Dette dokument er et dokumentationsredskab, og institutionerne påtager sig intet ansvar herfor

►B

KOMMISSIONENS DIREKTIV 2002/70/EF

af 26. juli 2002

om krav til bestemmelse af indholdet af dioxin og dioxinlignende PCB i foderstoffer

(EØS-relevant tekst)

(EFT L 209 af 6.8.2002, s. 15)

Ændret ved:

		nr.	Tidende side	dato
►M1	Kommissionens direktiv 2005/7/EF af 27. januar 2005	L 27	41	29.1.2005

▼B

KOMMISSIONENS DIREKTIV 2002/70/EF

af 26. juli 2002

om krav til bestemmelse af indholdet af dioxin og dioxinlignende PCB i foderstoffer

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 70/373/EØF af 20. juli 1970 om indførelse af fællesskabsprøveudtagningsmåder og analysemetoder for så vidt angår den officielle kontrol med foderstoffer ([1]), senest ændret ved akten vedrørende Østrigs, Finlands og Sveriges tiltrædelse, særlig artikel 2, og

ud fra følgende betragtninger:

(1) Ved Rådets direktiv 1999/29/EF af 22. april 1999 om uønskede stoffer og produkter i foderstoffer ([2]), senest ændret ved direktiv 2001/102/EF ([3]), er der fastsat grænseværdier for dioxiner og furaner i en række fodermidler og foderstoffer.

(2) Det er nødvendigt at fastsætte krav, som analysemetoder skal opfylde, for at det kan sikres, at laboratorierne anvender analysemetoder med samme præstationsgrad.

(3) Bestemmelserne om prøveudtagnings- og analysemetoder er blevet opstillet på grundlag af den nuværende viden, og de kan tilpasses på baggrund af udviklingen i den videnskabelige og teknologiske viden.

(4) Bestemmelserne i dette direktiv vedrører udelukkende analyser af dioxiner og dioxinlignende PCB med henblik på gennemførelsen af direktiv 2001/102/EF.

(5) Der bør anvendes en aktiv fremgangsmåde for at tilvejebringe omfattende, pålidelige data om forekomsten af dioxinlignende PCB i fodermidler og foderstoffer. Der bør derfor fastsættes krav til de analysemetoder, der skal anvendes til bestemmelse af dioxinlignende PCB i fodermidler og foderstoffer.

(6) Der kunne anvendes en screeningsanalysemetode med dokumenteret og alment acceptabel validering og høj produktivitet til at udvælge stikprøver med betydelige dioxinværdier. Det er derefter nødvendigt at bestemme stikprøvernes dioxinindhold ved en verifikationsmetode. Der bør derfor fastsættes krav til verifikationsmetoderne og til screeningsmetoden.

(7) De i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Komité for Fødevarekæden og Dyresundhed —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Medlemsstaterne sikrer, at prøveudtagningen til officiel kontrol af indholdet af dioxiner og furaner og bestemmelse af indholdet af dioxinlignende PCB i foderstoffer udføres efter de metoder, der er beskrevet i bilag I.

([1]) EFT L 170 af 3.8.1970, s. 2.
([2]) EFT L 115 af 4.5.1999, s. 32.
([3]) EFT L 6 af 10.1.2002, s. 45.

▼B

Artikel 2

Medlemsstaterne sikrer, at prøveforberedelsen og de analysemetoder, der anvendes til officiel kontrol af indholdet af dioxiner og furaner og bestemmelse af indholdet af dioxinlignende PCB i foderstoffer, opfylder kriterierne i bilag II.

Artikel 3

Medlemsstaterne sætter de nødvendige love og administrative bestemmelser i kraft for at efterkomme dette direktiv senest den 28. februar 2003. De underretter straks Kommissionen derom.

Disse love og bestemmelser skal ved vedtagelsen indeholde en henvisning til dette direktiv eller skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning. De nærmere regler for henvisningen fastsættes af medlemsstaterne.

