 van het Europees Parlement en de Raad <sup>(7)</sup> bemonsteringsprocedures toepassen die gelijkwaardig zijn met de in de onderhavige verordening vervatte bemonsteringsprocedures om de representativiteit van de voor deze controles genomen monsters te waarborgen. Bovendien heeft het referentielaboratorium van de Europese Unie voor dioxinen en pcb's bewijsmateriaal overgelegd waaruit blijkt dat de analyseresultaten in bepaalde gevallen niet betrouwbaar zijn wanneer de in de onderhavige verordening bepaalde prestatiecriteria bij de analyse van monsters die de exploitanten van levensmiddelenbedrijven uit hoofde van artikel 4 van Verordening (EG) nr. 852/2004 hebben genomen, door laboratoria niet worden toegepast. Daarom is het aangewezen de toepassing van de prestatiecriteria ook voor de analyse van die monsters te verplichten.

<sup>(1)</sup> PB L 165 van 30.4.2004, blz. 1.

<sup>(2)</sup> Verordening (EG) nr. 1881/2006 van de Commissie van 19 december 2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen (PB L 364 van 20.12.2006, blz. 5).

<sup>(3)</sup> Aanbeveling 2013/711/EU van de Commissie van 3 december 2013 inzake de reductie van de aanwezigheid van dioxinen, furanen en pcb's in levensmiddelen en diervoeders (PB L 323 van 4.12.2013, blz. 37).

<sup>(4)</sup> Verordening (EU) nr. 589/2014 van de Commissie van 2 juni 2014 tot vaststelling van bemonsterings- en analysemethoden voor de controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen en tot intrekking van Verordening (EU) nr. 252/2012 (PB L 164 van 3.6.2014, blz. 18).

<sup>(5)</sup> 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 85/358/EEG en 86/469/EEG en de Beschikkingen 89/187/EEG en 91/664/EEG (PB L 125 van 23.5.1996, blz. 10).

<sup>(6)</sup> 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 (PB L 65 van 5.3.1998, blz. 31).

<sup>(7)</sup> Verordening (EG) nr. 852/2004 van het Europees Parlement en de Raad van 29 april 2004 inzake levensmiddelenhygiëne (PB L 139 van 30.4.2004, blz. 1).

- (6) Aangezien de methode op grond van Beschikking 2002/657/EG van de Commissie <sup>(1)</sup>, waarbij wordt uitgegaan van een beslissingsgrens die garandeert dat een analyseresultaat het maximumgehalte met een bepaalde kans overschrijdt, niet langer wordt toegepast bij de analyse van dioxinen en pcb's in levensmiddelen, is het aangewezen deze methode in te trekken en uitsluitend de methode te behouden die uitgaat van de uitgebreide onzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen.
- (7) Het is aangewezen ook te voorzien in specifieke rapportagevereisten voor fysisch-chemische screeningsmethoden, in overeenstemming met de rapportagevereisten voor bioanalytische screeningsmethoden.
- (8) Aangezien de analyses van dioxinen en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's in de meeste gevallen samen worden uitgevoerd, is het aangewezen de prestatiecriteria voor niet-dioxineachtige pcb's af te stemmen op die voor dioxinen en dioxineachtige pcb's. Dit is een vereenvoudiging, zonder ingrijpende wijzigingen van de praktijk, aangezien de relatieve intensiteit van qualifier-ionen in verhouding tot doelionen in het geval van niet-dioxineachtige pcb's meer dan 50 % bedraagt.
- (9) Voorts worden verschillende andere kleine wijzigingen van de huidige bepalingen voorgesteld; derhalve moet Verordening (EU) nr. 589/2014 worden ingetrokken en vervangen door een nieuwe verordening om de leesbaarheid van de tekst te bewaren.
- (10) De in deze verordening vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor planten, dieren, levensmiddelen en diervoeders,

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 de onderhavige verordening uitgevoerd.

#### *Artikel 3*

De monstervoorbereiding en de analyses ten behoeve van de 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 de onderhavige verordening uitgevoerd.

#### *Artikel 4*

De analyses ten behoeve van de 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 de onderhavige verordening uitgevoerd.

#### *Artikel 5*

Verordening (EU) nr. 589/2014 wordt ingetrokken.

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

<sup>(1)</sup> 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 (PB L 221 van 17.8.2002, blz. 8).

---

*Artikel 6*

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

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

Gedaan te Brussel, 5 april 2017.

*Voor de Commissie*  
*De voorzitter*  
Jean-Claude JUNCKER

---

## BIJLAGE I

## DEFINITIES EN AFKORTINGEN

## I. DEFINITIES

Voor de toepassing van deze verordening gelden de definities zoals vastgesteld in bijlage I bij Beschikking 2002/657/EG.

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 2013/711/EU, bij overschrijding waarvan een onderzoek naar de bron van die stof moet worden ingesteld;
- 1.2. „screeningsmethoden”: methoden die worden gebruikt voor de selectie van monsters met een gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's dat de maximumgehalten of de actiedrempels overschrijdt. Hierbij moet een kosteneffectieve doorvoer van een groot aantal monsters mogelijk zijn, zodat de kans groter is dat nieuwe gevallen worden ontdekt waarbij hoge blootstelling tot gezondheidsrisico's voor de consument kan leiden. Screeningsmethoden moeten op bioanalytische of GC-MS-methoden gebaseerd zijn. De resultaten van monsters waarbij de vastgestelde afkapwaarde voor de controle op de naleving van het maximumgehalte wordt overschreden, moeten worden geverifieerd door een volledige heranalyse door middel van een bevestigingsmethode, uitgaande van het oorspronkelijke monster;
- 1.3. „bevestigingsmethoden”: methoden die volledige of aanvullende informatie leveren voor de ondubbelzinnige identificatie en bepaling van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's op het maximumgehalte of, zo nodig, op de actiedrempel. Bij die methoden wordt gaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometrie (GC-HRMS) of gaschromatografie/tandemmassaspectrometrie (GC-MS/MS) gebruikt;
- 1.4. „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 congeneer-niveau, maar geven alleen een indicatie <sup>(1)</sup> 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;
- 1.5. „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 de bevestigingsmethode bepaalde TEQ-gehalte. Hierbij wordt getracht te corrigeren voor factoren als het verlies van PCDD's/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 congeenerpatroon rond het maximumgehalte of de actiedrempel;
- 1.6. „tweede bepaling”: afzonderlijke analyse van de betrokken analyten met behulp van een tweede aliquot van hetzelfde gehomogeniseerde monster;
- 1.7. „aanvaarde specifieke bepaalbaarheidsgrens <sup>(2)</sup> van een afzonderlijke congeener in een monster”: het laagste gehalte van de analyt dat met een redelijke statistische zekerheid kan worden gemeten, waarbij voldaan wordt aan identificatiecriteria als beschreven in internationale normen, bijvoorbeeld in EN-norm 16215:2012 („Diervoeders — Bepaling van dioxinen en dioxineachtige polychloorbifenylen (pcb's) en indicator-polychloorbifenylen (pcb's) met behulp van gaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometrie (GC/HRMS)”) en/of in de EPA-methoden 1613 en 1668, zoals herzien.

