

32006R1883

L 364/32

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

20.12.2006

**REGULAMENTUL (CE) NR. 1883/2006 AL COMISIEI
din 19 decembrie 2006**

**de stabilire a metodelor de prelevare de probe și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al
nivelurilor de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinelor din anumite produse alimentare**

(Text cu relevanță pentru SEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 882/2004 al Parlamentului European și al Consiliului din 29 aprilie 2004 privind controalele oficiale efectuate pentru a asigura verificarea conformității cu legislația privind hrana pentru animale și produsele alimentare și cu normele de sănătate animală și de bunăstare a animalelor ⁽¹⁾, în special articolul 11 alineatul (4),

întrucât:

- (1) Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 al Comisiei din 19 decembrie 2006 de stabilire a nivelurilor maxime pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare ⁽²⁾ prevede niveluri maxime pentru dioxine și furani, precum și pentru suma dioxinelor, a furanilor și a PCB-urilor asemănători dioxinei din anumite produse alimentare.
- (2) Directiva 2002/69/CE a Comisiei din 26 iulie 2002 de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al dioxinelor și determinarea PCB-urilor asemănători dioxinei din produsele alimentare ⁽³⁾ stabilește dispoziții specifice cu privire la procedura de prelevare de probe și metodele de analiză care urmează să se aplice controlului oficial.
- (3) Aplicarea noilor niveluri maxime pentru suma dioxinelor, furanilor și a PCB-urilor asemănători dioxinelor necesită modificări ale Directivei 2002/69/CE. Din motive de claritate, este oportun ca Directiva 2002/69/CE să fie înlocuită cu prezentul regulament.
- (4) Dispozițiile stabilite de prezentul regulament se referă numai la prelevarea de probe și la analiza dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinelor pentru punerea în aplicare a Regulamentului (CE) nr. 1881/2006 și nu afectează strategia de prelevare de probe, nivelurile și frecvența prelevării de probe, astfel cum se specifică în anexele III și IV la Directiva 96/23/CE a Consiliului din 29 aprilie 1996 privind măsurile de control care se aplică anumitor substanțe și reziduurilor acestora existente în animalele vii

și în produsele obținute de la acestea și de abrogare a Directivelor 85/358/CEE și 86/469/CEE și a Deciziilor 89/187/CEE și 91/664/CEE ⁽⁴⁾. Acestea nu afectează criteriile de prelevare, astfel cum sunt stabilite în Decizia 98/179/CE a Comisiei din 23 februarie 1998 de stabilire a normelor detaliate privind prelevarea oficială de probe în vederea monitorizării anumitor substanțe și a reziduurilor acestora din animalele vii și produsele animaliere ⁽⁵⁾.

- (5) Ar trebui să se utilizeze o metodă analitică de screening cu o valabilitate demonstrată, larg acceptată și cu un debit sporit, pentru selectarea eșantioanelor care conțin niveluri semnificative de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinelor. Nivelurile de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinelor din aceste eșantioane trebuie să se determine printr-o metodă analitică de confirmare. Prin urmare, este oportun să se stabilească cerințe stricte pentru metodele analitice de confirmare și cerințe minime pentru metoda de screening.
- (6) Pentru prelevarea de probe la peștii foarte mari, este necesar să se menționeze modul de prelevare, astfel încât să se asigure o abordare armonizată în cadrul Comunității.
- (7) În cazul peștilor care aparțin aceluiași specii și care provin din aceeași regiune, nivelul dioxinelor și al PCB-urilor asemănători dioxinei din pești poate varia în funcție de mărimea și/sau de vârsta peștelui. Mai mult, nivelul de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinei nu este în mod necesar același în toate părțile peștelui. Prin urmare, în cazul prelevării de probe la pești, este necesar să se specifice metoda de prelevare și de pregătire a probelor, pentru a se asigura o abordare armonizată în întreaga Comunitate.
- (8) Este esențial ca rezultatele analizei să fie raportate și interpretate într-un mod uniform, pentru a se asigura o abordare armonizată în ceea ce privește executarea, pe întreg teritoriul Comunității.
- (9) Măsurile prevăzute de prezentul regulament sunt conforme cu avizul Comitetului permanent pentru lanțul alimentar și sănătatea animală,

⁽¹⁾ JO L 165, 30.4.2004, p. 1, astfel cum a fost rectificat în JO L 191, 28.5.2004, p. 1. Regulament modificat prin Regulamentul (CE) nr. 776/2006 al Comisiei (JO L 36, 24.5.2006, p. 3).

⁽²⁾ JO L 364, 20.12.2006, p. 5.

⁽³⁾ JO L 209, 6.8.2002, p. 5. Directivă modificată ultima dată prin Directiva 2004/44/CE (JO L 113, 20.4.2004, p. 17).

⁽⁴⁾ JO L 125, 23.5.1996, p. 10. Directivă modificată ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 882/2004 al Parlamentului European și al Consiliului (JO L 165, 30.4.2004, p. 1, astfel cum a fost rectificat în JO L 191, 28.5.2004, p. 1).

⁽⁵⁾ JO L 65, 5.3.1998, p. 31. Decizie modificată prin Actul de aderare din 2003.

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 se efectuează în conformitate cu metodele prevăzute în anexa II la prezentul regulament.

Articolul 1

Prelevarea de probe în scopul unui control oficial al nivelurilor de dioxine, furani și PCB-uri asemănători dioxinei din produsele alimentare enumerate la secțiunea 5 din anexa la Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 se efectuează în conformitate cu metodele prevăzute în anexa I la prezentul regulament.

