

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EG) nr 1883/2006

av den 19 december 2006

om provtagnings- och analysmetoder vid offentlig kontroll av halterna av dioxin och dioxinlika PCB:er i vissa livsmedel

(Text av betydelse för EES)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av Europaparlamentets och rådets förordning (EG) nr 882/2004 av den 29 april 2004 om offentlig kontroll för att säkerställa kontrollen av efterlevnaden av foder- och livsmedelslagstiftningen samt bestämmelserna om djurhälsa och djurskydd⁽¹⁾, särskilt artikel 11.4, och

av följande skäl:

- (1) I kommissionens förordning (EG) nr 1881/2006 av den 19 december 2006 om fastställande av gränsvärden för vissa främmande ämnen i livsmedel⁽²⁾ fastställs gränsvärden för dioxiner och furaner och gränsvärden för summan av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er i vissa livsmedel.
- (2) I kommissionens direktiv 2002/69/EG av den 26 juli 2002 om fastställande av provtagnings- och analysmetoder vid offentlig kontroll av dioxiner och bestämning av dioxinlika PCB i livsmedel⁽³⁾ återfinns särskilda bestämmelser för de provtagningsförfaranden och analysmetoder som skall tillämpas vid den offentliga kontrollen.
- (3) För att nya gränsvärden skall kunna tillämpas på summan av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er krävs det ändringar i direktiv 2002/69/EG. För tydlighetens skull är det lämpligt att ersätta direktiv 2002/69/EG med denna förordning.
- (4) Bestämmelserna i denna förordning gäller endast provtagning och analys av dioxiner och dioxinlika PCB:er vid tillämpning av förordning (EG) nr 1881/2006 och påverkar inte de regler för provtagning och provtagningarnas omfattning och frekvens som anges i bilagorna III och IV till rådets direktiv 96/23/EG av den 29 april 1996 om

införande av kontrollåtgärder för vissa ämnen och restsubstanter av dessa i levande djur och i produkter framställda därav och om upphävande av direktiv 85/358/EEG och 86/469/EEG samt beslut 89/187/EEG och 91/664/EEG⁽⁴⁾. De påverkar inte heller urvalskriterierna för provtagning enligt kommissionens beslut 98/179/EG av den 23 februari 1998 om fastställande av tillämpningsföreskrifter avseende offentlig provtagning för kontroll av vissa ämnen och resthalter av dessa i levande djur och animaliska produkter⁽⁵⁾.

- (5) En metod för screeninganalys med dokumenterad, allmänt godtagen validering och hög kapacitet bör användas för urvalet av prov med betydande halter av dioxiner och dioxinlika PCB:er. Halterna av dioxiner och dioxinlika PCB:er i dessa prov kan sedan bestämmas genom en konfirmeringsanalys. Det är därför lämpligt att fastställa stränga krav för konfirmeringsanalyserna och minimikrav för screeningmetoden.
- (6) När det gäller mycket stora fiskar är det nödvändigt att närmare ange hur provtagningen skall göras för att skapa ett harmoniserat tillvägagångssätt inom hela gemenskapen.
- (7) När det gäller fiskar av samma art och från samma område kan halterna av dioxiner och dioxinlika PCB:er variera med fiskens storlek och ålder. Dessutom är halterna av dioxiner och dioxinlika PCB:er inte alltid desamma i alla delar av fisken. För provtagning av fisk är det därför nödvändigt att närmare ange hur provtagningen och provberedningen skall utföras för att skapa ett harmoniserat tillvägagångssätt inom hela gemenskapen.
- (8) Det är av största vikt att analysresultaten rapporteras och tolkas på ett enhetligt sätt så att ett harmoniserat genomförande i hela gemenskapen säkerställs.
- (9) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från ständiga kommittén för livsmedelskedjan och djurhälsa.

⁽¹⁾ EUT L 165, 30.4.2004, s. 1. Rättad i EUT L 191, 28.5.2004, s. 1. Förordningen ändrad genom kommissionens förordning (EG) nr 776/2006 (EUT L 136, 24.5.2006, s. 3).

⁽²⁾ Se sidan 5 i detta nummer av EUT.

⁽³⁾ EGT L 209, 6.8.2002, s. 5. Direktivet senast ändrat genom direktiv 2004/44/EG (EUT L 113, 20.4.2004, s. 17).

⁽⁴⁾ EGT L 125, 23.5.1996, s. 10. Direktivet senast ändrat genom Europaparlamentets och rådets förordning (EG) nr 882/2004 (EUT L 165, 30.4.2004, s. 1. Rättad i EUT L 191, 28.5.2004, s. 1).

⁽⁵⁾ EGT L 65, 5.3.1998, s. 31. Beslutet ändrat genom 2003 års anslutningsakt.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Provtagning för offentlig kontroll av halterna av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er i de livsmedel som förtecknas i avsnitt 5 i bilagan till förordning (EG) nr 1881/2006 skall utföras i enlighet med metoderna i bilaga I till den här förordningen.