De bepaalbaarheidsgrens van een afzonderlijke congeener kan worden vastgesteld als:

- a) de concentratie van een analyt in een monsterextract die voor twee verschillende te meten ionen een instrumentele respons geeft met een signaal-ruisverhouding van 3:1 voor het zwakste ruwe signaal,

<sup>(1)</sup> 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 aan 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.

<sup>(2)</sup> De beginselen zoals beschreven in het „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food” [link naar website], moeten in voorkomend geval worden nageleefd.

- of, als de berekening van de signaal-ruisverhouding om technische redenen geen betrouwbare resultaten oplevert,
- b) het laagste concentratiepunt op een ijkcurve dat een acceptabele ( $\leq 30\%$ ), consistente (ten minste aan het begin en het eind van een monsteranalysereeks gemeten) afwijking geeft van de gemiddelde relatieve responsfactor, berekend voor alle punten van de ijkcurve in elke reeks monsters<sup>(1)</sup>;
- 1.8. „bovengrens”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congener op de bepaalbaarheidsgrens wordt gesteld;
- 1.9. „ondergrens”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congener op nul wordt gesteld;
- 1.10. „middenwaarde”: de waarde waarbij de bijdrage van elke niet-bepaalde congener op de helft van de bepaalbaarheidsgrens wordt gesteld;
- 1.11. „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;
- 1.12. „subpartij”: deel van een grote partij dat voor bemonsteringsdoeleinden van die partij is afgescheiden. Elke subpartij moet fysiek van de hoofdp partij gescheiden zijn en identificeerbaar zijn;
- 1.13. „basismonster”: hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of de subpartij is genomen;
- 1.14. „verzamelmonster”: het totaal van alle uit de partij of de subpartij genomen basismonsters;
- 1.15. „laboratoriummonster”: een representatief deel of een representatieve hoeveelheid van het verzamelmonster, bestemd voor het laboratorium.

## II. GEBRUIKTE AFKORTINGEN

BEQ	bioanalytische equivalenten
GC	gaschromatografie
HRMS	hogeresolutiemassaspectrometrie
LRMS	lageresolutiemassaspectrometrie
MS/MS	tandemmassaspectrometrie
pcb	polychloorbifenyln
Niet-dioxineachtige pcb's	PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 en PCB 180
PCDD's	polychloordibenzo-p-dioxinen
PCDF's	polychloordibenzofuranen
QC	kwaliteitscontrole
REP	relatieve potentie
TEF	toxische-equivalentiefactor
TEQ	toxische equivalenten
TCDD	2,3,7,8-tetrachloordibenzo-p-dioxine
U	uitgebreide meetonzekerheid

<sup>(1)</sup> De bepaalbaarheidsgrens wordt berekend uit het laagste concentratiepunt met inachtneming van de terugvinding van de interne standaarden en de monstereinweg.

## 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 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.

Wanneer monsters worden genomen voor de controle op het gehalte aan dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige en niet-dioxineachtige pcb's, moet de exploitant van het levensmiddelenbedrijf de monsters nemen overeenkomstig de in hoofdstuk III van deze bijlage beschreven methoden of een gelijkwaardige bemonsteringsprocedure toepassen waarvan is aangetoond dat zij even representatief is als de in hoofdstuk III van deze bijlage beschreven bemonsteringsprocedure, teneinde te zorgen voor naleving van de bepalingen van artikel 4 van Verordening (EG) nr. 852/2004.

## II. ALGEMENE BEPALINGEN

**1. Personeel**

De officiële 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. Basismonsters**

De basismonsters worden zo veel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt II.8 bedoelde verslag vermeld.

**5. Voorbehandeling van het verzamelmonster**

Het verzamelmonster wordt verkregen door de basismonsters 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 arbitrageoelinden genomen, mits deze procedure in overeenstemming is met de regelgeving van een lidstaat inzake de rechten van de exploitant van het levensmiddelenbedrijf. De grootte van de laboratoriummonsters voor controledoelinden 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 overeenkomstig 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
≥ 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).

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 <sup>(1)</sup> bedraagt de omvang van het samen te stellen verzamelmonster voor kippeneieren ten minste twaalf 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 liter)	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.

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 ongeveer 50 % bedraagt.

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

— Als de te bemonsteren partij kleine vissen (met een gewicht kleiner dan ongeveer 1 kg per vis) bevat, wordt de hele vis als basisonster genomen om het verzamelmonster te vormen. Als het resulterende verzamelmonster meer dan 3 kg weegt, mogen de basisonsters 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 basisonster uit het middendeel van de vis. Elk basisonster weegt minstens 100 gram.

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

<sup>(1)</sup> 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 (PB L 303 van 6.11.1997, blz. 12).