Articolul 3

Directiva 2002/69/CE se abrogă. Trimiterile la directiva abrogată se interpretează ca trimiteri la prezentul regulament.

Articolul 2

Pregătirea și analiza probelor în scopul unui control oficial al nivelurilor de dioxine, furani și PCB-uri de tipul dioxinelor din produsele alimentare enumerate la secțiunea 5 din anexa la

Articolul 4

Prezentul regulament intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Se aplică de la 1 martie 2007.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 19 decembrie 2006.

Pentru Comisie

Markos KYPRIANOU

Membre al Comisiei

ANEXA I

METODE DE PRELEVARE DE PROBE PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL NIVELURILOR DE DIOXINE (PCDD/PCDF) ȘI PCB-URI ASEMĂNĂTORI DIOXINELOR DIN ANUMITE PRODUSE ALIMENTARE**1. DOMENIU DE APLICARE**

Eșantioanele destinate controlului oficial al nivelurilor de dioxine (PCDD/PCDF), precum și al nivelurilor de PCB-uri asemănătoare dioxinei din produsele alimentare se realizează în conformitate cu metodele descrise în prezenta anexă. Eșantioanele globale astfel obținute se consideră reprezentative pentru loturile sau subloturile din care sunt prelevate. Respectarea nivelurilor maxime prevăzute în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006 al Comisiei de stabilire a nivelurilor maxime pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare se constată pe baza nivelurilor determinate în probele de laborator.

2. DEFINIȚII

Lot: o cantitate identificabilă de produs alimentar, livrată la un moment dat și pentru care agentul responsabil stabilește că prezintă caracteristici comune, cum ar fi originea, varietatea, tipul ambalajului, ambalatorul, expeditorul sau marcarea. În cazul peștilor și al produselor pescărești, mărimea peștelui trebuie să fie, de asemenea, comparabilă. În cazul în care mărimea și/sau greutatea peștilor nu sunt comparabile în cadrul unui lot, lotul poate să fie, cu toate acestea, luat în considerare ca lot, însă trebuie să se aplice o procedură specifică de eșantionare.

- Sublot: parte dintr-un lot mare căreia i se aplică metoda de eșantionare și care a fost desemnată în acest sens. Fiecare sublot trebuie să fie separat fizic și identificabil.
- Probă elementară: cantitate de materie prelevată dintr-un singur punct al lotului sau al sublotului.
- Probă globală: totalul combinat al tuturor eșantioanelor elementare prelevate dintr-un lot sau sublot.
- Probă de laborator: parte/cantitate reprezentativă din proba globală destinată analizei de laborator.

3. DISPOZIȚII GENERALE**3.1. Personal**

Prelevarea de probe este efectuată de către o persoană autorizată în acest sens, care este desemnată de către statul membru.

3.2. Materialul din care urmează să se preleve probe

Se prelevă probe separat din fiecare lot sau sublot care urmează să fie examinat.

3.3. Precauții care urmează să fie luate

În timpul prelevării și pregătirii eșantioanelor, se iau precauții pentru a se evita orice modificări care ar putea să afecteze conținutul de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinei, ceea ce ar afecta determinarea analitică sau ar face eșantioanele globale nerepresentative.

3.4. Probe elementare

Pe cât posibil, eșantioanele elementare se prelevă în puncte diferite repartizate în întregul lot sau sublot. Orice derogare de la această procedură se semnalează în procesul-verbal prevăzut la punctul 3.8 din prezenta anexă.

3.5. Pregătirea probelor globale

Proba globală se obține prin însumarea probelor elementare. Acesta este de cel puțin 1 kg, cu excepția cazului în care acest lucru nu este posibil, de exemplu, atunci când s-a prelevat o probă dintr-un singur ambalaj.

3.6. Probe identice

Probele identice în scopuri de executare, apărare și arbitraj se prelevă din proba globală omogenizată, cu excepția cazului în care această procedură este contrară reglementărilor statelor membre privind drepturile operatorilor în sectorul alimentar. Mărimea probelor de laborator destinate executării trebuie să fie suficientă pentru a permite cel puțin o analiză dublă.

3.7. Ambalarea și trimiterea probelor

Fiecare probă se introduce într-un recipient dintr-un material inert, curat, care oferă protecție corespunzătoare împotriva contaminării, împotriva pierderilor de analiți prin adsorbția pe peretele intern al recipientului și împotriva deteriorării în timpul transportului. Se iau toate precauțiile necesare pentru a se evita orice modificare a compoziției probei, care ar putea să apară în timpul transportului sau al depozitării.

3.8. Sigilarea și etichetarea probelor

Fiecare probă prelevată pentru utilizare oficială se sigilează la locul prelevării și se identifică respectând normele statelor membre.

Pentru fiecare eșantionare se întocmește un proces-verbal care să permită identificarea sigură a fiecărui lot și care să specifice data și locul eșantionării, precum și orice informații suplimentare care pot să fie de ajutor celui care analizează.

4. PLANURI DE EȘANTIONARE

Metoda de eșantionare aplicată asigură reprezentativitatea probei globale pentru (sub)lotul care urmează să fie supus controlului.

4.1. Diviziunea loturilor în subloturi

Loturile mari se împart în subloturi, cu condiția ca sublotul să poată fi separat fizic. Tabelul 1 se aplică produselor comercializate în vrac (de exemplu, uleiuri vegetale). În cazul altor produse, se aplică tabelul 2. Ținând seama de faptul că greutatea lotului nu este întotdeauna un multiplu exact al greutății subloturilor, greutatea sublotului poate să depășească cu maximum 20 % greutatea menționată.