Artikel 2

Beredning och analys av prov för offentlig kontroll av halterna av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er i de livsmedel som förtecknas i avsnitt 5 i bilagan till förordning (EG) nr

1881/2006 skall utföras i enlighet med metoderna i bilaga II till den här förordningen.

Artikel 3

Direktiv 2002/69/EG skall upphöra att gälla. Hänvisningar till det upphävda direktivet skall betraktas som hänvisningar till den här förordningen.

Artikel 4

Denna förordning träder i kraft den tjugonde dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Den skall tillämpas från och med den 1 mars 2007.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 19 december 2006.

På kommissionens vägnar

Markos KYPRIANOU

Ledamot av kommissionen

BILAGA I

PROVTAGNINGSMETODER VID OFFENTLIG KONTROLL AV HALTER AV DIOXINER (PCDD/PCDF) OCH DIOXINLIKA PCB:ER I VISSA LIVSMEDEL**1. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Provtagning för offentlig kontroll av halter av dioxiner (PCDD:er/PCDF:er) och dioxinlika PCB:er i livsmedel skall göras enligt metoderna i denna bilaga. De samlingsprov som man då erhåller skall betraktas som representativa för de partier eller delpartier från vilka de tas. Bedömningen av om gränsvärden – enligt kommissionens förordning (EG) nr 1881/2006 om fastställande av gränsvärden för vissa främmande ämnen i livsmedel – överskrids eller inte skall ske på grundval av de halter som bestäms i laboratorieproven.

2. DEFINITIONER

parti: en identifierbar mängd livsmedel från en och samma leverans som vid offentlig kontroll uppvisar samma egenskaper, exempelvis i fråga om ursprung, sort, emballeringsmetod, förpackare, avsändare eller märkning. När det gäller fisk och fiskeriprodukter skall även fiskarnas storlek vara jämförbar. Om fiskarnas storlek och vikt inte är jämförbara inom en sändning får sändningen visserligen betraktas som ett och samma parti, men ett särskilt provtagningsförfarande måste tillämpas.

delparti: en viss del som ingår i ett större parti och på vilken provtagningsmetoden skall tillämpas. Varje delparti skall hållas fysiskt åtskilt och vara identifierbart.

delprov: en viss mängd material som tagits från ett och samma ställe i partiet eller delpartiet.

samlingsprov: sammanläggning av alla delprov som tagits ur partiet eller delpartiet.

laboratorieprov: en representativ del/kvantitet av det samlingsprov som är avsett för laboratorium.

3. ALLMÄNNA BESTÄMMELSER**3.1 Personal**

Provtagningen skall utföras av en behörig person som utsetts för detta av medlemsstaten.

3.2 Provtagningsmaterial

Varje parti och delparti som skall analyseras skall provtas separat.

3.3 Försiktighetsåtgärder

Under provtagningen och beredningen av proven skall åtgärder vidtas för att undvika förändringar som kan påverka halten av dioxiner och dioxinlika PCB:er och negativt påverka den analytiska bestämningen eller göra samlingsproven icke-representativa.

3.4 Delprov

Så långt det är möjligt skall delproven tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Avvikelser från detta förfarande skall noteras i det protokoll som avses i avsnitt 3.8 i denna bilaga.

3.5 Beredning av samlingsprov

Samlingsprovet erhålls genom att delproven blandas. Samlingsprovet skall väga minst 1 kg, utom när detta är praktiskt omöjligt, t.ex. när endast en förpackning har provtagits.

3.6 Identiska prov

Identiska prov för offentlig tillsyn, överklagande och referensändamål skall tas från det homogeniserade samlingsprovet, såvida detta inte strider mot medlemsstaternas bestämmelser om livsmedelsföretagarens rättigheter. Laboratorieprov för tillsynsåtgärder skall vara så stora att de räcker till åtminstone en dubbelanalys.

3.7 Emballering och transport av prov

Varje prov skall placeras i en ren behållare av inaktivt material som ger tillräckligt skydd mot föroreningar, förlust av analyser genom adsorption till behållarens innervägg och skador under transporten. Alla nödvändiga åtgärder skall vidtas för att undvika att provets sammansättning förändras under transport och lagring.

3.8 Förseglning och märkning av prov

Varje prov som tas för offentlig kontroll skall förseglas på provtagningsstället och identifieras enligt medlemsstaternas föreskrifter.

För varje provtagning skall ett protokoll upprättas som gör det möjligt att entydigt definiera varje parti. I protokollet skall datum och plats för provtagningen anges samt eventuell ytterligare information som kan vara till hjälp för den som utför analysen.

4. PROVTAGNINGSPLANER

Genom den provtagningsmetod som tillämpas skall det säkerställas att samlingsprovet är representativt för det parti eller delparti som skall kontrolleras.

4.1 Indelning i delpartier

Stora partier skall indelas i delpartier förutsatt att delpartierna kan avskiljas fysiskt från varandra. På produkter som säljs som stora bulksändningar (t.ex. vegetabiliska oljor) skall tabell 1 tillämpas. På övriga produkter skall tabell 2 tillämpas. Eftersom partiets vikt inte alltid är en exakt multipel av delpartiernas vikt får delpartiernas vikt överskrida den angivna vikten med högst 20 %.