Bij zeer grote vissen (> circa 6 kg) wordt het basisonster genomen van het vlees van de rechterdorsolaterale spier (vooraanzicht) in het midden deel van de vis. Als er ernstige economische schade ontstaat doordat een dergelijk gedeelte van het midden deel van de vis wordt genomen, wordt het voldoende geacht om drie basisonsters van minstens 350 gram per stuk te nemen, onafhankelijk van de omvang van de partij, dan wel een gelijk gedeelte van het spiervlees dicht bij het staartdeel en het spiervlees dicht bij het kopdeel van één vis te nemen om een basisonster 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 document on sampling of whole fishes of different size and/or weight”<sup>(2)</sup> bevat specifieke richtsnoeren voor dergelijke gevallen.

#### 5. Bemonstering in de detailhandel

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

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.

### IV. OVEREENSTEMMING VAN DE PARTIJ MET DE EISEN

#### 1. Niet-dioxineachtige pcb's

De partij voldoet als het analyseresultaat voor de som van niet-dioxineachtige pcb's het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid<sup>(3)</sup>.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgelegde maximumgehalte als het gemiddelde van de in geval van een tweede bepaling<sup>(4)</sup> verkregen twee bovengrenzen van het analyseresultaat buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid.

De uitgebreide meetonzekerheid wordt berekend met een dekkingsfactor 2, wat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert. Een partij is niet in overeenstemming met de eisen als het gemiddelde van de gemeten waarden minus de uitgebreide meetonzekerheid van het gemiddelde boven het vastgestelde maximumgehalte ligt.

De voorschriften van de bovenstaande alinea's van dit punt zijn van toepassing op 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 is in overeenstemming met de eisen als het resultaat van één 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 vastgesteld in Verordening (EG) nr. 1881/2006;

<sup>(2)</sup> [https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs\\_contaminants\\_catalogue\\_dioxins\\_guidance-sampling\\_exemples-dec2006\\_en.pdf](https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_catalogue_dioxins_guidance-sampling_exemples-dec2006_en.pdf)

<sup>(3)</sup> De beginselen zoals beschreven in het „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry” [link naar website] moeten in voorkomend geval worden nageleefd.

<sup>(4)</sup> De tweede bepaling is noodzakelijk als het resultaat van de eerste bepaling niet in overeenstemming met de eisen is. De tweede bepaling is noodzakelijk om de mogelijkheid van interne kruiscontaminatie of een onbedoelde verwisseling van monsters uit te sluiten. 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 en het gemeten gehalte significant hoger is dan het maximumgehalte.

— 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, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid <sup>(5)</sup>.

Voor screeningsassays wordt een afkapwaarde vastgesteld voor de beslissing inzake het al dan niet voldoen aan de maximumgehalten 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 het gemiddelde van de aan de hand van een bevestigingsmethode verkregen twee bovengrenzen van het analyseresultaat (tweede bepaling <sup>(6)</sup>) buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid.

De uitgebreide meetonzekerheid wordt berekend met een dekkingsfactor 2, wat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert. Een partij is niet in overeenstemming met de eisen als het gemiddelde van de gemeten waarden minus de uitgebreide meetonzekerheid van het gemiddelde boven het vastgestelde maximumgehalte ligt.

De som van de geschatte uitgebreide onzekerheden van de afzonderlijke analyseresultaten van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's moet worden gebruikt voor de geschatte uitgebreide onzekerheid van de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's.

De voorschriften van de bovenstaande alinea's van dit punt zijn van toepassing op het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitrage doeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.

#### 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. Met screeningsmethoden moeten de geschikte afkapwaarden voor de selectie van die monsters worden vastgesteld. Indien aanzienlijke inspanningen nodig zijn om een bron vast te stellen en de verontreiniging te reduceren of te elimineren, is het wellicht raadzaam de overschrijding van de actiedrempel te bevestigen door een tweede bepaling door middel van een bevestigingsmethode, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid <sup>(7)</sup>.

---

<sup>(5)</sup> Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry [link naar website], Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food [link naar website].

<sup>(6)</sup> De tweede bepaling is noodzakelijk als het resultaat van de eerste bepaling op basis van bevestigingsmethoden met gebruikmaking van een <sup>13</sup>C gelabelde interne standaard voor de desbetreffende analyten niet in overeenstemming met de eisen is. De tweede bepaling is noodzakelijk om de mogelijkheid van interne kruiscontaminatie of een onbedoelde verwisseling van monsters uit te sluiten. 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 en het gemeten gehalte significant hoger is dan het maximumgehalte.

<sup>(7)</sup> Toelichting en vereisten voor de tweede bepaling ter controle van actiedrempels als in voetnoot 6 voor maximumgehalten.

## BIJLAGE III

**MONSTERVEROEBEREIDING EN VOORSCHRIFTEN VOOR DE ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN GEBRUIKT VOOR DE CONTROLE OP HET GEHALTE AAN DIOXINEN (PCDD'S/PCDF'S) EN DIOXINEACHTIGE PCB'S IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN**

## 1. TOEPASSINGSGBIED

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 betreffen de monsterveroebereiding en voorschriften voor de analyse voor andere doeleinden in verband met de regelgeving, met inbegrip van de controles die de exploitant van het levensmiddelenbedrijf uitvoert teneinde te zorgen voor naleving van de bepalingen van artikel 4 van Verordening (EG) nr. 852/2004.

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

a) *Screeningsmethoden*

Het doel van screeningsmethoden is het uitslechten van monsters met een gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's dat de maximumgehalten of de actiedrempels overschrijdt. Screeningsmethoden moeten een kosteneffectieve doorvoer van een groot aantal monsters waarborgen, zodat de kans groter is dat nieuwe gevallen worden ontdekt waarbij hoge blootstelling tot gezondheidsrisico's voor de consument kan leiden. Er moet naar worden gestreefd fout-conforme resultaten te voorkomen. Tot de screeningsmethoden behoren bioanalytische methoden en GC/MS-methoden.

Bij screeningsmethoden wordt het analyseresultaat met een afkapwaarde vergeleken, op grond waarvan wordt uitgemaakt of het maximumgehalte of de actiedrempel al dan niet overschreden kan zijn. De concentratie van PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in monsters die vermoedelijk niet in overeenstemming zijn met het maximumgehalte, moeten worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode.