Artikel 4

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Artikel 5

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

▼B

BILAG I

PRØVEUDTAGNINGS- OG ANALYSEMETODER TIL OFFICIEL KONTROL AF INDHOLDET AF DIOXINER (PCDD/PCDF) OG BESTEMMELSE AF INDHOLDET AF DIOXINLIGNENDE PCB I BESTEMTE FODERSTOFFER

▼M1

1. **Formål og anvendelsesområde**

Prøver til officiel kontrol af indholdet af dioxiner (PCDD/PCDF) såvel som til bestemmelse af dioxinlignende PCB ([1]) i foderstoffer udtages i overensstemmelse med bestemmelserne i direktiv 76/371/EØF. De kvantitative krav i forbindelse med kontrol af stoffer og produkter, der er homogent fordelt i foderstofferne, jf. punkt 5.A i bilaget til direktiv 76/371/EØF, skal overholdes. De derved fremkomne samlede prøver betragtes som repræsentative for de partier eller delpartier, de er udtaget fra. På grundlag af det indhold, der er konstateret i laborato-rieprøverne, fastslås det, om de i Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 2002/32/EF ([2]) fastsatte maksimalgrænseværdier er overholdt.

2. **Partiets eller delpartiets overensstemmelse med kravene**

Partiet godkendes, hvis resultatet af en enkelt analyse ikke overstiger den grænseværdi, der er fastsat i direktiv 2002/32/EF, idet der tages hensyn til måleusikkerhed.

Partiet overholder ikke den grænseværdi, der er fastsat i direktiv 2002/32/EF, hvis analyseresultatet bekræftet ved endnu en analyse og beregnet som middelværdien af mindst to separate bestemmelser uden tvivl overstiger grænseværdien, idet der tages hensyn til måleusikkerheden.

Der kan tages hensyn til måleusikkerheden på en af følgende måder:

— ved at beregne den ekspanderede usikkerhed, idet der anvendes en dækningsfaktor på 2, hvilket giver et konfidensniveau på ca. 95 %

— ved at fastlægge beslutningsgrænsen (CCα) i overensstemmelse med Kommissionens beslutning 2002/657/EF ([3]) (punkt 3.1.2.5 i bilaget — for stoffer, for hvilke der er fastsat et tilladt niveau).

([1]) Skema over dioxinlignende PCB

Kongener	TEF-værdi	Kongener	TEF-værdi
Dibenzo-p-dioxiner **(»PCDD«)**		»Dioxinlignende« PCB: **non-ortho PCB + mono-ortho-PCB**	
2,3,7,8-TCDD	1	**Non-ortho-PCB**	**Mono-ortho-PCB**
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibenzofuraner **(»PCDF«)**		**Mono-ortho-PCB**	
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		

Anvendte forkortelser: »T« = tetra; »Pe« = penta; »Hx« = hexa; »Hp« = hepta; »O« = octa; »CDD« = chlordibenzo-p-dioxin; »CDF« = chlordibenzofuran; »CB« = chlorbiphenyl.

([2]) EFT L 140 af 30.5.2002, s. 10.
([3]) EFT L 221 af 17.8.2002, s. 8.

▼**M1**

Disse fortolkningsregler gælder for analyseresultater af prøver udtaget ved officiel kontrol. De berører ikke medlemsstaternes ret til at anvende nationale regler i forbindelse med analyser til beskyttelse eller til referenceformål, jf. artikel 18 i direktiv 95/53/EF ([1]).

([1]) EFT L 265 af 8.11.1995, s. 17.

▼B

BILAG II

FORBEREDELSE AF PRØVER OG KRAV TIL ANALYSEMETODER, DER ANVENDES VED OFFICIEL KONTROL AF INDHOLDET AF DIOXINER (PCDD/PCDF) OG BESTEMMELSE AF INDHOLDET AF DIOXINLIGNENDE PCB I BESTEMTE FODERSTOFFER

1. **Formål og anvendelsesområde**

Følgende krav bør anvendes, når fodermidler og foderstoffer analyseres med henblik på bestemmelse af indholdet af dioxin (polychlorerede dibenzo-p-dioxiner (PCDD) og polychlorerede dibenzofuraner (PCDF)) og dioxinlignende PCB.