Tabelul 1

Subdiviziunea loturilor în subloturi pentru produsele comercializate în vrac

Greutatea lotului (tone)	Greutatea sau numărul subloturilor
$\geq 1\ 500$	500 tone
> 300 și $< 1\ 500$	3 subloturi
≥ 50 și ≤ 300	100 tone
< 50	—

Tabelul 2

Subdiviziunea loturilor în subloturi pentru alte produse

Greutatea lotului (tone)	Greutatea sau numărul subloturilor
≥ 15	15-30 tone
< 15	—

4.2. Numărul de probe elementare

Proba globală care reunește toate eșantioanele elementare cântărește cel puțin 1 kg (a se vedea punctul 3.5 din prezenta anexă).

Numărul minim de probe elementare care urmează să fie prelevate din lot sau din sublot este indicat în tabelele 3 și 4.

În cazul produselor lichide în vrac, imediat înainte de eșantionare, lotul sau sublotul se amestecă atent, în măsura în care acest lucru este posibil și nu afectează calitatea produsului prin mijloace fie manuale, fie mecanice. În acest caz, se poate considera ca fiind omogenă distribuția contaminanților într-un anumit lot sau sublot. Prin urmare, este suficient să se preleve trei probe elementare dintr-un lot sau sublot, pentru a se forma proba globală.

Probele elementare au o greutate asemănătoare. Greutatea unei probe elementare trebuie să fie de cel puțin 100 grame.

Orice derogare de la această procedură trebuie să fie înregistrată în procesul-verbal prevăzut la punctul 3.8 din prezenta anexă. În conformitate cu dispozițiile Deciziei 97/747/CE a Comisiei din 27 octombrie 1997 de stabilire a nivelurilor și frecvențelor prelevării de probe prevăzute de Directiva 96/23/CE a Consiliului pentru monitorizarea anumitor substanțe și a reziduurilor acestora existente în anumite produse animaliere ⁽¹⁾, mărimea probei globale pentru ouăle de găină este de cel puțin 12 ouă (pentru loturile în vrac, precum și pentru loturile alcătuite din ambalaje individuale, tabelele 3 și 4).

⁽¹⁾ JO L 303, 6.11.1997, p. 12.

Tabelul 3

Numărul minim de eşantioane elementare care urmează să fie prelevat dintr-un lot sau sublot

Greutatea sau volumul lotului/sublotului (în kg sau litri)	Numărul minim de eşantioane elementare care urmează să fie prelevat
< 50	3
De la 50 la 500	5
> 500	10

În cazul în care lotul sau sublotul este alcătuit din ambalaje sau din unități distincte, numărul ambalajelor sau al unităților care urmează să fie prelevat pentru a forma proba globală este indicat în tabelul 4.

Tabelul 4

Numărul de ambalaje sau de unități (eşantioane elementare) care urmează să fie prelevat pentru a forma proba globală, în cazul în care lotul sau sublotul este format din ambalaje sau din unități distincte

Numărul de ambalaje sau unități dintr-un lot/sublot	Numărul de ambalaje sau unități care urmează să fie prelevate
între 1 și 25	cel puțin 1 ambalaj sau unitate
între 26 și 100	aproximativ 5 %, cel puțin 2 ambalaje sau unități
> 100	aproximativ 5 %, maximum 10 ambalaje sau unități

4.3. Dispoziții specifice pentru eşantionarea din loturi care conțin pești întregi, ale căror mărime și greutate sunt comparabile

Se consideră că peștii au mărime și greutate comparabile în cazul în care diferența de mărime și greutate nu depășește aproximativ 50 %.

Numărul de probe elementare care urmează să fie prelevat din lot este definit în tabelul 3. Proba globală care reunește toate probele elementare cântărește cel puțin 1 kg (a se vedea punctul 3.5).

- În cazul în care lotul care urmează să fie eşantionat conține pești mici (pești care cântăresc mai puțin de aproximativ 1 kg), se ia peștele întreg drept probă elementară pentru a forma proba globală. În cazul în care proba globală care rezultă cântărește mai mult de 3 kg, probele elementare pot consta din partea de mijloc, cântărind fiecare cel puțin 100 g, a peștilor care formează proba globală. Partea întreagă căreia i se aplică nivelul maxim se utilizează pentru omogenizarea probei.

Partea de mijloc a peștelui se consideră aceea unde se găsește centrul de gravitație. Acesta este situat, în majoritatea cazurilor, la înotătoarea dorsală (în cazul în care peștele are o înotătoare dorsală) sau la jumătatea distanței dintre deschiderea branhiilor și anus.

- În cazul în care lotul care urmează să fie eşantionat conține pești mai mari (fiecare cântărește mai mult de aproximativ 1 kg), proba elementară constă în partea de mijloc a peștelui. Fiecare probă elementară cântărește cel puțin 100 g.

În cazul peștilor de mărime intermediară (de aproximativ 1 până la 6 kg), proba elementară constă într-o bucată de pește prelevată între coloana vertebrală și piept, în partea de mijloc a peștelui.

În cazul peștilor foarte mari (de exemplu, mai mari de aproximativ 6 kg), proba elementară este prelevată din carnea mușchiului situat dorso-lateral în partea dreaptă (vedere frontală), în partea de mijloc a peștelui. În cazul în care prelevarea unei bucăți din partea de mijloc a peștelui ar duce la o pagubă economică semnificativă, se poate considera suficientă prelevarea a trei probe elementare cântărind fiecare cel puțin 350 g, indiferent de mărimea lotului sau, ca alternativă, pentru a se forma proba elementară reprezentativ pentru nivelurile de dioxine din tot peștele, se poate preleva o parte egală din mușchiul din apropierea cozii și alta din mușchiul situat în apropierea capului unui pește.