Tabell 1

Indelning av partier i delpartier för produkter som säljs som bulksändningar

Partiets vikt (ton)	Vikt eller antal delpartier
≥ 1 500	500 ton
> 300 och < 1 500	3 delpartier
≥ 50 och ≤ 300	100 ton
< 50	—

Tabell 2

Indelning av partier i delpartier för övriga produkter

Partiets vikt (ton)	Vikt eller antal delpartier
≥ 15	15–30 ton
< 15	—

4.2 Antal delprov

Samlingsprovet som är en blandning av alla delprov skall väga minst 1 kg (se avsnitt 3.5 i denna bilaga).

Det minsta antalet delprov som skall tas från partiet eller delpartiet anges i tabellerna 3 och 4.

När det gäller bulkvara i flytande form skall partiet eller delpartiet omedelbart före provtagningen blandas så noggrant som möjligt manuellt eller maskinellt, förutsatt att produktens kvalitet inte påverkas. Eventuella främmande ämnen antas då vara jämnt fördelade inom ett givet parti eller delparti. Tre delprov från ett parti eller ett delparti räcker därför för att bilda ett samlingsprov.

Delproven skall ha i stort sett samma vikt. Ett delprov bör väga åtminstone 100 g.

Avvikelse från detta förfarande skall noteras i det protokoll som avses i avsnitt 3.8 i denna bilaga. I enlighet med kommissionens beslut 97/747/EG av den 27 oktober 1997 om fastställande av omfattning och frekvens av provtagningar som föreskrivs i rådets direktiv 96/23/EG för kontroll av vissa ämnen och restsammansatser av dessa i vissa animaliska produkter⁽¹⁾ skall storleken på samlingsprov för hönsägg vara minst 12 ägg (både för bulkpartier och partier som består av enskilda förpackningar, tabellerna 3 och 4).

⁽¹⁾ EGT L 303, 6.11.1997, s. 12.

Tabell 3

Minsta antal delprov som skall tas från ett parti eller ett delparti

Partiets/delpartiets vikt eller volym (i kilogram eller liter)	Minsta antal delprov som skall tas ut
< 50	3
50–500	5
> 500	10

För partier eller delpartier som består av enskilda förpackningar eller enheter anges i tabell 4 det antal förpackningar eller enheter som skall tas för att bilda ett samlingsprov.

Tabell 4

Antal förpackningar eller enheter (delprov) som skall tas för att bilda ett samlingsprov för partier och delpartier bestående av enskilda förpackningar eller enheter

Antal förpackningar eller enheter i partiet eller delpartiet	Antal förpackningar eller enheter som skall tas ut
1–25	minst 1 förpackning eller enhet
26–100	ca 5 %, minst 2 förpackningar eller enheter
> 100	ca 5 %, högst 10 förpackningar eller enheter

4.3 Särskilda bestämmelser om provtagning av partier som innehåller hela fiskar av jämförbar storlek och vikt

Fiskar skall anses ha jämförbar storlek och vikt om skillnaden i storlek och vikt inte överskrider ca 50 %.

Det antal delprov som skall tas från partiet anges i tabell 3. Samlingsprovet som är en blandning av alla delprov skall väga minst 1 kg (se avsnitt 3.5).

- Om ett provtagningsparti innehåller små fiskar (där varje enskild fisks vikt < ca 1 kg), skall hela fisken utgöra ett delprov som skall ingå i samlingsprovet. Om det samlingsprov som då fås fram väger mer än 3 kg, kan delproven bestå av mittpartiet, som vart och ett skall väga minst 100 g, av de fiskar som ingår i samlingsprovet. Hela den del på vilken gränsvärdet är tillämpligt skall användas för homogenisering av provet.

Fiskens mittparti är där dess tyngdpunkt ligger, i de flesta fall vid ryggfenan (om fisken har en ryggfena) eller mitt emellan gälöppningen och anus.

- Om provtagningspartiet innehåller stora fiskar (där varje enskild fisks vikt > ca 1 kg), skall delprovet bestå av fiskens mittparti. Varje delprov skall väga minst 100 g.

För fiskar av medelstorlek (ca 1–6 kg) skall delprovet bestå av ett stycke av fisken som tas som ett tvärsnitt från ryggen till buken i fiskens mittparti.

För mycket stora fiskar (t.ex. > ca 6 kg) skall delprovet tas av dorsolateralt muskelkött på högra sidan (framifrån sett) i fiskens mittparti. Om uttagning av ett sådant stycke ur fiskens mittparti skulle medföra betydande ekonomisk skada kan det betraktas som tillräckligt att ta tre delprov på minst 350 gram var oberoende av partiets storlek, eller också kan en lika stor del av muskelköttet nära fiskens stjärtparti och muskelköttet nära dess huvudparti betraktas som ett delprov som är representativt för dioxinhalten i hela fisken.