Indholdet af dioxin i foderstoffer kan overvåges på grundlag af en strategi, der omfatter en screeningsmetode med henblik på at udvælge stikprøver med indhold af dioxin og dioxinlignende PCB, der ligger mindre end 30-40 % under eller ligger over det relevante niveau. Stikprøvernes dioxinindhold skal bestemmes/bekræftes ved en verifikationsmetode.

Screeningsmetoder er metoder, der anvendes til at påvise tilstedeværelsen af dioxin og dioxinlignende PCB på det relevante niveau. Disse metoder har en høj produktivitet og anvendes til at undersøge store mængder prøver for eventuelle positive resultater. De skal især forhindre falsk negative resultater.

Verifikationsmetoder er metoder, der giver fuldstændig eller supplerende information, så dioxin og dioxinlignende PCB kan identificeres og bestemmes entydigt på det relevante niveau.

2. **Baggrund**

Fordi miljøprøver og biologiske prøver (inklusive prøver af fodermidler/foderstoffer) generelt indeholder komplekse blandinger af forskellige dioxinkongenere, er begrebet toksicitetsækvivalensfaktor (TEF) blevet udviklet for at lette risikovurderingen. Sådanne TEF'er er blevet fastsat for udtrykke koncentrationer af blandinger af 2,3,7,8-substituerede PCDD'er og PCDF'er og for nyligt nogle non-ortho- og mono-ortho-chlorsubstituerede PCB'er med dioxinlignende aktivitet i toksicitetsækvivalenter (TEQ) af 2,3,7,8-TCDD (jf. fodnote 1 i bilag I).

Koncentrationerne af de enkelte stoffer i en given prøve ganges med deres respektive TEF, og summen heraf giver den samlede koncentration af dioxinlignende forbindelser udtrykt i TEQ.

»Øvre koncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende lig med bestemmelsesgrænsen.

»Nedre koncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende nul.

»Middelkoncentration« betyder, at hver ikke-bestemt kongeners bidrag til TEQ anses for værende lig med halvdelen af bestemmelsesgrænsen.

▼M1

Den accepterede specifikke bestemmelsesgrænse for en enkelt kongener er i dette direktivs forstand koncentrationen af en analysand i det prøveekstrakt, som giver en instrumentrespons for de to forskellige ioner, der skal undersøges, med et signal-støj-forhold på 3:1 for det mindst følsomme signal, og som opfylder basiskravene, f.eks. retentionstid, isotopforhold ifølge bestemmelsesproceduren, der er beskrevet i EPA-metode 1613 revision B.

▼B

3. **Krav til kvalitetssikring, som skal overholdes ved prøveforberedelse**

De almindelige bestemmelser om klargøring af prøver til analyser i bilaget til Kommissionens direktiv 81/680/EØF af 30. juli 1981 om ændring af direktiv 71/250/EØF, 71/393/EØF, 72/199/EØF, 73/46/EØF, 74/203/EØF, 75/84/EØF, 76/372/EØF og 78/633/EØF om fastsættelse af fællesskabsanalysemetoder til den officielle kontrol med foderstoffer ([1]) anvendes.

Desuden skal følgende krav overholdes:

— Prøverne skal opbevares og transporteres i beholdere af glas, aluminium, polypropylen eller polyethylen. Spor af papirstøv skal fjernes fra prøve-

([1]) EFT L 246 af 29.8.1981, s. 32.

▼B

beholderen. Glasgenstande bør skylles med opløsningsmidler, der forinden er blevet kontrolleret for dioxinforekomst.

— Der foretages en blindprøveanalyse ved at gennemføre hele analyseproceduren, blot med udeladelse af prøven.

— Vægten af den prøve, der anvendes til ekstraktionen, skal være tilstrækkelig til at opfylde følsomhedskravene.

4. **Laboratoriekrav**

— Laboratorierne skal dokumentere en metodes præstation inden for det relevante niveaus interval, f.eks. 0,5, 1 og 2 gange det relevante niveau med en acceptabel variationskoefficient for gentagne analyser. Se nærmere om godkendelseskriterierne i punkt 5.