Daarnaast kunnen screeningsmethoden een indicatie geven van de gehalten aan PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in het monster. Bij gebruikmaking van bioanalytische screeningsmethoden wordt het resultaat uitgedrukt in bioanalytische equivalenten (BEQ), terwijl het bij fysisch-chemische GC-MS-methoden uitgedrukt wordt in toxische equivalenten (TEQ). Aan de hand van de numerieke resultaten van screeningsmethoden kan worden aangetoond of al dan niet aan de maximumgehalten wordt voldaan of de actiedrempel wordt overschreden, en wordt een indicatie verkregen van de concentratiebereiken voor het geval dat follow-up met bevestigingsmethoden plaatsvindt. Zij zijn niet geschikt voor doeleinden als de beoordeling van achtergrondconcentraties, innameschattingen, het volgen van trends in de tijd of een nieuwe evaluatie van actiedrempels en maximumgehalten.

b) *Bevestigingsmethoden*

Met bevestigingsmethoden kunnen PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in een monster eenduidig worden geïdentificeerd en gekwantificeerd en wordt volledige informatie op congeneerniveau verkregen. Daarom kunnen deze methoden worden gebruikt voor de controle op de maximumgehalten en actiedrempels en ter bevestiging van de resultaten van de screeningsmethoden. Verder kunnen de resultaten voor andere doeleinden worden gebruikt, zoals de bepaling van lage achtergrondconcentraties bij het levensmiddelen-toezicht, het volgen van trends in de tijd, de beoordeling van de blootstelling van de bevolking en de opbouw van een gegevensbasis voor een eventuele nieuwe evaluatie van de actiedrempels en maximumgehalten. Zij zijn ook belangrijk voor het bepalen van congeneerpatronen met het oog op de identificatie van de bron van mogelijke contaminaties. Deze methoden maken gebruik van GC-HRMS. Ter bevestiging van de overeenstemming of het ontbreken van overeenstemming met het maximumgehalte kan ook GC-MS/MS worden gebruikt.

## 2. 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 bij het maximumgehalte of de actiedrempel.

### 3. KWALITEITSBORGINGSVOORSCHRIFTEN

- 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 levensmiddelmonsters 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 te extraheren monster moet groot genoeg zijn om te voldoen aan de eisen inzake een voldoende laag werkbereik waarbinnen de te bepalen concentraties (maximumgehalten of actiedrempels) 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.

### 4. 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 EN-ISO/IEC 17025. De beginselen zoals beschreven in de „Technical Guidelines for the estimation of measurement uncertainty and limits of quantification for PCDD/F and PCB analysis”, moeten in voorkomend geval worden nageleefd <sup>(1)</sup>.
- 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.
- De laboratoria die screeningsmethoden toepassen voor de routinematige controle van monsters, moeten een nauwe samenwerking aangaan met de laboratoria die de bevestigingsmethode toepassen, zowel voor de kwaliteitscontrole als voor de bevestiging van het analyseresultaat van verdachte monsters.

### 5. BASISVOORSCHRIFTEN VOOR EEN ANALYSEMETHODE VOOR DIOXINEN (PCDD'S/PCDF'S) EN DIOXINEACHTIGE PCB'S

#### 5.1. 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.

<sup>(1)</sup> Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry [link naar website], Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food [link naar website].

### 5.2. 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 bepalen analyten. Bij gaschromatografie-massaspectrometriemethoden (GC-MS) moet een onderscheid kunnen worden gemaakt tussen de verschillende congenen, bv. tussen toxische congenen (zoals de zeventien 2,3,7,8-gesubstitueerde PCDD's/PCDF's en de twaalf dioxineachtige pcb's) en andere congenen.
- 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 verkregen.

### 5.3. 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 afwijzing 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.

### 5.4. Validering rond het maximumgehalte en algemene kwaliteitscontrolemaatregelen

- Laboratoria moeten de prestaties van een methode rond het maximumgehalte aantonen, bv. bij 0,5 maal, 1 maal en 2 maal het maximumgehalte, 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.

### 5.5. 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 maximumgehalte bedragen.

### 5.6. Criteria voor de analyse

- Voor betrouwbare resultaten van bevestigings- of screeningsmethoden moet rond het maximumgehalte voor de TEQ-waarde respectievelijk de BEQ-waarde aan de volgende criteria zijn voldaan, ongeacht of het om TEQ totaal of BEQ 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 % tot + 20 %

	Screening met bioanalytische of fysisch-chemische methoden	Bevestigingsmethoden
Herhaalbaarheid (RSD <sub>r</sub> )	< 20 %	
Intermediaire precisie (RSD <sub>R</sub> )	< 25 %	< 15 %

(\*) Met betrekking tot de maximumgehalten.

### 5.7. 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 6 beschreven voorschriften worden toegepast. Voor bioanalytische methoden op basis van cellen zijn specifieke voorschriften neergelegd in punt 7.
- 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 TCDD en met toevoeging van TCDD overeenkomstig het maximumgehalte of de actiedrempel, 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, is dit een aanwijzing voor een potentiële signaalonderdrukking; op het betrokken monster moet dan een bevestigingsanalyse worden uitgevoerd. De resultaten moeten worden gevolgd op kwaliteitscontrolekaarten.

- Kwaliteitscontrole bij conforme monsters

Ongeveer 2 % tot 10 % van de conforme monsters, afhankelijk van de aard van de monstermatrix en de ervaring van het laboratorium, moet worden bevestigd.

- Bepaling van fout-conformcijfers uit 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 twintig 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 twintig 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 uitgebreide meetonzekerheid van de bevestigingsmethode.

- Potentiële niet-conforme resultaten van de screening moeten altijd worden geverifieerd door een volledige heranalyse van het oorspronkelijke monster met een bevestigingsmethode. 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 dat bij een bevestigingsanalyse conform blijkt 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 ( $RSD_R$ ).

## 6. SPECIFIEKE VOORSCHRIFTEN VOOR GC-MS-METHODEN ALS SCREENINGS- EN BEVESTIGINGSMETHODEN

### 6.1. Aanvaardbare verschillen tussen bovengrens en ondergrens bij WHO-TEQ-gehalten

- Om overschrijding van het maximumgehalte of in voorkomend geval de actiedrempel te bevestigen, mag het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens niet meer dan 20 % bedragen.