4.4. Eșantionarea din loturi de pește care conțin pești întregi de mărime și/sau greutate diferite

- Se aplică dispozițiile punctului 4.3 privind compoziția probei.
- În cazul în care predomină o clasă/categorie de mărime și/sau greutate (aproximativ 80 % sau mai mult din lot), proba se prelevă de la pești de mărime sau greutate predominantă. Această probă se consideră reprezentativă pentru întregul lot.
- În cazul în care nu predomină o clasă/categorie anumită de mărime sau de greutate, trebuie să se asigure faptul că peștii selectați în vederea constituirii probei sunt reprezentativi pentru lot. Orientări specifice pentru aceste cazuri sunt puse la dispoziție în „Ghidul de prelevare de probe din loturile de pești care conțin pești întregi de mărime și/sau greutate diferite ⁽¹⁾”.

4.5. Eșantionarea în etapa de vânzare cu amănuntul

Eșantionarea produselor alimentare în etapa de vânzare cu amănuntul se efectuează, în măsura posibilului, în conformitate cu dispozițiile referitoare la eșantionare prevăzute la punctul 4.2 din prezenta anexă.

În cazul în care acest lucru nu este posibil, se poate folosi o metodă alternativă de eșantionare în etapa de vânzare cu amănuntul, cu condiția să se asigure o reprezentativitate suficientă a lotului sau sublotului eșantionat.

5. CONFORMITATEA LOTULUI SAU A SUBLOTULUI CU SPECIFICAȚIILE

Lotul este acceptat în cazul în care rezultatul unei singure analize nu depășește nivelurile maxime de dioxine în cauză și suma dioxinelor și a PCB-urilor de tipul dioxinelor stabilite de Regulamentul (CE) nr. 1881/2006, ținând seama de incertitudinea măsurătorii.

Lotul nu este conform cu nivelul maxim stabilit în Regulamentul (CE) nr. 1881/2006, în cazul în care rezultatul analizei limitei superioare ⁽²⁾, confirmat de o analiză dublă ⁽³⁾, depășește aproape sigur nivelul maxim, ținând seama de incertitudinea măsurătorii.

Incetitudinea măsurătorii poate fi luată în considerare în conformitate cu una dintre următoarele abordări:

- prin calcularea incertitudinii extinse, utilizând un factor de acoperire de 2, ceea ce dă un nivel de încredere de aproximativ 95 %. Un lot sau un sublot nu este conform în cazul în care valoarea măsurată minus U depășește nivelul permis stabilit. În cazul unei determinări separate a dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinelor, suma incertitudinii extinse estimate a rezultatelor analitice separate ale dioxinelor și PCB-urilor asemănători dioxinei trebuie utilizată pentru suma dioxinelor și PCB-urilor asemănători dioxinelor;
- prin stabilirea limitei de decizie (CC_d) în conformitate cu dispozițiile Deciziei 2002/657/CE a Comisiei din 12 august 2002 de stabilire a normelor de aplicare a Directivei 96/23/CE a Consiliului privind funcționarea metodelor de analiză și interpretarea rezultatelor ⁽⁴⁾ (punctul 3.1.2.5 din anexă – cazul substanțelor pentru care s-a stabilit un nivel permis), un lot sau sublot nu este conform în cazul în care valoarea măsurată este egală sau mai mare decât CC_d.

Prezentele norme de interpretare se aplică rezultatului analitic obținut pe proba pentru control oficial. În cazul analizei efectuate în scop de apărare sau de arbitraj, se aplică normele naționale.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

⁽²⁾ Calcularea „limitei superioare” necesită utilizarea limitei de cuantificare pentru contribuția fiecărui congener necuantificat la echivalentul de toxicitate (TEQ).

Calcularea „limitei inferioare” necesită utilizarea valorii zero pentru contribuția fiecărui congener necuantificat la TEQ.

⁽³⁾ Analiza dublă este necesară pentru a exclude posibilitatea unei contaminări încrucișate interne sau a amestecării accidentale a eșantioanelor. Prima analiză, ținând seama de incertitudinea măsurătorii, este utilizată pentru verificarea conformității.

În cazul în care analiza este efectuată în cadrul unui incident de contaminare cu dioxine, confirmarea prin analiză dublă poate fi omisă atunci când trasabilitatea permite stabilirea unei legături între eșantioanele prelevate pentru analiză și incidentul de contaminare cu dioxine.

⁽⁴⁾ JO L 221, 17.8.2002, p. 8. Decizie modificată prin Decizia 2004/25/CE (JO L 6, 10.1.2004, p. 38).

ANEXA II

PREGĂTIREA EȘANTIOANELOR ȘI CERINȚE PRIVIND METODELE DE ANALIZĂ UTILIZATE PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL NIVELURILOR DE DIOXINE (PCDD/PCDF) ȘI DE PCB-URI ASEMĂNĂTORI DIOXINEI DIN ANUMITE PRODUSE ALIMENTARE**1. DOMENIU DE APLICARE**

Cerințele stabilite în prezenta anexă se aplică atunci când produsele alimentare sunt analizate pentru controlul oficial al nivelurilor de dioxine [dibenzo-p-dioxine policlorurate (PCDD), dibenzofurani policlorurați (PCDF)] și PCB-uri asemănători dioxinei.

Monitorizarea efectuată cu scopul de a detecta prezența dioxinelor în produsele alimentare se poate efectua prin intermediul unei strategii care implică o metodă de screening, astfel încât să se selecteze acele eșantioane în care nivelurile de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinei sunt mai mici decât 25 % sub sau peste nivelul maxim. Concentrația de dioxine și suma dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinei din acele eșantioane cu niveluri considerabile trebuie să fie determinată/confirmată printr-o metodă de confirmare.

