II

(Icke-lagstiftningsakter)

FÖRORDNINGAR

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EU) nr 252/2012

av den 21 mars 2012

om provtagnings- och analysmetoder för offentlig kontroll av halter av dioxiner, dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB i vissa livsmedel och om upphävande av förordning (EG) nr 1883/2006

(Text av betydelse för EES)

EUROPEISKA KOMMISSIONEN HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av fördraget om Europeiska unionens funktionssätt,

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 icke-dioxinlika PCB, dioxiner och furaner samt för summan av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB i vissa livsmedel.

(2) I kommissionens rekommendation 2011/516/EU av den 23 augusti 2011 om minskning av dioxiner, furaner och PCB i foder och livsmedel [3] fastställs åtgärdsgränser för att uppmuntra till föregripande åtgärder i syfte att minska halterna av polyklorerade dibenso-para-dioxiner och polyklorerade dibensofuraner (PCDD/F) samt dioxinlika PCB i livsmedel. Dessa åtgärdsgränser är ett redskap som gör det möjligt för behöriga myndigheter och aktörer att lyfta fram de fall där det är lämpligt att identifiera en föroreningskälla och vidta åtgärder för att minska eller eliminera den.

(3) I 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 [4] fastställs särskilda bestämmelser för de provtagningsförfaranden och analysmetoder som ska tillämpas vid den offentliga kontrollen.

(4) För att tillämpa de nya gränsvärden för icke-dioxinlika PCB, som fastställts efter ett vetenskapligt yttrande från Europeiska myndigheten för livsmedelssäkerhet (Efsa) om icke-dioxinlika PCB, och för att även uppnå en harmonisering på EU-nivå samt uppdatera kriterierna för screeningmetoder, behövs genomgripande förändringar av befintlig lagstiftning. Av tydlighetsskäl bör därför förordning (EG) nr 1883/2006 ersättas med den här förordningen.

(5) Bestämmelserna i denna förordning gäller endast provtagning och analys av dioxiner, dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB vid tillämpning av förordning (EG) nr 1881/2006. De påverkar inte de regler för provtagning samt 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 restsubstanser 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 [5]. 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 [6].

[1] EUT L 165, 30.4.2004, s. 1.
[2] EUT L 364, 20.12.2006, s. 5.
[3] EUT L 218, 24.8.2011, s. 23.
[4] EUT L 364, 20.12.2006, s. 32.
[5] EGT L 125, 23.5.1996, s. 10.
[6] EGT L 65, 5.3.1998, s. 31.

(6) Vid analys kan en screeningmetod med allmänt accepterad validering och hög kapacitet användas för att urskilja prov med betydande halt av PCDD/F och dioxinlika PCB. Metoden ska helst urskilja prov som överskrider åtgärdsgränserna och garantera att prov som överskrider gränsvärdena påvisas. Halterna av PCDD/F och dioxinlika PCB i dessa prov bör sedan bestämmas med en konfirmeringsmetod. Därför bör man fastställa lämpliga krav på screeningmetoden för att säkerställa att andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma med gränsvärdena är mindre än 5 %. Dessutom bör man fastställa stränga krav på konfirmeringsmetoden. Med konfirmeringsmetoder kan man även bestämma halter som är i nivå med låga bakgrundshalter. Detta är viktigt för uppföljningen av tidstrender, exponeringsbedömning och för omprövningen av gränsvärden och åtgärdsgränser.

(7) När det gäller mycket stora fiskar bör man i detalj ange hur provtagningen ska utföras för att skapa ett harmoniserat tillvägagångssätt i hela unionen.

(8) När det gäller fiskar av samma art och från samma område kan halterna av dioxiner, dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB variera med fiskens storlek och/eller ålder. Dessutom är halterna av dioxiner, dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB inte alltid desamma i alla delar av fisken. Därför bör man i detalj ange hur provtagningen och provberedningen ska utföras för att skapa ett harmoniserat tillvägagångssätt i hela unionen.

(9) Det är viktigt att analysresultaten rapporteras och tolkas på ett enhetligt sätt för att skapa ett harmoniserat genomförande i hela unionen.

(10) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från ständiga kommittén för livsmedelskedjan och djurhälsa, och varken Europaparlamentet eller rådet har motsatt sig dem.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

I denna förordning gäller de definitioner och förkortningar som anges i bilaga I.

Artikel 2

Provtagning för offentlig kontroll av halter av dioxiner, furaner, dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB i de livsmedel som förtecknas i avsnitt 5 i bilagan till förordning (EG) nr 1881/2006 ska utföras i enlighet med metoderna i bilaga II till den här förordningen.

Artikel 3

Beredning och analys av prov för offentlig kontroll av halter av dioxiner, furaner och dioxinlika PCB i de livsmedel som förtecknas i avsnitt 5 i bilagan till förordning (EG) nr 1881/2006 ska utföras i enlighet med metoderna i bilaga III till den här förordningen.

Artikel 4

Analyser för offentlig kontroll av halter av icke-dioxinlika PCB i de livsmedel som förtecknas i avsnitt 5 i bilagan till förordning (EG) nr 1881/2006 ska utföras i enlighet med kraven för analysmetoder i bilaga IV till den här förordningen.

Artikel 5

Förordning (EG) nr 1883/2006 ska upphöra att gälla.

Hänvisningar till den upphävda förordningen ska anses som hänvisningar till den här förordningen.

Artikel 6

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

Den ska tillämpas från och med den dag den träder i kraft.

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

Utfärdad i Bryssel den 21 mars 2012.

På kommissionens vägnar

José Manuel BARROSO

Ordförande

BILAGA I

Definitioner och förkortningar

I DEFINITIONER

I denna förordning ska definitionerna i bilaga I till kommissionens beslut 2002/657/EG av den 14 augusti 2002 om genomförande av rådets direktiv 96/23/EG avseende analysmetoder och tolkning av resultat ([1]) gälla.

Dessutom gäller följande definitioner:

1.1 *åtgärdsgräns:* den halt av ett visst ämne, enligt bilagan till rekommendation 2011/516/EU, som leder till att undersökningar för att identifiera källan till ämnet inleds när det påvisas förhöjda halter av ämnet.

1.2 *bioanalytiska metoder:* metoder som bygger på biologiska principer såsom cellbaserade metoder, receptorbaserade metoder eller immunologiska metoder. Dessa metoder ger inte resultat på kongennivå utan endast en indikation ([2]) på TEQ-värdet, uttryckt som bioanalytiska ekvivalenter (BEQ), på grund av att det i ett provextrakt även kan finnas föreningar som ger en respons i analysen men som inte uppfyller alla krav i TEQ-principen.

1.3 *skenbart utbyte för bioassay:* det BEQ-värde som beräknas från kalibreringskurvan för TCDD eller PCB 126, korrigeras för blankprovet och delas därefter med det TEQ-värde som fastställts med GC/HRMS. Syftet är att korrigera för faktorer som till exempel förlusten av PCDD/F och dioxinlika föreningar under extraktions- och uppreningsstegen, föreningar som extraherats ut samtidigt och ökar eller minskar resultatet (agonistiska och antagonistiska effekter), kvaliteten på kurvpassningen eller skillnader mellan TEF-värden och REP-värden. Det skenbara utbytet för bioassay beräknas utifrån lämpliga referensprov med representativa kongenmönster kring den givna nivån.

1.4 *semikvantitativa metoder:* metoder som ger en ungefärlig indikation av den eventuella analytens koncentration, medan det numeriska resultatet inte uppfyller kraven för kvantitativa metoder.

1.5 *den accepterade särskilda kvantifieringsgränsen för en enskild kongen:* den koncentration av en analyt i ett provextrakt som ger en instrumentrespons för de två skilda joner som ska kontrolleras, med ett S/N-förhållande (signal-brusförhållande) på 3:1 för den mindre känsliga signalen, och som uppfyller de identifieringskriterier som beskrivs, t.ex. i standarden prEN 16215 (Bestämning av dioxiner, dioxinlika PCB och indikator-PCB med GC/HRMS i foder) och/eller i det amerikanska miljöskyddsorganets (*Environment Protection Agency*) metod 1613, revidering B.

1.6 *övre koncentration:* det begrepp som kräver användning av kvantifieringsgränsen för bidraget från varje icke-kvantifierad kongen.

1.7 *lägre koncentration:* det begrepp som kräver användning av noll för bidraget från varje icke-kvantifierad kongen.