### 6.2. Controle van de terugvinding

- Aan het begin van de analyseprocedure, bijvoorbeeld vóór de extractie, moeten  $^{13}\text{C}$ -gelabelde 2,3,7,8-chloor-gesubstitueerde interne PCDD/PCDF-standaarden en  $^{13}\text{C}$ -gelabelde interne dioxineachtige-pcb-standaarden worden toegevoegd om de analysemethode te valideren. Er moet ten minste één congener voor elk van de tetra- tot octagechloreerde homologe groepen voor PCDD's/PCDF's en ten minste één congener voor elk van de homologe groepen voor dioxineachtige pcb's worden toegevoegd (een andere mogelijkheid is het toevoegen van ten minste één congener 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  $^{13}\text{C}$ -gelabelde 2,3,7,8-gesubstitueerde interne PCDD/PCDF-standaarden en alle twaalf  $^{13}\text{C}$ -gelabelde interne dioxineachtige-pcb-standaarden worden gebruikt.
- De relatieve responsfactoren moeten ook worden bepaald voor congenen waarvoor geen  $^{13}\text{C}$ -gelabeld analogon 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 één of twee (surrogaat)standaarden 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 terugvindingen 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 de 30 en 140 % liggen.

### 6.3. 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).

### 6.4. Ijking met standaardkromme

- De ijkcurve moet het relevante bereik van maximumgehalten of actiedrempels bestrijken.

### 6.5. Specifieke criteria voor bevestigingsmethoden

- Voor GC-HRMS:

bij HRMS moet de resolutie normaliter groter dan of gelijk aan 10 000 zijn voor het hele massabereik bij een dalwaarde van 10 %;

Verder moet worden voldaan aan de identificatie- en bevestigingscriteria als beschreven in internationale normen, bv. EN-norm 16215:2012 (Diervoerders — Bepaling van dioxinen en dioxineachtige polychloorbifenylen (pcb's) en indicator-polychloorbifenylen (pcb's) met behulp van gaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometrie (GC/HRMS)) en/of in de EPA-methoden 1613 en 1668, zoals herzien.

— Voor GC-MS/MS:

monitoring van ten minste twee specifieke precursor-ionen, elk met één specifiek corresponderend overgangproduct-ion voor alle gelabelde en ongelabelde analyten binnen de scope van de analyse;

Een maximaal toegestane tolerantie van de relatieve ionintensiteiten van  $\pm 15$  % voor de geselecteerde product-ionen ten opzichte van berekende of gemeten waarden (gemiddelde van ijkstandaarden), onder identieke MS/MS-condities, met name de botsingsenergie en de druk van het botsingsgas, voor elke overgang van een analyt;

een resolutie voor elke quadrupool gelijk aan of beter dan de resolutie overeenkomend met één massa-eenheid (d.w.z. voldoende om twee pieken te scheiden die één massa-eenheid verschillen), zodat eventuele storingen van de betrokken analyten zo klein mogelijk zijn;

voldoen aan de nadere criteria als beschreven in internationale normen, bv. EN-norm 16215:2012 (Diervoerders — Bepaling van dioxinen en dioxineachtige polychloorbifenylen (pcb's) en indicator-polychloorbifenylen (pcb's) met behulp van gaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometrie (GC/HRMS)) en/of in de EPA-methoden 1613 en 1668, zoals herzien, behalve de verplichting om GC-HRMS te gebruiken.

## 7. 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 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 7.3). 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 twee derde van het maximumgehalte als afkapwaarde worden aangehouden, mits een fout-conformcijfer van minder dan 5 % en een aanvaardbaar fout-niet-conformcijfer gewaarborgd zijn. Aangezien er afzonderlijke maximumgehalten voor PCDD's/PCDF's en voor de som van PCDD's/PCDF'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 de desbetreffende actiedrempel als afkapwaarde worden gebruikt.

Als een indicatief gehalte in BEQ wordt gegeven, moeten de resultaten van het monster binnen het werkbereik die de rapportagegrens overschrijden, worden vermeld (zie de punten 7.1.1 en 7.1.6).

### 7.1. Evaluatie van de testrespons

#### 7.1.1. Algemene voorschriften

— Wanneer de concentraties op basis van een TCDD-ijkcurve worden berekend, zullen de waarden aan het boveinde 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 onderende van het werkbereik (rapportagegrens) moet bovendien ruimschoots (ten minste een factor drie) boven de procedureblanco's worden vastgesteld. Het boveinde van het werkbereik ligt gewoonlijk bij de EC<sub>70</sub>-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 (zie punt 7.3) moeten binnen het werkbereik liggen.

— Standaardoplossingen en monsterextracten moeten in triplo of 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 %.



### 7.1.2. Ijking

#### 7.1.2.1. 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 acht à twaalf 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  $R^2$ -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 kwadratensom zo klein mogelijk te maken).
- Het geschatte gehalte in het monsterextract wordt vervolgens gecorrigeerd voor het BEQ-gehalte dat voor een matrix- of 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 congenerpatroon rond het maximumgehalte of de actiedrempel). Om voor de terugvinding te kunnen corrigeren, moet de schijnbare terugvinding steeds binnen het betreffende meetgebied liggen (zie punt 7.1.4). Referentiemonsters die voor de correctie van de terugvinding worden gebruikt, moeten voldoen aan de in punt 7.2 gestelde eisen.

#### 7.1.2.2. Ijking met referentiemonsters

Ook kan gebruik worden gemaakt van een ijkkromme van ten minste vier referentiemonsters (zie punt 7.2): één matrixblanco plus drie referentiemonsters bij 0,5 maal, 1 maal en 2 maal het maximumgehalte of de actiedrempel, waardoor het niet nodig is te corrigeren voor blanco en terugvinding als de matrixeigenschappen van de referentiemonsters overeenstemmen met die van de onbekende monsters. In dit geval kan de testrespons die overeenkomt met twee derde van het maximumgehalte (zie punt 7.3), 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.