— Bestemmelsesgrænsen for en verifikationsmetode bør ligge inden for ca. en femtedel af det relevante niveau, så det sikres, at der tages højde for acceptable variationskoefficienter inden for det relevante niveaus interval.

— Som interne kvalitetskontrolforanstaltninger bør der gennemføres regelmæssig blindprøvekontrol og standardtilsætningsforsøg eller analyse af kontrolstikprøver (om muligt helst med certificeret referencemateriale).

— Vellykket deltagelse i sammenlignende laboratorieprøvninger, hvor laboratoriets præstationer vurderes, er den måde, som kompetence vedrørende specifikke analyser bedst kan godtgøres på. Vellykket deltagelse i sammenlignende laboratorieprøvninger vedrørende f.eks. jord- og spildevandsprøver er imidlertid ikke nødvendigvis noget bevis for, at laboratoriet også har kompetence vedrørende prøver af levnedsmidler eller foder, som har et lavere forureningsniveau. Løbende deltagelse i sammenlignende laboratorieprøvninger vedrørende bestemmelse af dioxin og dioxinlignende PCB i de relevante foder-/levnedsmiddelmatrixer er derfor obligatorisk.

— Laboratorier bør være godkendt af et anerkendt organ, der fungerer i overensstemmelse med ISO-vejledning 58, for at sikre, at de anvender analysekvalitetssikring. Laboratorier bør godkendes ifølge ISO/IEC/17025:1999-standarden.

5. **Krav til procedurer for analyse af dioxin og dioxinlignende PCB**

Grundlæggende krav med henblik på godkendelse af analyseprocedurer

— *Høj følsomhed og lave påvisningsgrænser*. For PCDD'er og PCDF'er skal de påviselige mængder befinde sig i pikogram-TEQ-intervallet (10^{-12} g) på grund af visse af disse forbindelsers ekstremt høje toksicitet. Det er kendt, at PCB forekommer i højere niveauer end PCDD og PCDF. For de fleste PCB-kongenere er det tilstrækkeligt med en følsomhed i nanogram-intervallet (10^{-9} g). Til måling af mere toksiske dioxinlignende PCB-kongenere (især non-ortho-substituerede kongenere) skal den samme følsomhed som for PCDD og PCDF dog opnås.

— *Høj selektivitet (specificitet)*. PCDD, PCDF og dioxinlignende PCB skal kunne skelnes fra en lang række andre ledsagestoffer, der er fremkommet ved ekstraktionen, og som muligvis er interfererende forbindelser i koncentrationer, der er op til mange gange højere end analysandens. For gaschromatografi/massespektrometri-(GC/MS)-metoders vedkommende skal der kunne skelnes mellem forskellige kongenere, f.eks. mellem toksiske kongenere (f.eks. de 17 2,3,7,8-substituerede PCDD'er og PCDF'er og dioxinlignende PCB'er) og andre kongenere. Bioassays bør kunne bestemme TEQ-værdier selektivt som summen af PCDD'er, PCDF'er og dioxinlignende PCB'er.

— *Høj nøjagtighed (korrekthed og præcision)*. Bestemmelsen bør give et gyldigt og pålideligt skøn over den korrekte koncentration i en prøve. Høj nøjagtighed (målingens nøjagtighed: graden af overensstemmelse mellem måleresultatet og den målte genstands korrekte eller tillagte værdi) er nødvendig for at undgå, at et resultat af en analyse afvises på grundlag af lav pålidelighed af den skønnede TEQ. Nøjagtighed udtrykkes som korrekthed (forskellen mellem den målte gennemsnitsværdi for en analysand i et certificeret materiale og dens certificerede værdi, udtrykt i procent af den certificerede værdi) og præcision (præcision beregnes normalt som en standardafvigelse, inklusive repeterbarhed og reproducerbarhed, og viser graden af overensstemmelse mellem resultater, der er opnået ved at anvende forsøgsmetoden flere gange under nærmere fastsatte betingelser).