1.8 *mellanvärde:* det begrepp som kräver användning av halva kvantifieringsgränsen vid beräkning av bidraget från varje icke-kvantifierad kongen.

1.9 *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, ska 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.

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

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

1.12 *samlingsprov:* sammanläggningen av alla delprov som tagits ur partiet eller delpartiet.

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

II. FÖRKORTNINGAR

BEQ Bioanalytiska ekvivalenter

GC Gaskromatografi

([1]) EGT L 221, 17.8.2002, s. 8.

([2]) Bioanalytiska metoder är inte specifika för de kongener som ingår i TEF-systemet. Även andra strukturellt besläktade föreningar som aktiverar Ah-receptorn kan förekomma i provextraktet och därigenom bidra till den totala responsen. Bioanalytiska resultat kan därför inte vara en uppskattning av, utan snarare en indikation på TEQ-värdet i provet.

HRMS Högupplösande masspektrometri

LRMS Lågupplösande masspektrometri

PCB Polyklorerade bifenyler

PCDD Polyklorerade dibenso-p-dioxiner

PCDF Polyklorerade dibensofuraner

QC Kvalitetskontroll

REP Relativ potensfaktor

TEF Toxisk ekvivalensfaktor

TEQ Toxiska ekvivalenter

TCDD Tetraklordibensodioxin

U Utvidgad mätosäkerhet

BILAGA II

Provtagningsmetoder för offentlig kontroll av halter av dioxiner (PCDD/F), dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB i vissa livsmedel

I TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Provtagning för offentlig kontroll av halter av dioxiner (nedan kallade *PCDD/F*), dioxinlika PCB och icke-dioxinlika PCB i livsmedel ska utföras enligt metoderna i denna bilaga. De samlingsprov som man då erhåller ska 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 ska ske på grundval av de halter som bestäms i laboratorieproven.

II ALLMÄNNA BESTÄMMELSER

1. **Personal**

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

2. **Provtagningsmaterial**

Varje parti och delparti som ska analyseras ska provtas separat.

3. **Försiktighetsåtgärder**

Under provtagningen och provberedningen ska åtgärder vidtas för att undvika förändringar som kan påverka halten av PCDD/F och PCB samt negativt påverka den analytiska bestämningen eller samlingsprovens representativitet.

4. **Delprov**

Så långt det är möjligt ska delproven tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Avvikelser från detta förfarande ska noteras i det protokoll som avses i punkt II.8 i denna bilaga.

5. **Beredning av samlingsprov**

Samlingsprovet erhålls genom att delproven blandas. Samlingsprovet ska väga minst 1 kg, utom när detta är praktiskt omöjligt, t.ex. när endast en förpackning har provtagits eller när produkten har ett mycket högt kommersiellt värde.

6. **Identiska prov**

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

7. **Emballering och transport av prov**

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

8. **Försegling och märkning av prov**

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

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

III PROVTAGNINGSPLAN

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

1. **Uppdelning i delpartier**

Stora partier ska delas upp i delpartier förutsatt att delpartierna kan avskiljas fysiskt från varandra. För produkter som säljs som stora bulksändningar (t.ex. vegetabiliska oljor) ska tabell 1 tillämpas. För övriga produkter ska 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

Uppdelning av partier i delpartier för produkter som säljs som bulksändningar

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

Tabell 2

Uppdelning av partier i delpartier för övriga produkter

Partiets vikt (i ton)	Delpartiernas vikt eller antal
≥ 15	15–30 ton
< 15	—

2. **Antal delprov**

Samlingsprovet som är en blandning av alla delprov ska väga minst 1 kg (se punkt II.5 i denna bilaga).

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

När det gäller bulkvara i flytande form ska 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 ska ha i stort sett samma vikt. Ett delprov ska väga åtminstone 100 g.

Avvikelser från detta förfarande ska noteras i det protokoll som avses i punkt II.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 restsubstanser av dessa i vissa animaliska produkter [1] ska storleken på samlingsprov för hönsägg vara minst 12 ägg (både för bulkpartier och partier som består av enskilda förpackningar ska tabellerna 3 och 4 tillämpas).

Tabell 3

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

Partiets/delpartiets vikt eller volym (i kg eller liter)	Minsta antal delprov som ska 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 ska tas för att bilda ett samlingsprov.

[1] EGT L 303, 6.11.1997, s. 12.

Tabell 4

Antal förpackningar eller enheter (delprov) som ska tas för att bilda ett samlingsprov för partier eller delpartier som består av enskilda förpackningar eller enheter

Antal förpackningar eller enheter i partiet/delpartiet	Antal förpackningar eller enheter som ska 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

3. **Särskilda bestämmelser om provtagning av partier som innehåller hela fiskar av jämförbar storlek och vikt**

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

Det antal delprov som ska tas från partiet anges i tabell 3. Samlingsprovet som är en blandning av alla delprov ska väga minst 1 kg (se punkt II.5).

— Om provtagningspartiet innehåller små fiskar (där varje enskild fisks vikt är under ca 1 kg), ska hela fisken utgöra ett delprov som ska ingå i samlingsprovet. Om det samlingsprov som då fås fram väger mer än 3 kg, kan delproven bestå av mittpartiet, som vart och ett ska väga minst 100 g, av de fiskar som ingår i samlingsprovet. Hela den del på vilken gränsvärdet är tillämpligt ska användas vid 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 är över ca 1 kg), ska delprovet bestå av fiskens mittparti. Varje delprov ska väga minst 100 g.

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

För mycket stora fiskar (t.ex. över ca 6 kg) ska 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. **Provtagning av fiskpartier som innehåller hela fiskar av olika storlek och/eller vikt**

— Bestämmelserna i punkt III.3 ska tillämpas på provens sammansättning.

— Om en viss storleks- eller viktkategori överväger (ca 80 % eller mer av partiet) ska provet tas från fiskar som har den storlek eller vikt som överväger. Detta prov ska betraktas som representativt för hela partiet.

— Om ingen särskild storleks- eller viktkategori överväger, ska det säkerställas att de fiskar som väljs ut för provet är representativa för partiet. Särskilda anvisningar för sådana fall finns i *Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight* ([2]).

5. **Provtagning i detaljhandelsledet**

Provtagning av livsmedel i detaljhandelsledet ska om möjligt göras enligt bestämmelserna för provtagning i punkt II.2 i denna bilaga.

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

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

IV PARTIETS ELLER DELPARTIETS ÖVERENSSTÄMMELSE MED SPECIFIKATIONEN

1. **Icke-dioxinlika PCB**

Partiet godkänns om analysresultatet inte överskrider gränsvärdet för icke-dioxinlika PCB enligt förordning (EG) nr 1881/2006, med beaktande av mätosäkerheten.

Partiet är icke-överensstämmande med gränsvärdet enligt förordning (EG) nr 1881/2006, om det är ställt utom rimligt tvivel att analysresultatet avseende den övre koncentrationen, bekräftat genom dubbelprov ([3]), överskrider gränsvärdet med beaktande av mätosäkerheten.

Mätosäkerheten kan beaktas enligt någon av följande metoder:

— Genom att fastställa den utvidgade mätosäkerheten med användning av en täckningsfaktor på 2, vilket ger en konfidensgrad på cirka 95 %. Ett parti eller delparti är icke-överensstämmande om det uppmätta värdet minus U överstiger det tillåtna värde som fastställts.

— Genom att fastställa beslutsgränsen (CCα) enligt punkt 3.1.2.5 i bilaga I till beslut 2002/657/EG för ämnen med en fastställd gräns. Ett parti eller delparti är icke-överensstämmande om det uppmätta värdet är lika med eller högre än CCα.

Dessa regler ska tillämpas på de analysresultat som erhålls vid provtagning för offentlig kontroll. När det gäller analys för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler.

2. **Dioxiner (PCDD/F) och dioxinlika PCB**

Partiet godkänns i följande fall:

— En enda analys med en screeningmetod för vilken andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma med gränsvärdet är mindre än 5 % ger ett resultat som visar att halten inte överskrider respektive gränsvärde för PCDD/F och för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB enligt förordning (EG) nr 1881/2006.

— En enda analys med en konfirmeringsmetod ger ett resultat som inte överskrider respektive gränsvärde för PCDD/F och för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB enligt förordning (EG) nr 1881/2006, med beaktande av mätosäkerheten.