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

Extracten kunnen worden gesplitst in fracties die PCDD's/PCDF's respectievelijk dioxineachtige pcb's bevatten, waardoor het TEQ-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.

#### 7.1.4. Schijnbare terugvinding bij bioassays

De „schijnbare terugvinding bij bioassays” moet worden berekend aan de hand van geschikte referentiemonsters met representatieve congenerpatronen rond het maximumgehalte of de actiedrempel en moet worden uitgedrukt als het aandeel van het BEQ-gehalte in het TEQ-gehalte (in %). Afhankelijk van het type assay en de TEF's<sup>(1)</sup> 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 20-60 % 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 %.

#### 7.1.5. Controle van de terugvinding in verband met opzuivering

Bij de validering moet worden nagegaan of bij de opzuivering verbindingen verloren zijn gegaan. Een blanco-monster 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 bevestigingsmethode 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.

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

### 7.1.6. Rapportagegrens

Wanneer BEQ-gehalten worden gerapporteerd, moet een rapportagegrens worden vastgesteld aan de hand van relevante matrixmonsters met kenmerkende congeneerpatronen, maar wegens de geringe precisie in het ondereind van de ijkcurve van de standaarden niet aan de hand van die curve. 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.

### 7.2. Gebruik van referentiemonsters

- Referentiemonsters moeten representatief zijn voor de monstermatrix, de congeneerpatronen en de concentratiebereiken voor PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's rond het maximumgehalte of de actiedrempel.
- Elke testreeks moet een procedureblanco, of bij voorkeur een matrixblanco, en een referentiemonster voor het maximumgehalte of de actiedrempel 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. Die 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 congeneerpatronen niet tot een onderschatting van het gehalte mogen leiden.
- Er kunnen extra referentiemonsters met een concentratie van bijvoorbeeld 0,5 en 2 maal het maximumgehalte of de actiedrempel worden onderzocht om aan te tonen dat de test in het voor de controle van het maximumgehalte of de actiedrempel relevante bereik voldoet. In combinatie kunnen deze monsters worden gebruikt voor de berekening van de BEQ-gehalten in testmonsters (zie punt 7.1.2.2).

### 7.3. Bepaling van afkapwaarden

Het verband tussen de bioanalytische resultaten in BEQ en de resultaten van de bevestigingsmethoden in TEQ moet worden vastgesteld (bv. door matrixgemachte ijkexperimenten met referentiemonsters die met 0 maal, 0,5 maal, 1 maal 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 (zie punt 7.2).

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 desbetreffende maximumgehalten of actiedrempels, 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 beslissingsgrens van de bevestigingsmethode, die is gebaseerd op een betrouwbaarheidsniveau van 95 %, hetgeen betekent dat het fout-conformcijfer < 5 % bedraagt, en op een  $RSD_R < 25$  %. De beslissingsgrens van de bevestigingsmethode is het maximumgehalte, met inachtneming van de uitgebreide meetonzekerheid.

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

#### 7.3.1. Gebruik van het onderste deel van het 95 %-voorspellingsinterval bij de beslissingsgrens van de bevestigingsmethode

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

waarbij:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$	BEQ die overeenkomt met de beslissingsgrens van de bevestigingsmethode, namelijk het maximumgehalte met inachtneming van de uitgebreide 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

$x_i$  monsterconcentratie (in TEQ) van ijkpunt  $i$ , bepaald met een bevestigingsmethode

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

$$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2 \text{ kwadratensom}$$

$i$  = index voor ijkpunt  $i$

7.3.2. 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 beslissingsgrens van de bevestigingsmethode ligt, als *onderste* eindpunt van de gegevensverdeling bij de desbetreffende gemiddelde BEQ-waarde:

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

waarbij:

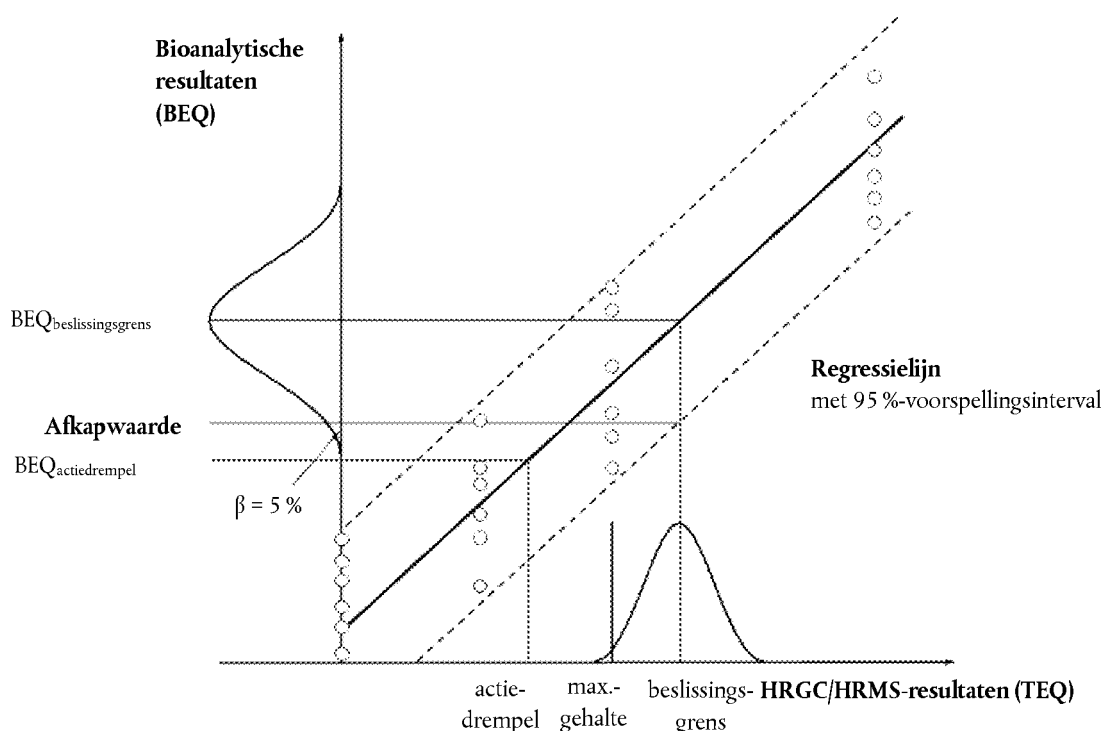
$\text{SD}_{\text{R}}$  standaardafwijking van de bioassayresultaten bij  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$ , gemeten onder intralaboratoriumreproduceerbaarheidsomstandigheden

7.3.3. 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 twee derde van het maximumgehalte of de actiedrempel ligt. Dit is gebaseerd op de waarneming dat dit niveau op ongeveer de overeenkomstig punt 7.3.1 of 7.3.2 vastgestelde afkapwaarde ligt.