▼B

Screeningsmetoder kan omfatte GC/MS-analysemetoder og bioassays, og verifikationsmetoder er gaschromatografi med høj opløsningsevne/massespektrometri med høj opløsningsevne (HRGC/HRMS). Følgende kriterier skal overholdes i forhold til den samlede TEQ-værdi:

	Screeningsmetoder	Verifikationsmetoder
Falsk negativ-andel	< 1 %	
Korrekthed		– 20 % til + 20 %
CV (variationskoefficient)	< 30 %	< 15 %

6. **Specifikke krav, som GC/MS-metoder skal opfylde med henblik på screening eller verifikation**

— For at validere analyseproceduren tilsættes ^{13}C-mærkede 2,3,7,8-chlorsubstituerede PCDD/F-standarder (og ^{13}C-mærkede interne dioxinlignende PCB-standarder, hvis dioxinlignende PCB skal bestemmes) helt i begyndelse af analysen, dvs. inden ekstraktion. Mindst en af disse kongenere for hver af de tetra- til octa-chlorerede homologe grupper af PCDD/F (og mindst en kongener for hver af de homologe grupper af dioxinlignende PCB, hvis dioxinlignende PCB skal bestemmes) skal tilsættes. (Alternativt tilsættes mindst en kongener for hver massespektometrisk udvalgte ionregistreringsfunktion, der anvendes til overvågning af PCDD/F og dioxinlignende PCB). Det bedste er dog — navnlig ved verifikationsmetoder — at anvende alle 17 ^{13}C-mærkede 2,3,7,8-substituerede interne PCDD/F-standarder og 12 ^{13}C-mærkede interne dioxinlignende PCB-standarder (hvis dioxinlignende PCB skal bestemmes).

Ligeledes bør der bestemmes relative reaktionsfaktorer for de kongenere, som der ikke tilsættes en ^{13}C-mærket analog for, ved hjælp af relevante kalibereringsopløsninger.

— For vegetabilske foderstoffer og animalske foderstoffer, der indeholder under 10 % fedt, er det obligatorisk at tilsætte interne standarder inden ekstraktionen. For animalske foderstoffer, der indeholder over 10 % fedt, kan de interne standarder tilsættes enten før ekstraktionen eller efter fedtekstraktionen. Der bør foretages en hensigtsmæssig validering af ekstraktionseffektiviteten, afhængigt af den fase, hvor de interne standarder indføres, og af, om resultaterne er produktbaserede eller fedtbaserede.

— Inden GC-MS-analyse skal der tilsættes en eller to genfindelsesstandard (er) (surrogat).

— Det er nødvendigt med genfindelseskontrol. Niveauet for genfindelse af de enkelte interne standarder i verifikationsmetoder bør ligge mellem 60 og 120 %. Lavere eller højere genfindelse for enkeltkongenere, navnlig for visse hepta- og octa-chlorerede dibenzodioxiner og dibenzofuraner, kan accepteres, på betingelse af at deres bidrag til TEQ-værdi ikke udgør mere end 10 % af den samlede TEQ-værdi (kun baseret på PCDD/F). Niveauet for genfindelse ved screeningsmetoder bør ligge mellem 30 og 140 %.

— Der bør gennemføres separation af dioxiner fra interfererende chlorerede forbindelser som f.eks. PCB og chlorerede diphenylethere ved hjælp af relevante chromatografiske metoder (helst med florisil-, alumina- og/eller carbonkolonne).

— Det bør være tilstrækkeligt med gaschromatografisk separation af isomerer (< 25 % topafstand mellem 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Bestemmelse bør foretages ved hjælp af EPA-metode 1613, revision B »Tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS«, eller en anden metode, der opfylder tilsvarende krav.

— Forskellen mellem øvre og nedre niveau bør ikke overstige 20 % for foderstoffer med en dioxinforurening, der ligger på eller over grænseværdien. For foderstoffer med en forurening, der ligger et godt stykke under grænseværdien, kan der være en difference på 25-40 %.