4.4 Provtagning av fiskpartier som innehåller hela fiskar av olika storlek och/eller vikt

- Bestämmelserna i avsnitt 4.3 skall tillämpas på provens sammansättning.
- Om en viss storleks- eller viktkategori överväger (ca 80 % eller mer av partiet) skall provet tas från fiskar som har den storlek eller vikt som överväger. Detta prov skall betraktas som representativt för hela partiet.
- Om ingen särskild storleks- eller viktkategori överväger, skall det säkerställas att de fiskar som väljs ut för provet är representativa för sändningen. Särskilda anvisningar för sådana fall finns i *Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight* ⁽¹⁾.

4.5 Provtagning i detaljhandelsledet

Provtagning av livsmedel i detaljhandelsledet skall om möjligt göras enligt bestämmelserna för provtagning i avsnitt 4.2 i denna bilaga.

Om detta inte är möjligt får en alternativ metod för provtagning i detaljhandelsledet användas, förutsatt att den garanterar att det provtagna partiet eller delpartiet är tillräckligt representativt.

5. PARTIETS ELLER DELPARTIETS ÖVERENSSTÄMMELSE MED SPECIFIKATIONEN

Partiet godkänns om resultatet av en enkelanalys med hänsyn tagen till mätosäkerheten inte överskrider respektive gränsvärden för dioxiner och summan av dioxiner och dioxinlika PCB:er enligt förordning (EG) nr 1881/2006.

Partiet är inte i överensstämmelse med gränsvärdet enligt förordning (EG) nr 1881/2006 om det är ställt utom rimligt tvivel att analysresultatet, avseende övre koncentrationer ⁽²⁾, med hänsyn tagen till mätosäkerheten och bekräftat genom dubbelanalys ⁽³⁾, överskrider den högsta tillåtna halten.

Mätosäkerheten kan beaktas enligt någon av följande metoder:

- Genom beräkning av den utvidgade osäkerheten, varvid en täckningsfaktor på 2 används, vilket ger en konfidsensgrad av omkring 95 %. Ett parti eller delparti uppfyller inte kraven om det uppmätta värdet minus U överstiger det tillåtna värdet som fastställts. Om en bestämning av dioxiner och dioxinlika PCB:er har gjorts separat skall summan av den uppskattade utvidgade mätosäkerheten för de separata analysresultaten avseende dioxiner och dioxinlika PCB:er användas för summan av dioxiner och dioxinlika PCB:er.
- Genom att fastställa beslutsgränsen (CC_α) enligt kommissionens beslut 2002/657/EG av den 12 augusti 2002 om genomförande av rådets direktiv 96/23/EG avseende analysmetoder och tolkning av resultat ⁽⁴⁾ (punkt 3.1.2.5 i bilagan – ämnen med fastställd gräns). Ett parti eller delparti uppfyller inte kraven om det uppmätta värdet är lika med eller högre än CC_α-värdet.

Dessa tolkningsregler skall tillämpas på de analysresultat som erhålls vid provtagning för offentlig kontroll. För analys för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler.

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

⁽²⁾ Begreppet "övre koncentrationer" kräver användning av kvantifieringsgränsen för bidraget från varje icke-quantifierad kongen till TEQ-värdet (toxicitetsekvivalenter).

Begreppet "lägre koncentrationer" innebär användning av noll för bidraget från varje icke-quantifierad kongen till TEQ-värdet.

Begreppet "mellanvärde" kräver användning av halva kvantifieringsgränsen vid beräkning av bidraget från varje icke-quantifierad kongen till TEQ-värdet.

⁽³⁾ Två analyser behövs för att utesluta möjligheten av intern korskontamination eller oavsiktlig hopblandning av prov. Den första analysen, där mätosäkerheten beaktas, används för kontroll av att kraven är uppfyllda.

Om analysen utförs i samband med en incident där kontaminering med dioxin har ägt rum, kan bekräftelse med hjälp av dubbelanalys utelämnas om de prov som utvalts för analys genom spårbarhet kan kopplas till incidenten.

⁽⁴⁾ EGT L 221, 17.8.2002, s. 8. Beslutet ändrat genom beslut 2004/25/EG (EUT L 6, 10.1.2004, s. 38).

BILAGA II

BEREDNING AV PROV OCH KRAV PÅ ANALYSMETODER FÖR OFFENTLIG KONTROLL AV DIOXINHALTER (PCDD/PCDF) OCH DIOXINLIKA PCB:ER I VISSA LIVSMEDEL

1. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Kraven i denna bilaga skall tillämpas när livsmedel analyseras för offentlig kontroll av halterna av dioxiner (polyklorerade dibenso-p-dioxiner [PCDD:er] och polyklorerade dibensofuraner [PCDF:er]) samt av dioxinlika PCB:er.

Förekomsten av dioxiner i livsmedel kan övervakas genom användning av screeningmetoder för urval av prov med halter av dioxiner och dioxinlika PCB:er som överskrider eller ligger mindre än 25 % under gränsvärdet. Koncentrationerna av dioxiner och av summan av dioxiner och dioxinlika PCB:er i dessa prov med betydande halter skall bestämmas/bekräftas genom en konfirmeringsmetod.