Metodele de screening sunt metode utilizate pentru a se detecta prezența dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinei la nivelul de interes. Aceste metode sunt dotate cu o capacitate sporită de tratare a eșantioanelor, ceea ce permite analizarea unui număr mare de eșantioane, în vederea detectării celor care ar putea să se dovedească pozitive. Acestea sunt concepute special pentru a se evita rezultatele negative false.

Metodele de confirmare sunt metode care furnizează informații complete sau complementare care permit identificarea și cuantificarea fără echivoc a dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinei la nivelul de interes.

2. CONTEXT

Concentrațiile fiecărei substanțe dintr-o probă dată se înmulțesc cu factorul de echivalență toxică (TEF) corespunzător, astfel cum s-a stabilit de către Organizația Mondială a Sănătății și cum sunt enumerate în apendicele la prezenta anexă, și apoi acestea se adună pentru a obține concentrația totală de compuși asemănători dioxinei exprimată ca echivalenți toxici (TEQ).

În sensul prezentului regulament, limita specifică acceptată de cuantificare a unui congener este concentrarea unui analit în extrasul dintr-o probă care produce un răspuns instrumental la doi ioni diferiți care urmează să fie controlați printr-un raport S/Z (semnal/zgomot) de 3:1 pentru semnalul cel mai puțin sensibil și îndeplinește condițiile de bază, cum sunt, de exemplu, timpul de retenție, raportul izotopic în conformitate cu procedura de determinare descrisă în metoda EPA 1613, revizia B.

3. CERINȚE DE ASIGURARE A CALITĂȚII CARE URMEAZĂ SĂ FIE RESPECTATE LA PREGĂTIREA EȘANTIOANELOR

- Trebuie să se ia măsuri pentru a se evita contaminarea încrucișată la fiecare etapă a procedurii de eșantionare și de analiză.
- Eșantioanele trebuie să fie depozitate și transportate în recipiente din sticlă, aluminiu, polipropilenă sau polietilenă. Urmele de praf de hârtie trebuie îndepărtate de pe recipientul pentru eșantioane. Sticlăria trebuie clătită cu solvenți care au fost certificați ca neconținând dioxine sau care au fost controlați în prealabil pentru a se detecta prezența de dioxine.
- Depozitarea și transportul eșantioanelor trebuie efectuate astfel încât să se păstreze integritatea probei de produs alimentar.
- În măsura în care acest lucru este relevant, fiecare probă de laborator se mărunțește și se amestecă cu grijă printr-un procedeu în legătură cu care s-a dovedit că realizează o omogenizare completă (de exemplu, proba mărunțită astfel încât să treacă printr-o sită cu ochiuri de 1 mm); probele trebuie uscate înainte de mărunțire, în cazul în care conținutul de apă este prea mare.
- Se realizează o analiză-martor parcurgând întreaga procedură analitică, însă fără probă.
- Greutatea probei utilizate pentru extracție trebuie să fie suficientă pentru a îndeplini cerințele referitoare la sensibilitate.
- Procedurile specifice de pregătire a probelor, utilizate pentru produsele avute în vedere, se validează în conformitate cu orientările recunoscute la nivel internațional.

- În cazul peștilor, pielea trebuie îndepărtată, deoarece nivelul maxim se aplică mușchiului fără piele. Cu toate acestea, este necesar ca toate resturile de mușchi și de țesut adipos din partea interioară a pielii să fie îndepărtate cu grijă și complet de pe piele și ca aceste resturi de mușchi și țesut adipos să fie adăugate la proba care urmează să fie analizată.

4. CERINȚE APLICABILE LABORATOARELOR

- Laboratoarele trebuie să demonstreze validitatea unei metode în intervalul nivelului de interes, de exemplu, $0,5 \times$, $1 \times$ și $2 \times$ nivelul de interes, cu un coeficient de variație acceptabil pentru analize repetate. Pentru detalii privind criteriile de acceptare, a se vedea punctul 5.
- Limita de cuantificare pentru o metodă de confirmare se situează în intervalul de aproximativ o cincime din nivelul de interes.
- Se efectuează controale-martor periodice și experimente cu îmbogățire sau analizele probelor-martor (de preferință, dacă există, ale materialului de referință omologat) ca măsuri de control al calității interne.
- Competența laboratoarelor se demonstrează prin participarea continuă și cu succes la studiile interlaboratoare pentru determinarea conținutului de dioxine și de PCB-uri asemănători dioxinei în matricele relevante de produse alimentare/furaje.
- În conformitate cu dispozițiile Regulamentului (CE) nr. 882/2004, laboratoarele sunt acreditate de un organism recunoscut care funcționează în conformitate cu Ghidul ISO/CEI 58, pentru a se asigura aplicarea de către acestea a procedurilor de asigurare a calității analizelor. Laboratoarele sunt acreditate conform standardului EN ISO/CEI 17025.