För screeninganalyser ska en brytpunkt fastställas vad gäller bedömningen av överensstämmelse med den givna nivå som anges för PCDD/F respektive för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB.

Partiet är icke-överensstämmande med gränsvärdet enligt förordning (EG) nr 1881/2006, om det är ställt utom rimligt tvivel att analysresultatet avseende den övre koncentrationen, fastställt med en konfirmeringsmetod och bekräftat genom dubbelprov ([3]), överskrider gränsvärdet med beaktande av mätosäkerheten.

Mätosäkerheten kan beaktas enligt någon av följande metoder:

— Genom att fastställa den utvidgade mätosäkerheten med användning av en täckningsfaktor på 2, vilket ger en konfidensgrad på cirka 95 %. Ett parti eller delparti är icke-överensstämmande om det uppmätta värdet minus U överstiger det tillåtna värde som fastställts. Om det har gjorts en separat bestämning av PCDD/F och dioxinlika PCB ska summan av den skattade utvidgade mätosäkerheten för de enskilda analysresultaten användas när man anger den skattade utvidgade mätosäkerheten för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB.

— Genom att fastställa beslutsgränsen (CCα) enligt punkt 3.1.2.5 i bilaga I till beslut 2002/657/EG för ämnen med en fastställd gräns. Ett parti eller delparti är icke-överensstämmande om det uppmätta värdet är lika med eller högre än CCα.

Dessa regler ska tillämpas på de analysresultat som erhålls vid provtagning för offentlig kontroll. När det gäller analys för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler.

([3]) Analys av dubbelprov behövs för att utesluta möjligheten av intern korskontamination eller oavsiktlig hopblandning av prover. Den första analysen, där mätosäkerheten beaktas, används för kontroll av överensstämmelsen. Om analysen utförs till följd av en föroreningsincident behöver resultatet inte bekräftas genom analys av ett dubbelprov om de prov som valts ut för analys kan spåras till föroreningsincidenten.

V ÖVERSKRIDANDE AV ÅTGÄRDSGRÄNSER

Åtgärdsgränserna fungerar som ett redskap för provurval i de fall där det är lämpligt att identifiera en föroreningskälla och att vidta åtgärder för att minska eller eliminera den. Screeningmetoderna ska fastställa lämpliga brytpunkter för urvalet av dessa prover. Arbetet med att identifiera en föroreningskälla och minska eller eliminera föroreningen ska endast inledas om en konfirmeringsmetod och analys av dubbelprov bekräftat att åtgärdsgränsen överskridits, med beaktande av mätosäkerheten ([4]).

([4]) Samma förklaring och krav avseende analys av dubbelprov gäller för kontroll av åtgärdsgränser som för gränsvärden i fotnot 3.

BILAGA III

Provberedning och krav på analysmetoder för offentlig kontroll av halter av dioxiner (PCDD/F) och dioxinlika PCB i vissa livsmedel

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Kraven i denna bilaga ska tillämpas när livsmedel analyseras för offentlig kontroll av halterna av 2,3,7,8-substituerade polyklorerade dibenso-p-dioxiner och polyklorerade dibensofuraner (nedan kallade *PCDD/F*) samt av dioxinlika polyklorerade bifenyler (nedan kallade *dioxinlika PCB*) och för andra lagstadgade ändamål.

Kontrollen av förekomsten av PCDD/F och dioxinlika PCB i livsmedel kan ha två olika syften:

a) Att påvisa prov med halter av PCDD/F och dioxinlika PCB som överskrider gränsvärdena eller åtgärdsgränserna. Detta kan omfatta en screeningmetod som ger en kostnadseffektiv och hög analyskapacitet och därigenom ökar chanserna att upptäcka nya fall som medför hög exponering och hälsorisker för konsumenterna. Screeningmetoderna kan bland annat bestå av bioanalytiska metoder och GC/MS-metoder. När dessa metoder används bör man sträva efter att undvika resultat som felaktigt bedömts vara överensstämmande. Koncentrationen av PCDD/F och summan av PCDD/F och dioxinlika PCB i prov med betydande halter ska bestämmas/bekräftas med en konfirmeringsmetod.

b) Att bestämma halten av PCDD/F och dioxinlika PCB i livsmedelsprov som är i nivå med låga bakgrundshalter. Detta är viktigt för uppföljningen av tidstrender och för att bedöma befolkningens exponering samt för att bygga upp en databas för eventuell omprövning av åtgärdsgränser och gränsvärden. Detta kan uppnås med konfirmeringsmetoder som gör det möjligt att entydigt påvisa och kvantifiera PCDD/F och dioxinlika PCB på den givna nivån. Dessa metoder kan användas för att bekräfta de resultat som fåtts med screeningmetoder och för att bestämma låga bakgrundshalter vid livsmedelskontroll. De är också viktiga för att fastställa kongenmönster så att källan till en eventuell förorening kan identifieras. För närvarande bygger sådana metoder på högupplösande gaskromatografi i kombination med högupplösande masspektrometri (HRGC/HRMS).

2. KLASSIFICERING AV METODER ENLIGT KVANTIFIERINGSGRAD [1]

Kvalitativa metoder ger endast ett ja/nej-svar vad gäller givna analyters förekomst och inga numeriska uppgifter om den eventuella analytens koncentration. Dessa metoder kan eventuellt ge semikvantitativa resultat, men används enbart som ett ja/nej-svar i syfte att påvisa halter över eller under vissa värden, t.ex. detektionsgränser, kvantifieringsgränser eller brytpunkter.

Vid kontroll av gränsvärden och åtgärdsgränser för PCDD/F och dioxinlika föreningar i livsmedel får man använda screeningmetoder där analysresultatet jämförs med en brytpunkt och där man får ett ja/nej-svar för bedömning av om den givna nivån eventuellt har överskridits. Därför har man infört bioanalytiska metoder. Även fysikalisk-kemiska metoder skulle kunna utvecklas, men det finns inga praktiska exempel på sådana metoder för de TEQ-baserade gränsvärdena och åtgärdsgränserna eller för de komplicerade analyserna för bestämning av relevanta enskilda kongener.

Semikvantitativa metoder ger en ungefärlig indikation av koncentrationen, vilket är användbart eftersom man då vet analytens koncentrationsintervall. Denna information kan användas för att bestämma vilket kalibreringsintervall som ska användas för den efterföljande konfirmeringsmetoden och för att utföra kvalitetskontroller. Några exempel på sådana metoder är följande:

— Bioanalytiska metoder som kan påvisa de givna analyterna. Dessa metoder innefattar en kalibreringskurva, resulterar i ett ja/nej-svar för bedömning av om den givna nivån eventuellt har överskridits och gör det möjligt att redovisa resultaten i form av bioanalytiska ekvivalenter (BEQ) som ger en indikation på provets TEQ-värde.

— Fysikalisk-kemiska metoder (t.ex. GC-MS/MS eller GC/LRMS) där precisionen hos metoden inte uppfyller kraven för kvantitativa metoder.

[1] Anpassad till PCDD/F och dioxinlika föreningar enligt de riktlinjer för validering av screeningmetoder av den 20 januari 2010 som utarbetats av EU:s referenslaboratorier för restsubstanser av veterinärmedicinska läkemedel och främmande ämnen i livsmedel av animaliskt ursprung i Fougères, Berlin och Bilthoven (*Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines*), se http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm

Kvantitativa metoder uppfyller samma krav på noggrannhet, mätområde och precision som konfirmeringsmetoder. När kvantifiering krävs ska dessa metoder valideras som konfirmeringsmetoder, såsom det i detta dokument anges för PCDD/F och dioxinlika PCB.

3. BAKGRUND

För att beräkna den totala koncentrationen av dioxinlika föreningar i ett prov, den så kallade toxiska ekvivalenten (TEQ), ska varje enskilt ämnes koncentration i ett givet prov multipliceras med respektive ämnes toxiska ekvivalensfaktor (TEF) och därefter adderas. TEF-värdena har fastställts av WHO och förtecknas i tillägget till denna bilaga.

Screeningmetoder och konfirmeringsmetoder får endast användas för kontroll av en viss matris om metoderna har tillräckligt hög känslighet för att på ett tillförlitligt sätt påvisa halter vid den givna nivån (åtgärdsgräns eller gränsvärde).

4. KRAV PÅ KVALITETSSÄKRING

— Åtgärder ska vidtas för att undvika korskontaminering under alla moment vid provtagning och analys.