▼B

7. **Screeningsanalysemetoder**

7.1. *Indledning*

I forbindelse med screeningsmetoden kan der anvendes forskellige analysefremgangsmåder: ren screening eller en kvantitativ indfaldsvinkel.

Screening alene

Prøvernes reaktion sammenlignes med reaktionen for en referenceprøve, som ligger på det relevante niveau. Prøver med en reaktion, der ligger under referenceprøvens, erklæres negative, men dem med en højere reaktion formodes at være positive. Krav:

— Hver analyserække skal omfatte en blindprøve og referenceprøve(r), som ekstraheres og analyseres samtidig under identiske betingelser. Referenceprøven skal udvise en klart kraftigere reaktion end en blindprøve.

— Der bør anvendes ekstra referenceprøver på 0,5 og 2 gange det relevante niveau for at vise analysens egen præstation inden for det interval, der er relevant for kontrollen af det relevante niveau.

— Når andre matrixer analyseres, skal referenceprøvens/-prøvernes egnethed godtgøres, helst ved at inddrage prøver, som HRGC/HRMS har vist har et TEQ-niveau, der nogenlunde svarer til indholdet i referenceprøven, eller i en blindprøve tilsat standard op til det pågældende niveau.

— Da interne standarder ikke kan anvendes i bioassays, er repeterbarhedsanalyser meget vigtige for at tilvejebringe oplysninger om standardafvigelsen inden for en og samme analyserække. Variationskoefficienterne bør ligge under 30 %.

— For bioassays vedkommende bør målforbindelser, mulige interferenser og højeste tolererede værdier for blindprøver fastlægges.

Kvantitativ indfaldsvinkel

Den kvantitative metode forudsætter standardfortyndingsrækker, dobbelt eller tredobbelt oprensning og måling samt blindprøve og kontrol af genfindelse. Resultatet kan udtrykkes som TEQ, idet det antages, at de forbindelser, der afføder signalet, er i overensstemmelse med TEQ-princippet. Det kan ske ved at anvende TCDD (eller en dioxin/furan-standardblanding) til at frembringe en kalibreringskurve til beregning af TEQ-niveauet i ekstraktet og dermed i prøven. Derefter foretages en korrektion for det TEQ-niveau, der er beregnet for en blindprøve (for at tage urenheder fra de anvendte opløsningsmidler og kemikalier i betragtning), og en genfindelse (som beregnes fra TEQ-niveauet i en kvalitetskontrolprøve, der ca. ligger på det relevante niveau). Det er vigtigt at bemærke, at en del af det genfindelsestab, der tilsyneladende viser sig, kan skyldes matrixvirkninger og/eller forskelle mellem TEF-værdierne i de pågældende bioassays og de officielle TEF-værdier, som WHO har fastsat.

7.2. *Krav til screeningsanalysemetoder*

— GC/MS-analysemetoder og bioassays kan anvendes til screening. For GC/MS-metoder kan kravene i punkt 6 anvendes. Der er fastsat specifikke krav til cellebaserede bioassays i punkt 7.3 og til analysekitbaserede bioassays i punkt 7.4.

— Det er nødvendigt med oplysninger om antallet af falsk positive og falsk negative resultater fra en stor mængde stikprøver, der ligger under og over grænseværdierne eller indsatsgrænserne, i sammenligning med TEQ-indholdet som bestemt ved en verifikationsmetode. Den faktiske andel af falsk negative prøver bør ligge under 1 %. Andelen af falsk positive prøver bør være tilstrækkeligt lav til, at screening med fordel kan anvendes.

— Positive resultater skal altid bekræftes ved hjælp af en verifikationsmetode (HRGC/HRMS). Prøver inden for et stort TEQ-interval bør endvidere bekræftes ved HRGC/HRMS (ca. 2-10 % af de negative prøver). Der bør foreligge oplysninger om overensstemmelsesgraden mellem bioassay- og HRGC/HRMS-resultater.