Berekening van de afkapwaarden op basis van een betrouwbaarheidsniveau van 95 %, hetgeen betekent dat het fout-conformcijfer  $< 5 \%$  bedraagt, en op een  $\text{RSD}_{\text{R}} < 25 \%$ :

- aan de hand van het *onderste* deel van het 95 %-voorspellingsinterval bij de beslissingsgrens van de bevestigingsmethode;
- aan de hand van meervoudige analyses van monsters ( $n \geq 6$ ), met een mate van verontreiniging die rond de beslissingsgrens van de bevestigingsmethode ligt, als *onderste* eindpunt van de gegevensverdeling (in de figuur een gausskromme) bij de desbetreffende gemiddelde BEQ-waarde.

**Figuur 1**



#### 7.3.4. *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 matrices/congeneerpatronen verkregen  $RSD_R$ , kunnen hoger zijn dan de maximumgehalten of actiedrempels 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 worden gesteld op twee derde van het maximumgehalte of de actiedrempel.

#### 7.4. **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 intralaboratoriumreproduceerbaarheid 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 gelijk aan de afkapwaarde, zodat monsters die boven de desbetreffende afkapwaarde liggen, kunnen worden herkend (zie punt 7.1.2).
- De doelverbindingen, de mogelijke storingen en de maximaal toelaatbare blancowaarden moeten worden vastgesteld.
- De procentuele 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 referentiemonster of de referentiemonsters in BEQ (blanco en maximumgehalte of actiedrempel) 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 onder eind van het werkbereik en voor referentiemonsters met betrekking tot de intralaboratoriumreproduceerbaarheid. Procedureblanco's moeten goed worden gecontroleerd om fout-conforme resultaten te vermijden wanneer zij worden afgetrokken.
- De met bevestigingsmethoden verkregen resultaten van verdachte monsters en 2-10 % van de conforme monsters (minimaal twintig 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.

#### 8. **RAPPORTAGE VAN DE RESULTATEN**

##### *Bevestigingsmethoden*

- De analyseresultaten moeten de concentratieniveaus van de afzonderlijke PCDD/PCDF- en dioxineachtige pcb-congeneren omvatten en de TEQ-waarden moeten 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 lipidengehalte van het monster moet worden bepaald en gerapporteerd voor levensmiddelenmatrices met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten en met een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving). Voor andere monsters is bepaling van het lipidengehalte facultatief.

- De terugvindingen van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld wanneer zij buiten het in punt 6.2 aangegeven bereik liggen, wanneer het maximumgehalte wordt overschreden (in dit geval de terugvindingen voor een van beide duploanalyses) en in andere gevallen op verzoek.
- Daar de uitgebreide 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.
- De resultaten moeten in dezelfde eenheden en met 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 indicatief resultaat voor PCDD's/PCDF's en/of dioxineachtige pcb's worden gegeven in BEQ (niet TEQ) (zie punt 1). Monsters met een respons onder de rapportagegrens moeten als zodanig worden aangegeven. Monsters met een respons boven het werkbereik moeten als dusdanig worden gerapporteerd, en het gehalte dat overeenstemt met het boveinde van het werkbereik moet worden gegeven in BEQ.
- Voor elk type monstermatrix moet in het rapport worden vermeld op welk maximumgehalte of welke 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 lipidengehalte van het monster moet worden bepaald en gerapporteerd voor levensmiddelenmatrices met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten en met een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving). Voor andere monsters is bepaling van het lipidengehalte facultatief.
- In het geval van verdacht niet-conforme monsters moet het rapport vermelden welke maatregelen moeten worden genomen. De concentratie van PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in die monsters met verhoogde gehalten moeten worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode.
- Niet-conforme resultaten moeten alleen worden gerapporteerd als zij aan de hand van een bevestigingsanalyse zijn verkregen.

#### *Fysisch-chemische screeningsmethoden*

- Het resultaat van de screening dient als hetzij conform, hetzij verdacht niet-conform („verdacht”) te worden opgegeven.
- Voor elk type monstermatrix moet in het rapport worden vermeld op welk maximumgehalte of welke actiedrempel de evaluatie gebaseerd is.
- Bovendien mogen de concentratieniveaus van de afzonderlijke PCDD/PCDF- en/of dioxineachtige-pcb-congeneren en de als „ondergrens”, „bovengrens” en „middenwaarde” gerapporteerde TEQ-waarden worden vermeld. 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.
- De terugvindingen van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld wanneer zij buiten het in punt 6.2 aangegeven bereik liggen, en in andere gevallen op verzoek.
- In het rapport moet de toegepaste GC\_MS-methode 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 lipidengehalte van het monster moet worden bepaald en gerapporteerd voor levensmiddelenmatrices met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten en met een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving). Voor andere monsters is bepaling van het lipidengehalte facultatief.