Screeningmetoder är metoder som används för att påvisa förekomst av dioxiner och dioxinlika PCB:er på eller över en given nivå. Dessa metoder skall ha en hög provkapacitet och används för att undersöka ett stort antal prover för att sälla fram eventuella positiva resultat. De skall vara särskilt utformade för att undvika falskt negativa resultat.

Konfirmeringsmetoder är metoder som ger fullständig eller kompletterande information så att dioxiner och dioxinlika PCB:er otvetydigt kan identifieras och kvantifieras på den givna nivån.

2. BAKGRUND

Koncentrationerna av de enskilda ämnena i ett givet prov skall multipliceras med ämnenas respektive TEF (ekvivalensfaktor för toxicitet) som fastställts av WHO och förtecknas i tillägget till denna bilaga och skall därefter adderas för att ge den totala koncentrationen av dioxinlika sammansättningar, uttryckt som toxicitetskvivalenter (TEQ).

Vid tillämpning av denna förordning skall den godtagna särskilda kvantifieringsgränsen av en enskild kongen vara den koncentration av en analyt i ett provextrakt som ger ett instrumentutslag vid de två skilda joner som skall kontrolleras, med ett S/N-förhållande (signal-brus-förhållande) på 3:1 för den mindre känsliga signalen, och som uppfyller grundkraven såsom retentionstid och isotopkvot enligt det bestämningsförfarande som beskrivs i det amerikanska miljöskyddsorganets (Environment Protection Agency) metod 1613, revidering B.

3. KRAV PÅ KVALITETSSÄKRING VID BEREDNING AV PROV

- Åtgärder skall vidtas för att undvika korskontaminering under alla moment vid provtagning och analys.
- Proven skall förvaras och transporteras i behållare av glas, aluminium, polypropylen eller polyeten. Spår av pappersdamm skall avlägsnas från provbehållaren. Behållare av glas skall sköljas med lösningar som intygats vara fria från dioxiner eller som tidigare kontrollerats med avseende på förekomst av dioxiner.
- Proven skall förvaras och transporteras på ett sådant sätt att livsmedelsprovet bibehålls i oförändrat tillstånd.
- Prov för laboratorieanalys skall vid behov finmalas och blandas omsorgsfullt enligt en metod som garanterar fullständig homogenisering (t.ex. så att de passerar en 1 mm sikt). Om vattenhalten är för hög skall proven torkas innan de mals.
- En analys med blankprov skall göras genom att man utför hela analysprocessen och endast utelämnar provet.
- Vikten på det prov som extraheras skall vara tillräckligt hög för att kraven på känslighet skall uppfyllas.
- De särskilda provberedningsförfaranden som används för en eller flera givna produkter skall valideras enligt internationellt vedertagna riktlinjer.

- När det gäller fisk skall skinnet avlägsnas eftersom gränsvärdet den högsta tillåtna halten avser muskelkött utan skinn. Det är dock nödvändigt att noggrant och fullständigt skrapa loss allt muskelkött och all fettvävnad på insidan av skinnet och ta med dessa rester av muskelkött och fettvävnad i det prov som analyseras.

4. KRAV PÅ LABORATORIER

- Laboratorierna skall påvisa en metods prestanda inom intervallet för den givna nivån, t.ex. 0,5 gång, 1 gång och 2 gånger den givna nivån med en godtagbar variationskoefficient för upprepade analyser. Närmare uppgifter om kraven för godtagande anges i avsnitt 5.
- Kvantifieringsgränsen för en konfirmeringsmetod skall motsvara ungefär en femtedel av den givna nivån.
- Regelbundna blankprov och experiment med tillsatser eller analys av kontrollprov (helst med certifierat referensmaterial om sådant finns) skall utföras som interna åtgärder för kvalitetskontroll.
- Laborariekompetensen skall påvisas genom fortlöpande medverkan i provningsjämförelser för bestämning av halten av dioxiner och dioxinlika PCB:er i den foder- eller livsmedelsmatris det gäller.
- Enligt bestämmelserna i förordning (EG) nr 882/2004 skall laboratorierna ackrediteras av ett godkänt ackrediteringsorgan som verkar enligt ISO Guide 58 för att säkerställa att de tillämpar ett system för kvalitetssäkring av analysverksamheten. Laboratorierna skall ackrediteras enligt standarden EN ISO/IEC 17025.