5. CERINȚE PRIVIND PROCEDURILE DE ANALIZĂ REFERITOARE LA DIOXINE ȘI PCB-URI DE TIPUL DIOXINELOR

Cerințe de bază pentru acceptarea procedurilor analitice:

- *Sensibilitate ridicată și limite joase de detecție.* În ceea ce privește PCDD-urile și PCDF-urile, cantitățile detectabile trebuie să fie de ordinul picogramelor TEQ (10^{-12} g), având în vedere toxicitatea extremă a unora dintre acești compuși. Se știe că PCB-urile apar în cantități mai mari decât PCDD-urile și PCDF-urile. Pentru majoritatea congenerilor PCB, sensibilitatea de ordinul nanogramelor (10^{-9} g) este deja suficientă. Cu toate acestea, pentru măsurarea celor mai toxici congeneri ai PCB-urilor asemănători dioxinelor (în special a congenerilor substituiți non-orto), trebuie să se ajungă la aceeași sensibilitate ca pentru PCDD-uri și PCDF-uri.
- *Selectivitate (specificitate) ridicată.* Este necesar să se facă o distincție între PCDD-uri, PCDF-uri și PCB-uri asemănători dioxinelor dintr-o multitudine de alți compuși coextrași și care pot să interfereze, prezenți în concentrații cu până la câteva ordine de mărime mai mari decât cele ale analiților de interes. Pentru metodele de cromatografie în fază gazoasă/spectrometrie de masă (CG/SM), este necesar să se facă deosebirea între diferiții congeneri, cum ar fi între cei toxici (de exemplu, cei șaptesprezece PCDD-uri și PCDF-uri substituiți în 2,3,7,8 și PCB-urile asemănători dioxinelor) și alți congeneri. Testele biologice permit determinarea selectivă a valorilor TEQ ca sumă a PCDD-urilor, PCDF-urilor și PCB-urilor asemănători dioxinei.
- *Acuratețe ridicată (autenticitate și precizie).* Determinarea oferă o estimare valabilă a concentrației reale dintr-o probă. Acuratețea ridicată (acuratețea măsurătorii: gradul de apropiere dintre rezultatul unei măsurători și valoarea reală sau atribuită a mărimii care urmează să fie măsurată) este necesară pentru a se evita respingerea unui rezultat al unei analize de probă pe motiv de fiabilitate redusă a estimării TEQ. Acuratețea se exprimă prin autenticitate (diferența dintre valoarea medie măsurată pentru un analit pe un material certificat și valoarea sa certificată, exprimată ca procent din această valoare) și precizie (deviația standard relativă RSD_R calculată pe baza rezultatelor generate în condiții de reproductibilitate).

Metodele de screening pot să cuprindă bioteste și metode CG/SM; metodele de confirmare sunt metode de gazcromatografie de înaltă rezoluție/spectrometrie de masă de înaltă rezoluție (HRGC/HRMS). Pentru valoarea totală TEQ, trebuie să se respecte următoarele criterii:

	Metode de screening	Metode de confirmare
Rata de rezultate fals negative	< 1 %	
Autenticitate		de la – 20 % la + 20 %
Precizie (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. CERINȚE SPECIFICE PRIVIND METODELE CG/SM CARE URMEAZĂ SĂ FIE RESPECTATE ÎN SCOPUL SCREENINGULUI SAU AL CONFIRMĂRII

- De la începutul metodei de analiză, de exemplu, înaintea fazei de extracție, trebuie să se adauge standarde interne de PCDD/F substituite în 2,3,7,8-clor și marcate cu ^{13}C și standarde interne de PCB-uri asemănători dioxinei marcate cu ^{13}C , pentru a se valida procedura analitică. Trebuie să se adauge cel puțin un congener pentru fiecare dintre grupurile izomere tetra-octaclorurați ai PCDD/F și cel puțin un congener pentru fiecare dintre grupurile omoloage ale PCB-urilor asemănători dioxinei (o altă metodă constă în adăugarea a cel puțin unui congener pentru fiecare funcție de înregistrare a unui izomer selecționat prin spectrometrie de masă utilizată pentru controlul PCDD/F și al PCB-urilor de tipul dioxinelor). Se recomandă clar, mai ales în cazul metodelor de confirmare, utilizarea tuturor celor 17 standarde interne de PCDD/F substituite în 2,3,7,8, marcate cu ^{13}C , precum și totalitatea celor 12 standarde interne de PCB-uri de tipul dioxinelor marcate cu ^{13}C .

De asemenea, se determină factorii relativi de reacție pentru acei congengeri pentru care nu se adaugă niciun analog marcat cu ^{13}C , utilizându-se soluții de etalonare corespunzătoare.

- Pentru produsele alimentare de origine vegetală și produsele alimentare de origine animală cu un conținut de grăsime mai mic de 10 %, este obligatorie adăugarea unor standarde interne înainte de extracție. Pentru produsele alimentare de origine animală cu un conținut de grăsime mai mare de 10 %, standardele interne se pot adăuga fie înaintea extracției, fie după extracția grăsimii. Se procedează la o validare corespunzătoare a eficacității extracției, în funcție de etapa în care se introduc standardele interne și de modul în care sunt prezentate rezultatele (pe bază de produs sau de grăsimi).
- Înainte de analiza CG/SM, trebuie să se adauge unul sau două standarde de recuperare (de înlocuire).
- Este necesar un control al recuperării. Pentru metodele de confirmare, recuperările de standarde interne individuale trebuie să se situeze în intervalul 60-120 %. Se acceptă și recuperări mai mici sau mai mari pentru anumiți congengeri, în special pentru dibenzodioxinele și dibenzofuranii hepta- și octo-clorurate (clorurați), cu condiția ca contribuția acestora la valoarea TEQ să nu depășească 10 % din valoarea TEQ totală (bazată pe suma PCDD/F și a PCB-urilor asemănători dioxinelor). Pentru metodele de screening, recuperarea trebuie să se situeze în intervalul 30-140 %.
- Separarea dioxinelor de compușii clorurați care interferează, precum PCB-urile care nu sunt asemănători dioxinelor și difeniletericlorurați, se realizează prin tehnici cromatografice corespunzătoare (de preferință prin intermediul unei coloane de florisil, alumina și/sau carbon).
- Separarea izomerilor prin gascromatografie trebuie să fie suficientă (< 25 % de la vârf la vârf între 1,2,3,4,7,8-HxCDF și 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Determinarea se realizează în conformitate cu metoda EPA 1613 revizia B, intitulată: „Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS” sau o altă metodă cu criterii echivalente de performanță.
- Diferența dintre limita superioară și limita inferioară nu trebuie să depășească 20 % pentru produsele alimentare cu o contaminare cu dioxine de aproximativ 1 pg TEQ - OMS/g grăsime (pe baza sumei PCDD/PCDF și a PCB-urilor de tipul dioxinelor). Pentru produsele alimentare cu un conținut scăzut de grăsime, trebuie să se aplice aceleași cerințe pentru niveluri de contaminare de aproximativ 1 pg OMS-TEQ/g produs. Pentru niveluri de contaminare inferioare, de exemplu, 0,50 pg OMS-TEQ/g produs, diferența dintre limita superioară și limita inferioară se poate situa între 25 % și 40 %.