- In het geval van verdacht niet-conforme monsters moet het rapport vermelden welke maatregelen moeten worden genomen. De concentratie van PCDD's/PCDF's en de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's in die monsters met verhoogde gehalten moeten worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode.
  - Niet-conformiteit kan alleen na een bevestigingsanalyse worden vastgesteld.
-

## Aanhangsel

WHO-TEF's voor de beoordeling van de risico's voor de mens, gebaseerd op de conclusies van de bijeenkomst van deskundigen van het Internationaal Programma voor chemische veiligheid (IPCS) van de Wereldgezondheidsorganisatie (WHO) in juni 2005 in Genève <sup>(1)</sup>

Congeneer	TEF-waarde	Congeneer	TEF-waarde
<b>Dibenzo-p-dioxinen („PCDD's")</b>		<b>„Dioxineachtige" pcb's</b>	
		<b>Non-ortho-pcb's + mono-ortho-pcb's</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<b>Non-ortho-pcb's</b>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
<b>Dibenzofuranen (PCDF's)</b>		<b>Mono-ortho-pcb's</b>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		
Gebruikte afkortingen: „T" = tetra; „Pe" = penta; „Hx" = hexa; „Hp" = hepta; „O" = octa; „CDD" = chloordibenzodioxine; „CDF" = chloordibenzofuran; „CB" = chloorbifenyl.			

<sup>(1)</sup> Van den Berg, M, e.a., 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).

## BIJLAGE IV

MONSTERVEROEBEREIDING EN VOORSCHRIFTEN VOOR ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN GEBRUIKT VOOR DE  
CONTROLE OP HET GEHALTE AAN NIET-DIOXINEACHTIGE PCB'S IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN

De voorschriften in deze bijlage gelden voor de analyse van levensmiddelen in verband met de officiële controle op het gehalte aan niet-dioxineachtige pcb's en betreffen de monsterveroebereiding en voorschriften voor de analyse voor andere doeleinden in verband met de regelgeving, met inbegrip van de controles die de exploitant van het levensmiddelenbedrijf uitvoert teneinde te zorgen voor naleving van de bepalingen van artikel 4 van Verordening (EG) nr. 852/2004.

De bepalingen inzake monsterveroebereiding in punt 3 van bijlage III bij deze verordening gelden eveneens voor de controle op het gehalte aan niet-dioxineachtige pcb's in 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  $\pm 0,25$  %).
- Gaschromatografische scheiding van de niet-dioxineachtige pcb's (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 <sup>(1)</sup>).
- Voor GC-MS-technieken:
  - monitoring van ten minste het volgende aantal molecuul-ionen of karakteristieke ionen uit de moleculaire cluster:
    - twee specifieke ionen voor HRMS;
    - drie specifieke ionen voor LRMS;
    - twee specifieke precursor-ionen, elk met één specifiek corresponderend overgangproduct-ion 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 doel-ion (gemonitord ion met de grootste abundantie) en voor qualifier-ion(en):  $\pm 15$  %.
- Voor GC-ECD:  
bevestiging van resultaten boven het maximumgehalte, aan de hand van twee GC-kolommen met stationaire fasen van verschillende polariteit.

### 3. Aantonen van de prestaties van de methode

Validering rond het maximumgehalte (0,5 maal tot 2 maal het maximumgehalte) met een aanvaardbare variatiecoëfficiënt voor herhaalde analyse (zie de voorschriften voor de intermediaire precisie in punt 8).

### 4. Bepaalbaarheidsgrens

De som van de LOQ's <sup>(2)</sup> van niet-dioxineachtige pcb's mag niet hoger zijn dan een derde van het maximumgehalte <sup>(3)</sup>.

### 5. Kwaliteitscontrole

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

<sup>(1)</sup> 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 gechloroerde congenen.

<sup>(2)</sup> De beginselen zoals beschreven in het „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food” [link naar website] moeten in voorkomend geval worden nageleefd.

<sup>(3)</sup> 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 de terugvinding

- 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 gelabelde niet-dioxineachtige pcb-congeneren worden gebruikt:
  - correctie van de resultaten voor de terugvinding van de interne standaarden;
  - de algemeen aanvaardbare terugvindingen van met een isotoop gelabelde interne standaarden liggen tussen 60 en 120 %;
  - geringere of grotere terugvindingen voor afzonderlijke congenere die minder dan 10 % van de som van niet-dioxineachtige pcb's uitmaken, zijn aanvaardbaar.
- Voorschriften voor methoden waarbij niet alle zes met een isotoop gelabelde 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 ongelabelde congenere moeten worden gecontroleerd met behulp van verrijkte monsters of kwaliteitscontrolemonsters met een concentratie rond het maximumgehalte. Aanvaardbare terugvindingen voor deze congenere liggen tussen 60 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 EN-ISO/IEC 17025. Bovendien moeten de beginselen zoals beschreven in de „Technical Guidelines for the estimation of measurement uncertainty and limits of quantification for PCB analysis” in voorkomend geval worden nageleefd <sup>(1)</sup>.

## 8. Prestatiekenmerken: criteria voor de som van niet-dioxineachtige pcb's bij het maximumgehalte

	Massaspectrometrie met isotopenverdunding (*)	Overige technieken
Juistheid	– 20 % tot + 20 %	– 30 % tot + 30 %
Intermediaire precisie (RSD <sub>R</sub> )	≤ 15 %	≤ 20 %
Verskil tussen berekening boven- en ondergrens	≤ 20 %	≤ 20 %

(\*) Gebruik van alle zes <sup>13</sup>C-gelabelde analoga als interne standaarden vereist.

## 9. Rapportage van de resultaten:

- De analyseresultaten moeten de concentratieniveaus van de afzonderlijke niet-dioxineachtige pcb-congeneren en de som van niet-dioxineachtige pcb's omvatten, gerapporteerd als „ondergrens”, „bovengrens” en „middenwaarde”, teneinde zo veel mogelijk details te verstrekken om de resultaten naargelang de gestelde eisen te kunnen interpreteren.

<sup>(1)</sup> „Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry” [link naar website], „Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food” [link naar website].

- 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 bepaald en gerapporteerd voor levensmiddelenmatrices met op basis van het vetgehalte uitgedrukte maximumgehalten en met een verwachte vetconcentratie tussen 0 en 2 % (naargelang de bestaande wetgeving). Voor andere monsters is bepaling van het lipidegehalte facultatief.
  - De terugvindingen 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 uitgebreide 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.
  - De resultaten moeten in dezelfde eenheden en met hetzelfde aantal significante cijfers worden weergegeven als de in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalten.
-