5. KRAV PÅ ANALYSMETODER FÖR DIOXINER OCH DIOXINLIKA PCB:ER

Grundläggande krav för godtagande av analysmetoder

- *Hög känslighet och låg detektionsgräns.* Eftersom vissa typer av PCDD:er och PCDF:er är extremt toxiska måste detektionsgränsen för dessa ämnen ligga i storleksordningen pikogram TEQ (10^{-12} g). Det är känt att PCB:er brukar förekomma i högre halter än PCDD:er och PCDF:er. För de flesta PCB-kongener räcker det att känsligheten ligger i storleksordningen nanogram (10^{-9} g). Vid mätning av mer toxiska dioxinlika PCB-kongener (särskilt non-ortosubstituerade kongener) måste dock samma känslighet uppnås som för PCDD:er och PCDF:er.
- *Hög selektivitet (specificitet).* PCDD:er, PCDF:er och dioxinlika PCB:er måste kunna skiljas från en stor mängd andra föreningar som extraheras samtidigt och ingår i koncentrationer flerfaldigt högre än hos den givna analyten och som kan påverka analysen. Metoder som bygger på gaskromatografi i kombination med masspektrometri (GC-MS) måste kunna särskilja mellan olika kongener, exempelvis mellan toxiska sådana (t.ex. de sju 2,3,7,8-substituerade PCDD:erna och PCDF:erna samt dioxinlika PCB:erna) och andra, icke-toxiska. Med bioassay skall det vara möjligt att fastställa TEQ-värden selektivt som summan av PCDD:er, PCDF:er och dioxinlika PCB:er.
- *Hög noggrannhet (riktighet och precision).* Bestämningen skall ge en giltig uppskattning av den faktiska halten i ett prov. En hög noggrannhet (med mätningens noggrannhet avses hur väl mätresultatet överensstämmer med provets sanna eller angivna halt) krävs för att resultatet av en provanalys inte skall avvisas på grund av dålig tillförlitlighet när det gäller uppskattningen av TEQ-värdet. Noggrannheten uttrycks som riktighet (skillnaden mellan det medelvärde som har uppmätts för en analyt i ett certifierat material och dess certifierade värde, uttryckt som ett procenttal av detta värde) och precision (RSD_R , dvs. den relativa standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden).

Screeningmetoderna kan inbegripa bioassay-tekniker och metoder som bygger på gaskromatografi i kombination med masspektrometri. Konfirmeringsmetoder är metoder som bygger på högupplösande gaskromatografi i kombination med högupplösande masspektrometri (HRGC-HRMS). Följande krav måste uppfyllas för det totala TEQ-värdet:

	Screeningmetoder	Konfirmeringsmetoder
Falska negativa resultat	< 1 %	
Riktighet		– 20 % till + 20 %
Precision (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. SÄRSKILDA KRAV PÅ METODER FÖR GASKROMATOGRAFI OCH MASSPEKTROMETRI FÖR SCREENING- ELLER KONFIRMERINGSMETODER

- Interna standarder i form av ^{13}C -märkt 2,3,7,8-klorsubstituerat PCDD/F och i form av ^{13}C -märkta dioxinlika PCB-standarder skall tillsättas alldeles i början av analysen, t.ex. före extraktionen, för att validera analysmetoden. Minst en kongen för varje tetra- till oktaklorerad homolog grupp av PCDD/F:er och minst en kongen för varje homolog grupp av dioxinlika PCB:er skall tillsättas (alternativt tillsätts minst en kongen för varje masspektrometriska SIR-funktion [selektiv jonregistrering], som används för att kontrollera PCDD/F:er och dioxinlika PCB:er). Det avgjort bästa, särskilt för konfirmeringsmetoder, är att använda alla de sju ^{13}C -märkta 2,3,7,8-substituerade interna PCDD/F-standarderna och alla de tolv ^{13}C -märkta interna dioxinlika PCB-standarderna (om dioxinlika PCB:er skall bestämmas).

Med hjälp av lämpliga kalibreringslösningar skall de relativa responsfaktorerna också bestämmas för de kongener till vilka ingen ^{13}C -märkt analog tillsätts.

- För livsmedel av vegetabiliskt och livsmedel av animaliskt ursprung som innehåller mindre än 10 % fett skall interna standarder tillsättas innan extraktionen görs. För livsmedel av animaliskt ursprung som innehåller mer än 10 % fett kan interna standarder tillsättas antingen före eller efter extraktionen av fett. En lämplig validering av extraktionens effektivitet skall ske med hänsyn till när de interna standarderna tillsätts och till huruvida resultaten rapporteras på grundval av produkten eller fettet.
- Innan en GC-MS-analys utförs skall en eller två utbytesstandarder (surrogat) tillsättas.
- En kontroll av utbytet är nödvändig. För konfirmeringsmetoder skall utbytet av de enskilda interna standarderna ligga inom intervallet 60–120 %. Lägre eller högre utbytesgrad för enskilda kongener – särskilt för vissa hepta- och oktaklorerade dibensodioxiner och dibensofuraner – kan godtas under förutsättning att deras bidrag till det totala TEQ-värdet inte överstiger 10 % (bygger på summan av PCDD/F:er och dioxinlika PCB:er). För screeningmetoder skall utbytet ligga inom intervallet 30–140 %.
- Dioxiner skall separeras från interfererande klorföreningar såsom icke-dioxinlika PCB:er och klorerade difenyletrar med hjälp av en lämplig kromatografisk teknik (lämpligtvis med hjälp av en florisil-, aluminiumoxid- och/eller kolkolonn).
- Gaskromatografisk separation av isomerer är tillräcklig (< 25 % från topp till topp mellan 1,2,3,4,7,8-HxCDF och 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Bestämningen skall ske enligt det amerikanska miljöskyddsorganets (Environment Protection Agency) metod 1613, revidering B: *Tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS* eller någon annan metod med motsvarande resultatkriterier.
- Skillnaden mellan den övre och den lägre beräknade halten får inte överstiga 20 % för livsmedel med en dioxinkontaminering på cirka 1 pg WHO-TEQ/g fett (bygger på summan av PCDD:er/PCDF:er och dioxinlika PCB:er). För livsmedel med låg fetthalt gäller samma krav vid kontamineringsnivåer på cirka 1 pg WHO-TEQ/g produkt. För lägre kontamineringsgrader, t.ex. 0,50 pg WHO-TEQ/g produkt, kan skillnaden mellan övre och lägre koncentrationer ligga inom ett intervall på 25–40 %.