7.3. *Specifikke krav til cellebaserede bioassays*

— Når der gennemføres et bioassay, kræves der ved hver analyse en referencekoncentrationsrække af TCDD eller en dioxin/furan-blanding (fuld dosis-respons-kurve med $R^2 > 0,95$). Til screeningsformål kan der dog anvendes en udvidet lavniveaukurve til analyse af prøver med lavt indhold.

▼B

— Der bør anvendes en TCDD-referencekoncentration (på ca. tre gange bestemmelsesgrænsen) på et kvalitetskontrolskema til resultatet af bioassayet over et konstant tidsrum. Et alternativ kunne være en referenceprøves relative reaktion i sammenligning med TCDD-kalibreringslinjen, da cellernes reaktion kan påvirkes af mange faktorer.

— Kvalitetskontrolkort (QC) for hver type referencemateriale bør registreres og kontrolleres for at sikre, at resultatet er i overensstemmelse med de fastsatte retningslinjer.

— Navnlig med henblik på kvantitative beregninger skal induktionen af den anvendte prøveopløsning ligge inden for den lineære del af reaktionskurven. Prøver, der ligger over reaktionskurvens lineære del, skal opløses og analyses igen. Derfor anbefales det at analysere mindst tre eller flere opløsninger på én gang.

— Standardafvigelsen bør ikke udgøre over 15 % i tredobbelt bestemmelse for hver prøveopløsning og ikke over 30 % mellem tre indbyrdes uafhængige forsøg.

— Påvisningsgrænsen kan sættes til tre gange standardafvigelsen i forhold til blindprøven af opløsningsmiddel eller til baggrundsreaktionen. Man kan også anvende en reaktion, der ligger over baggrunden (induktionsfaktor fem gange blindprøven af opløsningsmiddel), beregnet i forhold til dagens kalibreringskurve. Bestemmelsesgrænsen kan sættes til fem til seks gange standardafvigelsen i forhold til blindprøven af opløsningsmiddel eller til baggrundsreaktionen, eller man kan anvende en reaktion, der ligger klart over baggrunden (induktionsfaktor ti gange blindprøven af opløsningsmiddel), beregnet i forhold til dagens kalibreringskurve.

7.4. *Specifikke krav til analysekitbaserede bioassays* ([1])

— Producentens vejledning om prøveforberedelse og analyser skal følges.

— Analysekit, hvis udløbsdato er overskredet, bør ikke anvendes.

— Materialer eller bestanddele, der er beregnet til at blive anvendt sammen med andre kit, bør ikke anvendes.

— Analysekit bør opbevares inden for det interval, der er angivet for opbevaringstemperatur, og anvendes ved den angivne anvendelsestemperatur.

— Påvisningsgrænsen for immunassays bestemmes som tre gange standardafvigelsen baseret på tidobbelt analyse af blindprøven divideret med hældningsværdien af den lineære regressionsligning.

— Der bør anvendes referencestandarder til analyser i laboratoriet for at sikre, at reaktionen på standarden ligger inden for et acceptabelt interval.

8. **Indberetning af resultater**

Så vidt den anvendte analyseprocedure tillader det, bør analyseresultaterne omfatte værdierne for de enkelte PCDD/F- og PCB-kongenere og registreres som nedre koncentrationer, øvre koncentrationer og middelkoncentrationer, med henblik på at registreringen af resultater omfatter så mange oplysninger som muligt, så resultaterne kan fortolkes i overensstemmelse med specifikke krav.

Rapporten skal også oplyse om prøvens fedtindhold og om, hvilken metode der er anvendt til fedtekstraktion.

Tallene for genfindelse af de enkelte interne standarder skal stilles til rådighed, hvis genfindelsen ligger uden for det interval, der er angivet i punkt 6, hvis grænseværdierne er overskredet, og i øvrige tilfælde efter anmodning.

([1]) Der er endnu ikke fremlagt dokumentation for, at analysekitbaserede bioassays, der findes i handelen, er tilstrækkeligt følsomme og pålidelige til, at de kan anvendes til screening for forekomst af dioxin på de krævede niveauer i prøver af fødevarer og foder.