— Proven ska förvaras och transporteras i behållare av glas, aluminium, polypropen eller polyeten som är lämpade för förvaring och inte påverkar de halter av PCDD/F och dioxinlika PCB som finns i proven. Spår av pappersdamm ska avlägsnas från provbehållaren.

— Proven ska förvaras och transporteras på ett sådant sätt att livsmedelsprovet bibehålls i oförändrat tillstånd.

— Varje laboratorieprov ska 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 ska proven torkas innan de mals.

— Det är viktigt med kontroller om reagenser, glasvaror och utrustning eventuellt kan påverka de TEQ- eller BEQ-baserade resultaten.

— En analys av ett blankprov ska göras genom att man utför hela analysen men utelämnar provet.

— För bioanalytiska metoder är det mycket viktigt att alla glasvaror och lösningsmedel som används i analysen är garanterat fria från ämnen som kan störa påvisandet av målföreningar i mätområdet. Glasvaror ska sköljas med lösningsmedel eller/och upphettas till de temperaturer som krävs för att avlägsna spår av PCDD/F, dioxinlika föreningar och störande föreningar från dess yta.

— Det prov som extraheras ska vara tillräckligt stort för att uppfylla kraven vad gäller ett tillräckligt lågt mätområde som inkluderar de givna koncentrationerna.

— De särskilda provberedningsförfaranden som används för de givna produkterna ska följa internationellt accepterade riktlinjer.

— När det gäller fisk ska skinnet avlägsnas eftersom gränsvärdet avser muskelkött utan skinn. Allt muskelkött och all fettvävnad som finns kvar på insidan av skinnet måste dock noggrant och fullständigt skrapas loss från skinnet och tas med i det prov som ska analyseras.

5. KRAV PÅ LABORATORIER

— I enlighet med förordning (EG) nr 882/2004 ska 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 ska ackrediteras enligt standarden EN ISO/IEC 17025.

— Laboratoriekompetensen ska bevisas genom fortlöpande medverkan i kollaborativa studier för bestämning av halten av PCDD/F och dioxinlika PCB i relevanta livsmedelsmatriser och koncentrationsintervall.

— Laboratorier som använder screeningmetoder vid rutinkontroll av prov ska ha ett nära samarbete med laboratorier som använder konfirmeringsmetoden, både för kvalitetskontroll och för att bekräfta analysresultatet för misstänkta prov.

6. GRUNDLÄGGANDE KRAV PÅ ANALYSMETODER FÖR DIOXINER (PCDD/F) OCH DIOXINLIKA PCB

6.1 **Lågt mätområde och låga kvantifieringsgränser**

— Eftersom vissa typer av PCDD/F är extremt toxiska ska detektionsgränsen för dessa föreningar vara i storleksordningen femtogram (10^{-15} g). För de flesta PCB-kongener räcker det att kvantifieringsgränsen är i storleksordningen nanogram (10^{-9} g). Vid mätning av mer toxiska dioxinlika PCB-kongener (särskilt kongener som inte är substituerade på orto-position, s.k. non-orto kongener) ska dock de lägsta halterna i mätområdet vara i storleksordningen pikogram (10^{-12} g).

6.2 **Hög selektivitet (specificitet)**

— PCDD/F och dioxinlika PCB ska 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 störa analysen. Metoder som bygger på gaskromatografi i kombination med masspektrometri (GC/MS) måste kunna särskilja mellan olika kongener, exempelvis mellan toxiska kongener (t.ex. de sjutton 2,3,7,8-substituerade PCDD/F och de tolv dioxinlika PCB) och andra kongener.

— Bioanalytiska metoder ska kunna påvisa målföreningar och ange dem som summan av PCDD/F och/eller dioxinlika PCB. Upprening av prov ska syfta till att avlägsna föreningar som orsakar resultat som felaktigt bedömts vara icke-överensstämmande eller föreningar som kan minska responsen, vilket orsakar resultat som felaktigt bedömts vara överensstämmande.

6.3 **Hög noggrannhet (riktighet och precision, skenbart utbyte för bioassay)**

— Bestämning med GC/MS-metoder ska ge en giltig uppskattning av den faktiska koncentrationen 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 ska avvisas på grund av att det fastställda TEQ-värdet har för dålig tillförlitlighet. 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 fåtts under reproducerbara förhållanden).

— För bioanalytiska metoder ska det skenbara utbytet för bioassay bestämmas.

6.4 **Validering i intervallet för den givna nivån och allmänna åtgärder för kvalitetskontroll**

— Laboratorierna ska påvisa en metods prestanda i 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, under valideringsförfarandet och/eller rutinanalyser.

— Laboratorierna ska regelbundet analysera blankprov och spikade prov eller kontrollprov (helst med certifierat referensmaterial om sådant finns) som en åtgärd för intern kvalitetskontroll. Kontrollkort för analyser av blankprov, spikade prov eller kontrollprov ska framställas och kontrolleras för att säkerställa att den analytiska prestandan är i enlighet med kraven.

6.5 **Kvantifieringsgräns**

— För en bioanalytisk screeningmetod är det inte ett absolut krav att kvantifieringsgränsen fastställs, men metoden ska bevisligen kunna särskilja mellan blankprovet och brytpunkten. När ett BEQ-värde anges ska en rapporteringsnivå fastställas för att hantera prov som ger en respons under denna nivå. Rapporteringsnivån ska bevisligen vara skild från metodens blankprov med åtminstone en faktor på tre och ge respons vid halter under mätområdet. Den ska därför beräknas utifrån prov med halter av målföreningarna kring de miniminivåer som krävs och inte utifrån ett S/N-förhållande (signal–brusförhållande) eller ett blankprov.

— Kvantifieringsgränsen för en konfirmeringsmetod ska motsvara ungefär en femtedel av den givna nivån.

6.6 **Analyskriterier**

— För att resultaten från konfirmeringsmetoder eller screeningmetoder ska vara tillförlitliga ska följande kriterier vara uppfyllda för TEQ- och BEQ-värdena, vilka kan bestämmas antingen för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB (dvs. totalt TEQ) eller separat för PCDD/F och för dioxinlika PCB.

	Screening med bioanalytiska eller fysikalisk-kemiska metoder	Konfirmeringsmetoder
Andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma (*)	< 5 %	
Riktighet		– 20 % till + 20 %
Repeterbarhet (RSD_r)	< 20 %	
Reproducerbarhet inom laboratoriet (RSD_R)	< 25 %	< 15 %

(*) med avseende på gränsvärdena

6.7. **Särskilda krav på screeningmetoder**

— Både GC/MS och bioanalytiska metoder får användas för screening. För GC/MS-metoder ska kraven i punkt 7 i denna bilaga tillämpas. För cellbaserade bioanalytiska metoder finns särskilda krav i punkt 8 i denna bilaga.

— Laboratorier som använder screeningmetoder vid rutinkontroll av prov ska ha ett nära samarbete med laboratorier som använder konfirmeringsmetoden.

— Screeningmetodens prestanda ska kontrolleras vid rutinanalyser genom analytisk kvalitetskontroll och löpande metodvalidering. Det ska finnas ett fortlöpande program för att kontrollera överensstämmande resultat.

— *Kontroll av en eventuell hämning av cellens respons och cytotoxicitet*

Vid rutinmässig screening ska 20 % av provextrakten analyseras med och utan tillsats av 2,3,7,8-TCDD i en halt som motsvarar den givna nivån för att kontrollera om responsen eventuellt hämmas av störande ämnen som finns i provextraktet. Den uppmätta koncentrationen i det spikade provet ska jämföras med summan av koncentrationen i det ej spikade provet och den tillsatta koncentrationen. Om den uppmätta koncentrationen är mer än 25 % lägre än den beräknade koncentrationen (summan) tyder detta på att signalen eventuellt hämmas och det berörda provet ska genomgå konfirmeringsanalys med GC/HRMS. Resultaten ska följas upp med kontrollkort.

— *Kvalitetskontroll av överensstämmande prov*

Ungefär 2–10 % av de överensstämmande proven ska bekräftas med GC/HRMS. Antalet prov beror på provmatrisen och laboratoriets erfarenhetsnivå.

— *Kvalitetskontrolluppgifter som grund för bestämning av andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma*

Efter screening av prov vars halter ligger under eller över gränsvärdena eller åtgärdsgränserna ska man bestämma andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma med kraven. Den faktiska andelen felaktigt bedömda prov ska vara mindre än 5 %.