7. METODE ANALITICE DE SCREENING

7.1. **Introducere**

Se pot utiliza diferite abordări analitice prin utilizarea unei metode de screening: o abordare de screening pură și o abordare cantitativă.

Abordare de screening

Reacția eșantioanelor este comparată cu cea a unei probe de referință, la nivelul de interes. Probele care dau un răspuns inferior celui de referință sunt declarate negative, iar cele care dau un răspuns superior celui de referință sunt considerate pozitive. Cerințe:

- În fiecare serie de teste trebuie să se includă o probă martor și una de referință, care sunt extrase și testate în același timp și în aceleași condiții. Reacția probei de referință trebuie să fie în mod clar mai mare decât cea a probei martor.
- Se includ eșantioane de referință suplimentare de $0,5 \times$ și $2 \times$ nivelul de interes, pentru a demonstra eficacitatea testului în intervalul relevant, pentru controlul nivelului de interes.

- Atunci când se testează alte matrice, trebuie să se demonstreze validitatea probei sau a probelor de referință, prin includerea, de preferință, a probelor evidențiate de metoda HRGC/HRMS că au un nivel TEQ în jurul celui al probei de referință sau, în lipsă, al unui martor îmbogățit la acest nivel.
- Având în vedere faptul că nu se pot utiliza standarde interne în bioteste, testele cu privire la repetabilitate se efectuează pentru obținerea unor informații privind deviația standard în cadrul unei serii de teste. Coeficientul de variație trebuie să fie mai mic de 30 %.
- Pentru bioteste, se definesc compuşii țintă, posibilele interferențe și nivelurile martor maxime admise.

Abordare cantitativă

Abordarea cantitativă presupune în mod obligatoriu serii de diluție standard, un proces de curățare și de măsurare dublă sau triplă, precum și controale de recuperare și ale martorului. Rezultatul poate fi exprimat ca TEQ, presupunându-se astfel că acei compuși care se află la originea semnalului corespund principiului TEQ. În acest sens, se poate utiliza TCDD (sau un amestec standard de dioxine/furani/PCB-uri asemănători dioxinelor) pentru a se obține o curbă de etalonare care permite calcularea valorii TEQ din extras și, prin urmare, din probă. Rezultatul se corectează apoi cu valoarea TEQ calculată pentru o probă-martor (pentru a se ține seama de impuritățile din solvenți și din substanțe chimice utilizate) și pentru o recuperare (această cantitate este calculată pe baza valorii TEQ într-o probă de control al calității a cărei concentrație se apropie de nivelul de interes). Este esențial să se țină seama de faptul că o parte a recuperării pierderii aparente se poate datora efectelor matricei și/sau diferențelor dintre valorile TEF corespunzătoare biotestelor și valorile TEF oficiale stabilite de Organizația Mondială a Sănătății.

7.2. Cerințe privind metodele analitice de screening

- Screeningul se poate realiza prin metode de analiză GC/MS și prin bioteste. Pentru metodele GC/MS se utilizează cerințele prevăzute la punctul 6. Pentru biotestele celulare se stabilesc cerințe specifice la punctul 7.3 din prezenta anexă, iar pentru biotestele realizate cu ajutorul kiturilor, la punctul 7.4 din prezenta anexă.
- Sunt necesare informații privind numărul de rezultate fals pozitive și fals negative obținute dintr-un număr mare de eșantioane sub sau peste nivelul maxim sau nivelul de intervenție, prin comparație cu conținutul TEQ determinat printr-o metodă analitică de confirmare. Ratele reale de rezultate fals negative sunt mai mici de 1 %. Rata eșantioanelor fals pozitive este suficient de scăzută pentru a face ca utilizarea metodei de screening să rămână avantajoasă.
- Rezultatele pozitive trebuie să fie confirmate întotdeauna printr-o metodă analitică de confirmare (HRGC/HRMS). În plus, eșantioanele dintr-un interval TEQ larg trebuie să fie confirmate prin HRGC/HRMS (aproximativ 2-10 % din eșantioanele negative). Trebuie să se furnizeze informații privind corespondența dintre bioteste și rezultatele metodei HRGC/HRMS.