7. METODER FÖR SCREENINGANALYS

7.1 Inledning

Vid användande av en screeningmetod kan olika analytiska tillvägagångssätt tillämpas: enkel screening eller kvantitativ bestämning.

Enkel screening

Provens respons jämförs med responsen från referensprovet vid den givna nivån. Provs respons ligger under referensprovets skall betraktas som negativa, medan de som uppvisar starkare respons skall ses som misstänkt positiva. Följande krav gäller:

- Varje testserie skall innehålla ett blankprov och ett referensprov. Proven i serien skall extraheras och testas samtidigt under identiska förhållanden. Referensprovet måste visa klart högre respons än blankprov.
- Extra referensprov på 0,5 och 2 gånger den givna nivån skall tas med för att påvisa analysens tillförlitlighet inom ett relevant intervall för kontrollen av den givna nivån.

- När andra matriser testas skall referensprovets användbarhet påvisas, helst genom att man tar med prov som vid bestämning med HRGC-HRMS visat sig innehålla ungefär samma TEQ-halt som referensprovet, eller ett blankprov där motsvarande mängd tillsatts.
- Eftersom inga interna standarder kan användas i bioassay, skall test för att kontrollera repeterbarheten utföras för att bedöma standardavvikelsen inom en testserie. Variationskoefficienten skall vara under 30 %.
- För bioassay skall det definieras vilka substanser som detekteras, möjliga interferenser samt de högsta värden för blankprov som är godtagbara.

Kvantitativ bestämning

Den kvantitativa bestämningen kräver standardspädningsserier, dubbel eller tredubbel rening och mätning samt kontroll av blankprov och utbyte. Resultatet kan uttryckas som ett TEQ-värde, varvid det antas att de föreningar som ger upphov till signalen följer TEQ-principen. I detta syfte används TCDD (eller en standardblandning av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er) för att konstruera en kalibreringskurva, och med hjälp av denna beräknas sedan TEQ-värdet i extraktet, och därigenom i själva provet. Det erhållna TEQ-värdet korrigeras för det TEQ-värde som beräknats för ett blankprov (för att beakta föroreningar från lösningsmedel och andra kemikalier som använts) och det beräknade utbytet (som beräknats utifrån TEQ-värdet i ett prov för kvalitetskontroll som ungefär motsvarar den givna nivån). Det är viktigt att observera att en del av den synbara utbytesförlusten kan bero på matriseffekter och/eller skillnader mellan TEF-värdena i bioassay och de officiella TEF-värden som WHO fastställt.

7.2 Krav på analysmetoder vid screening

- GC-MS-metoder för analys samt bioassay kan användas vid screening. För GC-MS-metoder skall kraven i avsnitt 6 tillämpas. För cellbaserade bioassay fastställs särskilda krav i avsnitt 7.3 i denna bilaga och för bioassay i form av kit i avsnitt 7.4 i denna bilaga.
- Det är nödvändigt med information om antalet falskt positiva och falskt negativa resultat från ett stort antal prov, vilkas halter ligger under respektive över de högsta tillåtna halterna eller åtgärdsgränserna, i jämförelse med de TEQ-värden som bestämts med en konfirmeringsmetod. Den faktiska frekvensen av falskt negativa resultat skall vara under 1 %. Frekvensen av falskt positiva prov skall vara så låg att det lönar sig att använda en screeningmetod.
- Positiva resultat skall alltid kontrolleras med en konfirmeringsmetod – högupplösande gaskromatografi (HRGC) och högupplösande masspektrometri (HRMS). Prov från ett stort TEQ-intervall skall dessutom kontrolleras med HRGC-HRMS (cirka 2–10 % av de negativa proven). Uppgifter om överensstämmelse mellan resultaten från bioassay respektive HRGC-HRMS skall finnas tillgängliga.