När man vid kvalitetskontrollen av överensstämmande prov har tillgång till minst 20 bekräftade resultat per matris eller matrisgrupp ska dessa uppgifter användas som grund för att dra slutsatser om andelen prov som felaktigt bedömts överensstämma. Resultat från prov som analyserats i ringtest eller vid föroreningsincidenter och som täcker koncentrationsintervall upp till exempelvis två gånger gränsvärdet får också tas med i de 20 resultat som ska ingå i utvärderingen. Proven ska omfatta de vanligaste kongenmönstren och komma från olika källor.

Även om det främsta syftet med screeningmetoder är att påvisa prov som överskrider åtgärdsgränsen, är kriteriet för att fastställa andelen felaktigt bedömda prov gränsvärdet, med beaktande av mätosäkerheten för konfirmeringsmetoden.

— Screeningresultat som eventuellt är icke-överensstämmande ska alltid kontrolleras med en konfirmeringsmetod (GC/HRMS). Dessa provresultat kan också användas för att utvärdera andelen prov som felaktigt bedömts vara icke-överensstämmande. För screeningmetoder motsvaras andelen prov som felaktigt bedömts vara icke-överensstämmande av den andel av prov som med hjälp av konfirmeringsanalyser med GC/HRMS konstaterats överensstämma, även om dessa prov hade konstaterats vara misstänkt icke-överensstämmande vid tidigare screening. Utvärderingen av hur väl screeningmetoden fungerar ska göras på grundval av jämförelsen mellan antalet prov som felaktig bedömts vara icke-överensstämmande och det totala antalet prov som kontrollerats. Detta värde ska vara så lågt att det lönar sig att använda en screeningmetod.

— Bioanalytiska metoder ska, åtminstone under valideringsbetingelser, ge en godtagbar uppskattning av TEQ-värdet, beräknat och uttryckt som BEQ.

— Även för bioanalytiska metoder som används under repeterbarhetsbetingelser bör normalt sett den interna repeterbarheten (RSD_r) vara mindre än reproducerbarheten inom laboratoriet (RSD_R).

7. SÄRSKILDA KRAV PÅ GC/HRMS-METODER FÖR SCREENING ELLER KONFIRMERING

7.1 **Allmänna krav**

— Det får inte skilja mer än 20 % mellan den övre och den lägre koncentrationen för livsmedel med en föroreningshalt på cirka 1 pg WHO-TEQ/g fett (baserat på summan av PCDD/F och dioxinlika PCB). För livsmedel med låg fetthalt gäller samma krav vid föroreningshalter på cirka 1 pg WHO-TEQ/g produkt. För lägre föroreningshalter, t.ex. 0,5 pg WHO-TEQ/g produkt, kan det skilja 25–40 % mellan den övre och den lägre koncentrationen.

7.2 **Kontroll av utbytet**

— För validering av analysmetoden ska interna standarder i form av ^{13}C-märkta 2,3,7,8-klorsubstituerade PCDD/F och ^{13}C-märkta dioxinlika PCB tillsättas alldeles i början av analysen, t.ex. före extraktionen. Minst en kongen för varje tetra- till oktaklorerad homolog grupp av PCDD/F och minst en kongen för varje homolog grupp av dioxinlika PCB ska tillsättas (alternativt tillsätts minst en kongen för varje masspektrometrisk SIR-funktion [*selected ion recording*] som används för att kontrollera PCDD/F och dioxinlika PCB). För konfirmeringsmetoder ska alla de sjutton ^{13}C-märkta 2,3,7,8-substituerade interna PCDD/F-standarderna och alla de tolv ^{13}C-märkta interna dioxinlika PCB-standarderna användas.

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

— För livsmedel som innehåller mindre än 10 % fett och är av vegetabiliskt eller animaliskt ursprung ska 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 fettextraktionen. Extraktionens effektivitet ska valideras på lämpligt sätt, med hänsyn till när de interna standarderna tillsätts och till huruvida resultaten anges per gram produkt eller per gram fett.

— Innan en GC/MS-analys utförs ska en eller två utbytesstandarder (surrogat) tillsättas.

— En kontroll av utbytet är nödvändig. För konfirmeringsmetoder ska utbytet för de enskilda interna standarderna ligga i intervallet 60–120 %. Lägre eller högre utbytesgrad för enskilda kongener – särskilt för vissa hepta- och oktaklorerade dibenso-p-dioxiner och dibensofuraner – kan godtas under förutsättning att deras bidrag till det totala TEQ-värdet inte överstiger 10 % (baserat på summan av PCDD/F och dioxinlika PCB). För GC/MS-screeningmetoder ska utbytet ligga i intervallet 30–140 %.

7.3 **Avlägsnande av störande ämnen**

— PCDD/F ska separeras från störande klorföreningar, såsom icke-dioxinlika PCB och klorerade difenyletrar, med hjälp av lämpliga kromatografiska tekniker (lämpligtvis med en florisil-, aluminiumoxid- och/eller kolkolonn).

— Gaskromatografisk separation av isomerer är tillräcklig (mindre än 25 % mellan två toppar för 1,2,3,4,7,8-HxCDF och 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

7.4 **Kalibrering med standardkurva**

— Intervallet för kalibreringskurvan ska omfatta relevanta givna nivåer.

8. SÄRSKILDA KRAV PÅ BIOANALYTISKA METODER

Bioanalytiska metoder bygger på biologiska principer såsom cellbaserade metoder, receptorbaserade metoder eller immunologiska metoder. I denna punkt (punkt 8) fastställs krav på bioanalytiska metoder i allmänhet.

Med en screeningmetod klassificeras enkelt uttryckt ett prov antingen som överensstämmande eller som misstänkt icke-överensstämmande genom en jämförelse mellan det beräknade BEQ-värdet och brytpunkten (se punkt 8.3). Prover under brytpunkten är överensstämmande, medan prover som är lika med eller över brytpunkten är misstänkt icke-överensstämmande och kräver analys med en konfirmeringsmetod. I praktiken är ett BEQ-värde som motsvarar 2/3 av gränsvärdet en lämplig brytpunkt för att säkerställa att andelen prov som felaktigt bedömts vara överensstämmande är mindre än 5 % och att andelen prov som felaktigt bedömts vara icke-överensstämmande är godtagbar. Om man använder separata gränsvärden för PCDD/F och för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB krävs lämpliga brytpunkter för bioassay av PCDD/F för att utan fraktionering kunna kontrollera provens överensstämmelse. För kontroll av prov som överskrider åtgärdsgränserna skulle en passande brytpunkt kunna vara en lämplig procentandel av respektive givna nivå.

När det gäller vissa bioanalytiska metoder får ett vägledande värde uttryckt som BEQ ges för prov i mätområdet som överstiger rapporteringsgränsen (se punkt 8.1.1 och 8.1.6).

8.1 **Utvärdering av försöksrespons**

8.1.1 *Allmänna krav*

— När man beräknar koncentrationer utifrån en kalibreringskurva för TCDD kommer de lägsta och högsta koncentrationerna i kurvan att ha en hög variation (hög variationskoefficient). Mätområdet är det område där variationskoefficienten är mindre än 15 %. Den lägsta koncentrationen i mätområdet (rapporteringsgränsen) ska ligga betydligt över metodens blankvärde (med åtminstone en faktor på tre). Den högsta koncentrationen i mätområdet motsvaras vanligtvis av EC_{70}-värdet (70 % av den maximalt effektiva koncentrationen), men den är lägre om variationskoefficienten överstiger 15 % i detta område. Mätområdet ska fastställas under valideringen. Brytpunkterna (se punkt 8.3) ska med god marginal ligga inom mätområdet.

— Standardlösningar och provextrakt ska åtminstone analyseras som dubbelprov. När dubbelprov analyseras ska en standardlösning eller ett kontrollextrakt som provas i 4–6 brunnar (fördelade över plattan) ge en respons eller en koncentration (endast möjligt i mätområdet) som har en variationskoefficient mindre än 15 %.

8.1.2 *Kalibrering*

8.1.2.1 Kalibrering med standardkurva

— Provhalter kan skattas genom att försöksresponsen jämförs med en kalibreringskurva för TCDD (eller PCB 126 eller en standardblandning med PCDD/F och dioxinlika PCB) utifrån vilken BEQ-värdet kan beräknas i extraktet och därefter i provet.