7.3. Cerințe specifice pentru biotestele celulare

- Atunci când se realizează un biotest, fiecare test necesită o serie de concentrații de referință de TCDD sau dintr-un amestec de dioxine/furani/PCB-uri asemănători dioxinei (curbă de răspuns cu $R^2 > 0,95$ pentru o doză completă). Cu toate acestea, pentru screening se poate utiliza o curbă de nivel scăzut detaliată pentru analiza eșantioanelor cu un conținut scăzut.
- Pentru rezultatele biotestului într-un interval de timp constant, se va utiliza o concentrație de referință de TCDD (aproximativ de trei ori limita de cuantificare) pe un grafic de control al calității. O alternativă poate fi răspunsul relativ al unei probe de referință în comparație cu o curbă de etalonare TCDD, deoarece reacția celulelor poate să depindă de mulți factori.
- Se înregistrează și se verifică graficele de control al calității (CC) pentru fiecare tip de material de referință, pentru a se garanta că rezultatul este conform cu orientările furnizate.
- În special pentru calculele cantitative, inducerea diluției probei utilizate trebuie să se situeze în porțiunea liniară a curbei de răspuns. Probele situate deasupra porțiunii liniare a curbei de răspuns trebuie diluate și testate din nou. Prin urmare, este oportun să se testeze cel puțin trei diluții o dată.
- Deviația standard nu trebuie să depășească 15 % într-o determinare triplă pentru fiecare diluție a probei și 30 % pentru trei experimente independente.
- Se poate alege ca limită de detecție o valoare egală cu de trei ori deviația standard a martorului solventului sau a răspunsului de fond. O altă metodă constă în aplicarea unui răspuns situat deasupra răspunsului de fond (factor de inducție de 5 ori mai mare decât martorul solventului), calculat pe baza curbei de etalonare a zilei. Limita de cuantificare se poate stabili ca o valoare de cinci până la șase ori deviația standard a martorului solventului sau se poate aplica un răspuns care este superior răspunsului de fond (factor de inducție de $10 \times$ martorul solventului), calculată pe baza curbei de etalonare a zilei.

7.4. Cerințe specifice pentru biotestele realizate cu ajutorul kiturilor

- Se asigură faptul că biotestele realizate cu ajutorul kiturilor se caracterizează printr-o sensibilitate și fiabilitate suficientă pentru a fi aplicate produselor alimentare.
- Trebuie să se respecte instrucțiunile producătorului privind pregătirea probei și analizele.
- Kiturile nu se utilizează după data expirării.
- Nu se utilizează materiale sau componente destinate utilizării cu alte kituri.
- Kiturile se păstrează în intervalul specificat de temperaturi de depozitare și se utilizează la temperatura de lucru specificată.
- Limita de detecție pentru imunodozări se stabilește ca de 3 ori deviația standard, bazată pe o serie de 10 analize repetate ale matorului, pentru a fi împărțită la valoarea pantei din ecuația de regresie liniară.
- Pentru testele realizate în laborator se utilizează standarde de referință, pentru a se asigura faptul că răspunsul în ceea ce privește standardul se situează într-un interval acceptabil.

8. RAPORTAREA REZULTATELOR

În măsura în care procedura analitică utilizată permite acest lucru, rezultatele analitice includ nivelurile de congeneri individuali ai PCDD/F și ai PCB-urilor și sunt indicate drept limita inferioară, limita superioară și cea medie, pentru a include o cantitate cât mai mare de informații în raportarea rezultatelor, ceea ce permite o interpretare a rezultatelor în conformitate cu cerințele specifice.

Raportul include, de asemenea, conținutul în lipide al probei, precum și metoda utilizată pentru extracția lipidelor.

Trebuie să se furnizeze recuperările standardelor interne individuale, în cazul în care recuperările se situează în afara intervalului menționat la punctul 6, în cazul în care se depășește nivelul maxim și în celelalte cazuri, la cerere.

Întrucât, atunci când se decide conformitatea unei probe, se ține seama de incertitudinea de măsurare, acest parametru este, de asemenea, pus la dispoziție. Prin urmare, rezultatele analitice se raportează ca $x \pm U$, unde x este rezultatul analizei și U este incertitudinea de măsurare extinsă calculată, utilizând un factor de acoperire de 2, ceea ce dă un nivel de încredere de aproximativ 95 %. În cazul unei determinări separate a dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinei, suma incertitudinii extinse estimate a rezultatelor analitice separate ale dioxinelor și ale PCB-urilor asemănători dioxinelor trebuie să fie folosită pentru suma dioxinelor și a PCB-urilor asemănători dioxinelor.

În cazul în care se ia în considerare incertitudinea de măsurare prin aplicarea CCa (astfel cum se descrie în anexa I punctul 5), acest parametru se raportează.

Rezultatele se exprimă în aceleași unități și prin (cel puțin) același număr de cifre semnificative precum nivelurile maxime prevăzute de Regulamentul (CE) nr. 1881/2006.

Apendice la anexa II

Tabelul factorilor de echivalență toxică (TEF) al Organizației Mondiale a Sănătății pentru evaluarea riscului pentru oameni, pe baza concluziilor reuniunii Organizației Mondiale a Sănătății de la Stockholm, Suedia, din 15-18 iunie 1997 [Van den Berg et al., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775]

Congener	ValoareTEF	Congener	ValoareTEF
Dibenzo-p-dioxine (PCDD)		PCB-uri asemănători dioxinelor	
2,3,7,8-TCDD	1	PCB-uri non-orto + PCB-uri mono-orto	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>PCB-uri non-orto</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	0,0001
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	0,01
OCDD	0,0001	<i>PCB-uri mono-orto</i>	
Dibenzofurani (PCDF)		PCB 105	0,0001
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 114	0,0005
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 118	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 123	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Abrevieri utilizate: „T”= tetra; „Pe” = penta; „Hx” = hexa; „Hp”= hepta; „O”= octa; „CDD” = clorodibenzodioxină; „CDF” = clorodibenzofuran; „CB” = clorobifenil.