7.3 Särskilda krav på cellbaserade bioassay

- När en bioassay används skall varje testkörning omfatta en serie av referenskoncentrationer av TCDD eller en blandning av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB:er (fullständig dos-responskurva där $R^2 > 0,95$). För screening kan dock en utvidgad lågnivåkurva för analys av prov med låga halter användas.
- En TCDD-referenskoncentration (motsvarande ungefär 3 gånger kvantifieringsgränsen) på ett kvalitetskontrollformulär skall användas för resultatet från bioassay under en konstant tidsperiod. Ett alternativ kan vara den relativa responsen från ett referensprov i jämförelse med TCDD-kalibreringskurvan, eftersom cellernas respons kan bero på många faktorer.
- Kvalitetskontrolldiagram för varje typ av referensmaterial skall framställas och kontrolleras för att säkerställa att resultatet är i enlighet med de fastställda riktlinjerna.
- Särskilt när det gäller kvantitativa beräkningar skall induktionen av det utspädda provet befinna sig inom den linjära delen av responskurvan. Prov ovanför den linjära delen av responskurvan skall spädas ut och testas på nytt. Därför skall att minst tre spädningar testas samtidigt.
- Standardavvikelsen får inte överstiga 15 % vid tredubbel bestämning för varje provspädning och inte 30 % mellan tre oberoende försök.
- Detektionsgränsen kan sättas till 3 gånger standardavvikelsen för blankprovlösningen eller bakgrundsresponsen. Ett annat tillvägagångssätt är att använda en respons som ligger över bakgrunden (induktionsfaktor 5 gånger blankprovlösningen) som beräknats från dagens kalibreringskurva. Kvantifieringsgränsen kan sättas till 5–6 gånger standardavvikelsen för blankprovlösningen eller bakgrundsresponsen, eller så kan man använda en respons som ligger klart över bakgrunden (induktionsfaktor 10 gånger blankprovlösningen) som beräknats från dagens kalibreringskurva.

7.4 Särskilda krav på bioassay i form av kit

- Det skall säkerställas att bioassay i form av kit är tillräckligt känsliga och tillförlitliga för att få användas på livsmedel.
- Tillverkarens anvisningar för beredning av prov och för analyser skall följas.
- Testkit vars sista användningsdatum överskridits får inte användas.
- Material eller komponenter som utformats för användning med andra kit får inte användas.
- Testkit skall förvaras inom det angivna intervallet för lagringstemperatur och användas vid den angivna användningstemperaturen.
- Detektionsgränsen för immunassay skall fastställas som 3 gånger standardavvikelsen vid 10 upprepade analyser av blankprovet, delat med lutningskoefficienten för den linjära regressionsekvationen.
- Referensstandarder skall användas för laboratorietest för att säkerställa att responsen för standarden ligger inom ett godtagbart intervall.

8. Rapportering av resultat

I den utsträckning den använda analysmetoden medger det skall analysresultaten innehålla halterna av de enskilda PCDD/F- och PCB-kongenerna rapporterade som lägre koncentrationer, övre koncentrationer och mellanvärde för att vid rapporteringen av resultat ge så mycket information som möjligt och på så sätt ge möjlighet att tolka resultaten utifrån särskilda krav.

Rapporten skall också innehålla uppgifter om provets fetthalt samt om den metod som använts för extraktion av fett.

Utbytena av de enskilda interna standarderna skall redovisas om utbytena ligger utanför det intervall som anges i avsnitt 6, eller när de högsta tillåtna halterna överskrids, samt i övriga fall på begäran.

Eftersom mätosäkerheten skall beaktas vid bedömning av om ett prov uppfyller kraven, skall också denna parameter anges. Analysresultatet skall rapporteras som $x \pm U$, där x är analysresultatet och U är den utvidgade mätosäkerheten, beräknad med en täckningsfaktor på 2, vilket ger en tillförlitlighet på ungefär 95 %. Om en bestämning av dioxiner och dioxinlika PCB:er har gjorts separat skall summan av den uppskattade utvidgade mätosäkerheten för de separata analysresultaten avseende dioxiner och dioxinlika PCB:er användas för summan av dioxiner och dioxinlika PCB:er.

Om CC_a har använts för att fastställa mätosäkerheten (se bilaga I avsnitt 5) skall denna parameter anges.

Resultaten skall uttryckas i samma enheter och med (minst) samma antal signifikanta siffror som används för att ange högsta tillåtna halter i förordning (EG) nr 1881/2006.

Tillägg till bilaga II

Av WHO fastställda TEF (ekvivalensfaktorer för toxicitet) för bedömningen av risker för människor på grundval av slutsatserna från WHO:s möte i Stockholm den 15–18 juni 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)

Kongen	TEF-värde	Kongen	TEF-värde
Dibenso-p-dioxiner (PCDD:er)		Dioxinlika PCB:er Non-orto-PCB:er + Mono-orto-PCB:er	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Non-orto-PCB:er</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		
Dibensofuraner (PCDF:er)		<i>Mono-orto-PCB:er</i>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Förkortningar: "T" = tetra, "Pe" = penta, "Hx" = hexa, "Hp" = hepta, "O" = okta, "CDD" = klordibensodioxin, "CDF" = klordibensofuran, "CB" = klorbifenyl.