— Kalibreringskurvor ska bestå av 8–12 koncentrationer (åtminstone som dubbelprov) och ha tillräckligt med koncentrationer i den nedre delen av kurvan (mätområdet). Särskild uppmärksamhet ska ägnas kvaliteten på kurvpassningen i mätområdet. När man ska bedöma anpassningsgraden vid icke-linjär regression är R^2-värdet i sig inte viktigt. Man uppnår en bättre kurvpassning genom att minimera skillnaden mellan beräknade och observerade koncentrationer inom kurvans mätområde, t.ex. genom att minimera residualkvadratsumman.

— Den skattade halten i provextraktet korrigeras därefter för BEQ-värdet hos ett blankprov för matrisen eller lösningsmedlet (för att beakta föroreningar från lösningsmedel och andra kemikalier som använts) och för det skenbara utbytet (som beräknats från BEQ-värdet för lämpliga referensprov med representativa kongenmönster kring den givna nivån). När man korrigerar för ett utbyte ska det skenbara utbytet alltid ligga inom det intervall som krävs (se punkt 8.1.4). Referensprov som används för att korrigera utbytet ska uppfylla de krav som anges i punkt 8.2.

8.1.2.2 Kalibrering med referensprov

Man kan också använda en kalibreringskurva som genererats från minst fyra referensprov kring den givna nivån (se punkt 8.2: ett blankprov för matrisen och tre referensprov på 0,5 gång, 1 gång och 2 gånger den givna nivån), varigenom man inte behöver korrigera för blankprov och utbyte. I detta fall får den försöksrespons som motsvarar 2/3 av gränsvärdet (se punkt 8.3) beräknas direkt från dessa prov och användas som brytpunkt. För kontroll av prov som överskrider åtgärdsgränserna skulle en lämplig procentandel av dessa åtgärdsgränser lämpa sig som brytpunkt.

8.1.3 *Separat bestämning av PCDD/F och dioxinlika PCB*

Extrakt får delas upp i fraktioner som innehåller dels PCDD/F, dels dioxinlika PCB, vilket gör att man kan ange separata TEQ-värden för PCDD/F och för dioxinlika PCB (uttryckta som BEQ). Företrädesvis ska man använda en kalibreringskurva för PCB 126-standard för att utvärdera resultaten för den fraktion som innehåller dioxinlika PCB.

8.1.4 *Skenbart utbyte för bioassay*

Det skenbara utbytet för bioassay ska beräknas utifrån lämpliga referensprov med representativa kongenmönster kring den givna nivån och uttryckas som en procentandel av BEQ-värdet i jämförelse med TEQ-värdet. Beroende på vilken typ av analysmetod och vilka TEF-värden [1] som används kan skillnaderna mellan TEF- och REP-värdena för dioxinlika PCB ge upphov till låga skenbara utbyten för dioxinlika PCB i jämförelse med för PCDD/F. Om en separat bestämning av PCDD/F och dioxinlika PCB utförs ska därför de skenbara utbytena för bioassay ligga i intervallet 25–60 % för dioxinlika PCB och i intervallet 50–130 % för PCDD/F (intervallen gäller för kalibreringskurvan för TCDD). Bidraget från dioxinlika PCB till summan av PCDD/F och dioxinlika PCB kan variera mellan olika matriser och prov. Dessa variationer återspeglas i de skenbara utbytena för bioassay, vilka ska ligga i intervallet 30–130 % för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB.

8.1.5 *Kontroll av utbytet efter upprening*

— Hur stor förlusten av föreningar är under uppreningen ska kontrolleras under valideringen. Ett blankprov som spikats med en blandning av olika kongener ska genomgå upprening (minst n = 3) och därefter ska utbyte och variabilitet kontrolleras med GC/HRMS. Utbytet ska ligga i intervallet 60–120 %, särskilt för kongener som i olika blandningar bidrar med mer än 10 % till TEQ-värdet.

8.1.6 *Rapporteringsgräns*

— Vid rapportering av BEQ-värden ska en rapporteringsgräns fastställas utifrån relevanta matrisprov som omfattar typiska kongenmönster. Däremot ska inte kalibreringskurvan för standarder användas eftersom precisionen är låg för den nedre delen av kurvan. Även effekter från extraktion och upprening ska beaktas. Rapporteringsgränsen ska ligga betydligt över metodens blankvärde (med åtminstone en faktor på tre).

8.2 **Användning av referensprov**

— Referensproven ska representera provmatriser, kongenmönster och koncentrationsintervall för PCDD/F och dioxinlika PCB kring den givna nivån (gränsvärden eller åtgärdsgränser).

— Ett blankprov för metoden, eller helst ett blankprov för matrisen, och ett referensprov vid den givna nivån måste ingå i varje försöksserie. Dessa prover ska extraheras och analyseras samtidigt under identiska betingelser. Referensprovet ska ha en klart högre respons än blankprovet eftersom detta säkerställer metodens lämplighet. Dessa prov kan användas för att korrigera för blankprov och utbyte.

— De referensprov som valts ut för att korrigera för utbyte ska vara representativa för alla prov, vilket innebär att kongenmönstret inte ska resultera i att halterna underskattas.

— För kontroll av den givna nivån får ytterligare referensprov på exempelvis 0,5 gång och 2 gånger den givna nivån tas med i syfte att påvisa analysens tillförlitlighet inom det givna intervallet. Dessa prov får kombineras för att beräkna BEQ-värdet i prov (se punkt 8.1.2.2).

8.3 **Bestämning av brytpunkter**

Förhållandet mellan bioanalytiska resultat angivna som BEQ och GC/HRMS resultat angivna som TEQ ska fastställas till exempel genom matrisanpassade kalibreringsexperiment som omfattar referensprov spikade med 0 gång, 0,5 gång, 1 gång och 2 gånger gränsvärdet och 6 prov per halt (totalt n = 24). Korrektionsfaktorer (blank och utbyte) får beräknas från detta förhållande, men de ska kontrolleras i varje försöksserie genom att blankprov för metoden eller matrisen och prov för utbytet inkluderas (se punkt 8.2).

Brytpunkter ska fastställas för bedömning av om prov överensstämmer med gränsvärdena, eller vid behov för kontroll av åtgärdsgränserna, för antingen PCDD/F och dioxinlika PCB var för sig, eller för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB. De representeras av den *nedre* gränsen för fördelningen av de bioanalytiska resultaten (korrigerade för blankprov och utbyte) som motsvarar beslutsgränsen för GC/HRMS med en konfidensgrad på 95 %, vilket innebär att andelen prov som felaktigt bedömts vara överensstämmande är mindre än 5 % och RSD_R är mindre än 25 %. Beslutsgränsen för GC/HRMS motsvaras av gränsvärdet, med beaktande av mätosäkerheten.

I praktiken kan brytpunkten (uttryckt som BEQ) beräknas på följande sätt (se figur 1):

[1] Nuvarande krav är grundade på de TEF-värden som beskrivs i Martin Van den Berg m.fl., *Toxicological Sciences*, 2006, 93(2), s. 223–241.

8.3.1 Med användning av det *nedre* konfidensbandet i det 95-procentiga prediktionsintervallet för beslutsgränsen för GC/HRMS och med formeln

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

där

BEQ_{DL} BEQ-värdet som motsvarar beslutsgränsen för GC/HRMS, vilket är gränsvärdet inklusive mätosäkerhet

$s_{y,x}$ residualstandardavvikelse

$t_{\alpha,f=m-2}$ Students t-faktor (α = 5 %, f = frihetsgrader, ensidiga)

m totalt antal kalibreringspunkter (index j)

n antal prov per koncentration (repetitioner)

x_i provkoncentration för kalibreringspunkt i analyserad med GC/HRMS (uttryckt som TEQ)

$\bar{x}$ medelvärdet av koncentrationerna för alla kalibreringsprov (uttryckt som TEQ)

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^{m}(x_i - \bar{x})^2$ parametern kvadratsumma, i = index för kalibreringspunkt i.

8.3.2 Beräknat utifrån de bioanalytiska resultaten (korrigerade för blankprov och utbyte) från flera analyser av prov (n ≥ 6) som förorenats med en halt som motsvarar beslutsgränsen för GC/HRMS, vilken är den *nedre* gränsen för fördelningen vid motsvarande medelvärde för BEQ, och med formeln

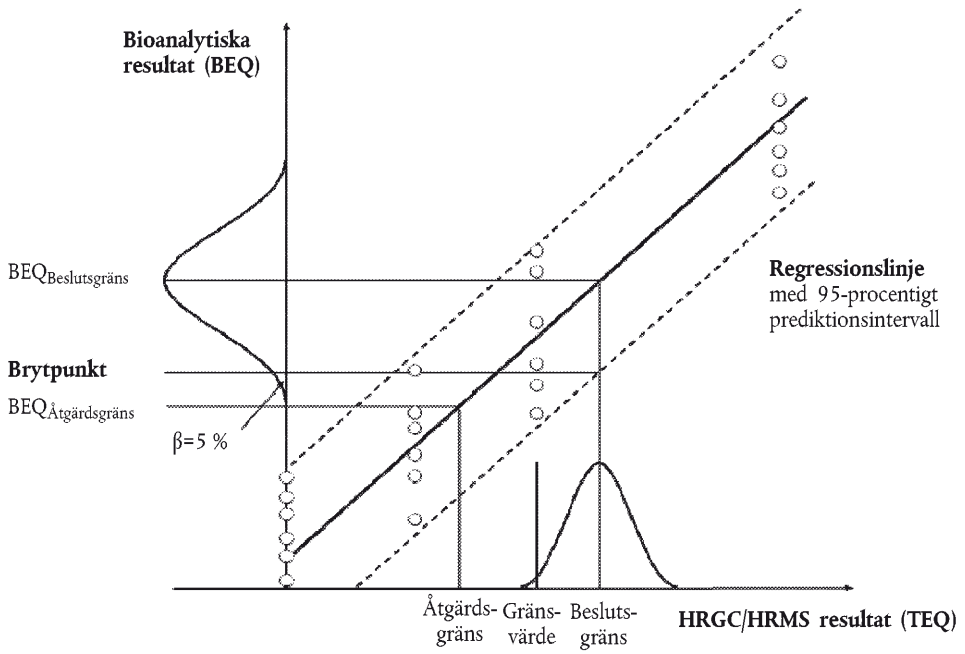
$$\text{brytpunkt} = BEQ_{DL} - 1{,}64 \times SD_R$$

där

SD_R standardavvikelse för resultat från bioassay vid BEQ_{DL}, mätt under reproducerbara betingelser inom laboratoriet.

8.3.3 Beräknat som medelvärdet av de bioanalytiska resultaten (uttryckta som BEQ, korrigerade för blankprov och utbyte) från flera analyser av prov (n ≥ 6) som förorenats med en halt som motsvarar 2/3 av den givna nivån. Detta grundas på att denna halt kommer att ligga omkring den brytpunkt som fastställts enligt punkt 8.3.1 eller 8.3.2.

Figur 1



Tillvägagångssätt för beräkning av brytpunkt som bygger på en 95-procentig konfidensgrad vilket innebär att andelen prov som felaktigt bedömts vara överensstämmande är mindre än 5 % och RSD_R är mindre än 25 %. 1. Utifrån det *nedre* konfidensbandet i det 95-procentiga prediktionsintervallet för beslutsgränsen för HRGC/HRMS. 2. Utifrån flera analyser av prov (n ≥ 6) som förorenats med en halt som motsvarar beslutsgränsen för HRGC/HRMS, vilket är den *nedre* gränsen för fördelningen (en klockformad kurva i figuren) vid motsvarande medelvärde för BEQ.

8.3.4 *Begränsningar för brytpunkten*

De BEQ-baserade brytpunkter som beräknats utifrån den RSD_R som fastställts under valideringen med hjälp av ett begränsat antal prov med olika matriser eller kongenmönster kan vara högre än de givna nivåer som baserats på TEQ-värden, eftersom en bättre precision kan uppnås vid validering än vid rutinanalyser då ett okänt spektrum av möjliga kongenmönster måste kontrolleras. I sådana fall ska brytpunkterna beräknas utifrån en RSD_R som motsvarar 25 % eller helst 2/3 av den givna nivån.

8.4 **Prestanda**

— Eftersom inga interna standarder kan användas i bioanalytiska metoder ska försök som kontrollerar repeterbarheten utföras i syfte att bedöma standardavvikelsen inom en försöksserie och mellan försöksserier. Repeterbarheten ska vara under 20 % och reproducerbarheten inom laboratorier under 25 %. Detta ska grundas på de beräknade halterna (uttryckta som BEQ) efter korrigering för blankprov och utbyte.

— Under valideringsförfarandet ska försöket visa att metoden kan skilja mellan ett blankprov och ett prov med en halt som motsvarar brytpunkten, så att prov som ligger över den relevanta brytpunkten kan påvisas (se punkt 8.1.2).

— Målföreningar, möjliga interferenser och högsta godtagbara värden för blankprov ska definieras.

— Vid analys av ett provextrakt (n = 3) ska standardavvikelsen inte överstiga 15 % för en respons eller en koncentration som beräknats utifrån responsen (endast möjligt i mätområdet).

— De okorrigerade resultaten från referensprov, uttryckta som BEQ (blankprov och den givna nivån), ska användas vid utvärderingen av den bioanalytiska metodens prestanda under en konstant tidsperiod.

— Kontrollkort för metodens blankprov och för varje typ av referensprov ska framställas och kontrolleras för att säkerställa att den analytiska prestandan är i enlighet med kraven, särskilt för metodens blankprov när det gäller kravet på minsta skillnad till de lägsta koncentrationerna i mätområdet och för referensprov när det gäller reproducerbarheten inom laboratoriet. Metodens blankprov ska kontrolleras väl så att man när blankprovet dras av från provresultatet inte får resultat som felaktigt bedöms vara överensstämmande.

— Resultaten från GC/HRMS-analyser av misstänkta prov och av 2–10 % av de överensstämmande proven (minst 20 prov per matris) ska samlas in och användas för att utvärdera screeningmetodens prestanda och förhållandet mellan BEQ- och TEQ-värdena. Dessa uppgifter kan användas för omprövning av de brytpunkter som tillämpas på rutinprov för validerade matriser.

— Att en metod har en bra prestanda kan också styrkas genom deltagande i ringtest. Om ett laboratorium kan styrka ett framgångsrikt deltagande får också resultat från prov som analyserats i ringtest och som täcker koncentrationsintervallet upp till exempelvis två gånger gränsvärdet tas med i utvärderingen av andelen prov som felaktigt bedömts vara överensstämmande. Proven ska täcka de vanligaste kongenmönstren och komma från olika källor.

— Vid incidenter får brytpunkter omprövas för att återspegla den specifika matrisen och kongenmönstret för denna enda incident.

9. RAPPORTERING AV RESULTAT

Konfirmeringsmetoder

— Om den använda analysmetoden medger det ska analysresultaten innehålla halterna av de enskilda PCDD/F- och dioxinlika PCB-kongenerna angivna som lägre koncentrationer, övre koncentrationer och mellanvärden. Rapporteringen av resultat ska på så sätt ge maximalt med information och därigenom göra det möjligt att tolka resultaten utifrån särskilda krav.

— Rapporten ska också ange den metod som använts vid extraktionen av PCDD/F, dioxinlika PCB och lipider. Lipidhalten i provet ska bestämmas och rapporteras för livsmedelsprov där gränsvärden eller åtgärdsgränser anges per gram fett och där den förväntade fettkoncentrationen ligger i intervallet 0–2 % (som i motsvarande befintlig lagstiftning), medan det är frivilligt att bestämma lipidhalten för övriga prov.

— Utbytena för de enskilda interna standarderna ska redovisas om de ligger utanför det intervall som anges i punkt 7.2 eller när gränsvärdena överskrids. I övriga fall ska de redovisas på begäran.

— Eftersom mätosäkerheten ska beaktas vid bedömningen av om ett prov är överensstämmande ska också denna parameter anges. Analysresultatet ska rapporteras som x +/– U, där x är analysresultatet och U den utvidgade mätosäkerheten beräknad med en täckningsfaktor på 2, vilket ger en konfidensgrad på cirka 95 %. Om det har gjorts en separat bestämning av PCDD/F och av dioxinlika PCB ska summan av den skattade utvidgade mätosäkerheten för de enskilda analysresultaten användas när man anger den skattade utvidgade mätosäkerheten för summan av PCDD/F och dioxinlika PCB.

— Om mätosäkerheten har beaktats genom att beslutsgränsen (CCα) har fastställts (se punkt IV.2 i bilaga II) ska denna parameter anges.

— Resultaten ska anges i samma enheter och med (minst) samma antal signifikanta siffror som används för att ange gränsvärden i förordning (EG) nr 1881/2006.

Bioanalytiska screeningmetoder

— Resultaten från screeningen ska anges som överensstämmande eller som misstänkt icke-överensstämmande.

— Dessutom får ett resultat för PCDD/F och/eller dioxinlika PCB, uttryckt som bioanalytiska ekvivalenter (dvs. BEQ och inte som TEQ), anges (se punkt 2 i bilaga III).

— Om mätosäkerheten för det beräknade BEQ-värdet anges, t.ex. som standardavvikelse, ska detta värde vara baserat på provanalyser som upprepats åtminstone tre gånger (inklusive extraktion, upprening och fastställande av försöksrespons).

— Prov vars respons ligger under rapporteringsgränsen ska benämnas ”under rapporteringsgränsen”.

— För varje typ av provmatris ska rapporten innehålla uppgifter om den givna nivån (gränsvärde, åtgärdsgräns) som utvärderingen baseras på.

— Rapporten ska innehålla uppgifter om typ av försök som har gjorts, den grundläggande principen för försöket och typ av kalibrering.

— Rapporten ska ange den metod som använts vid extraktionen av PCDD/F, dioxinlika PCB och lipider. Lipidhalten i provet ska bestämmas och rapporteras för livsmedelsprov där gränsvärden eller åtgärdsgränser anges per gram fett och där den förväntade fettkoncentrationen ligger i intervallet 0–2 % (som i motsvarande befintlig lagstiftning), medan det är frivilligt att bestämma lipidhalten för övriga prov.

Tillägg till BILAGA III

Världshälsoorganisationen fastställde toxiska ekvivalensfaktorer (WHO-TEF) för bedömningen av risker för människor på grundval av slutsatserna från WHO:s expertmöte inom det internationella programmet för kemikaliesäkerhet (IPCS) i Genève i juni 2005 (Martin van den Berg m.fl., "The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds", *Toxicological Sciences*, 2006, 93(2), s. 223–241).

Kongen	TEF-värde	Kongen	TEF-värde
Dibenso-p-dioxiner (PCDD)		**Dioxinlika PCB: Non-orto PCB och Mono-orto PCB**	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	*Non-orto PCB*	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
Dibensofuraner (PCDF)		*Mono-orto PCB*	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

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

BILAGA IV

Provberedning och krav på analysmetoder för offentlig kontroll av halten av icke-dioxinlika PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180) i vissa livsmedel

1. **Detektionsmetoder som ska användas**

Gaskromatografi i kombination med elektroninfångningsdetektion (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS eller likvärdiga metoder.

2. **Påvisande och konfirmering av givna analyter**

— Relativ retentionstid i förhållande till interna standarder eller referensstandarder (godtagbar avvikelse +/– 0,25 %).

— Gaskromatografisk separation av alla sex indikator-PCB (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 och PCB 180) från störande ämnen, särskilt andra PCB som elueras samtidigt, i synnerhet om provhalterna ligger i nivå med gränsvärdena och det ska konfirmeras att proven är icke-överensstämmande.

Anmärkning: Kongener som ofta elueras samtidigt är t.ex. PCB 28/31, PCB 52/69 och PCB 138/163/164. När det gäller GC/MS ska även eventuella interferenser från fragment av mer högklorerade kongener beaktas.

— För GC/MS-metoder

— Kontroll av åtminstone

— två specifika joner för HRMS,

— två specifika joner med m/z > 200 eller tre specifika joner med m/z > 100 för LRMS, och

— en moderjon och två dotterjoner för MS-MS.

— Högsta tillåtna toleranser för kvoten för förekomsten av utvalda massfragment

Relativ avvikelse mellan kvoten för förekomsten av utvalda massfragment och den teoretiska förekomsten eller kalibreringsstandarden för måljon (den vanligast förekommande jonen som kontrollerats) och konfirmeringsjon(er).

Konfirmeringsjonens (-jonernas) relativa intensitet jämfört med måljonens	GC-EI-MS (relativ avvikelse)	GC-CI-MS, GC-MS^n (relativ avvikelse)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % till 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % till 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(*) Eftersom det finns ett tillräckligt antal massfragment med relativ intensitet större än 10 % bör man inte använda konfirmeringsjon(er) med en relativ intensitet mindre än 10 % jämfört med måljonens.

— För GC/ECD

Resultat som överskrider gränsvärdet ska konfirmeras med hjälp av två GC-kolonner som har stationära faser med olika polaritet.

3. **Bevis för metodens prestanda**

Validering i intervallet för den givna nivån (0,5–2 gånger den givna nivån) med en godtagbar variationskoefficient för upprepade analyser (se krav på intermediärt precisionsmått i punkt 8).

4. **Kvantifieringsgräns**

Blankprovets värden ska vara högst 30 % av den föroreningshalt som motsvarar gränsvärdet ([1]).

5. **Kvalitetskontroll**

Laboratorierna ska regelbundet kontrollera blankprov, analysera spikade prov och prov för kvalitetskontroll samt medverka i kollaborativa studier med relevanta matriser.

([1]) Reagensblankprovet bör lämna ett så litet bidrag som möjligt till halten av en förorening i ett prov. Det är laboratoriets skyldighet att kontrollera hur halterna i blankproven varierar, i synnerhet om blankprovet dras av från provet.

6. **Kontroll av utbytet**

— Lämpliga interna standarder med fysikalisk-kemiska egenskaper som är jämförbara med de givna analyternas ska användas.

— Tillsats av intern standard

  — ska tillsättas produkter före extraktion och upprening;

  — för fett kan den även tillsättas efter extraktion, men före upprening, när gränsvärdet anges per gram fett.

— Krav på metoder som använder alla sex isotopmärkta indikator-PCB-kongener:

  — Resultaten ska korrigeras för de interna standardernas utbyten.

  — Allmänt godtagbara utbyten för isotopmärkta interna standarder ligger i intervallet 50–120 %.

  — Ett lägre eller högre utbyte för enskilda kongener vars bidrag till summan av de sex indikator-PCB är mindre än 10 % är godtagbart.

— Krav på metoder som inte använder alla sex isotopmärkta interna standarder eller använder andra interna standarder:

  — Utbyten för interna standarder ska kontrolleras för varje prov.

  — Godtagbara utbyten för interna standarder ligger i intervallet 60–120 %.

  — Resultaten ska korrigeras för de interna standardernas utbyten.

— Utbytet för omärkta kongener ska kontrolleras genom spikade prov eller prov för kvalitetskontroll vilka har koncentrationer i intervallet för den givna nivån. Godtagbara utbyten för dessa kongener ligger i intervallet 70–120 %.

7. **Krav på laboratorier**

I enlighet med förordning (EG) nr 882/2004 ska 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 ska ackrediteras enligt standarden EN ISO/IEC 17025.

8. **Prestanda: Kriterier för summan av de sex indikator-PCB vid en given nivå**

Riktighet	± 30 %
Intermediärt precisionsmått (RSD %)	≤ 20 %
Skillnaden mellan beräkningen av övre och lägre koncentration	≤ 20 %

9. **Rapportering av resultat**

— Om den använda analysmetoden medger det ska analysresultaten innehålla halterna av de enskilda PCB-kongenerna angivna som lägre koncentrationer, övre koncentrationer och mellanvärden. Rapporteringen av resultat ska på så sätt ge maximalt med information och därigenom göra det möjligt att tolka resultaten utifrån särskilda krav.

— Rapporten ska också ange den metod som använts vid extraktionen av PCB och lipider. Lipidhalten i provet ska bestämmas och rapporteras för livsmedelsprov där gränsvärden anges per gram fett och där den förväntade fettkoncentrationen ligger i intervallet 0–2 % (som i motsvarande befintlig lagstiftning), medan det är frivilligt att bestämma lipidhalten för övriga prov.

— Utbytena för de enskilda interna standarderna ska redovisas om de ligger utanför det intervall som anges i punkt 6 eller när gränsvärden överskrids. I övriga fall ska de redovisas på begäran.

— Eftersom mätosäkerheten ska beaktas vid bedömning av om ett prov är överensstämmande ska också denna parameter anges. Analysresultatet ska rapporteras som x +/– U, där x är analysresultatet och U den utvidgade mätosäkerheten beräknad med en täckningsfaktor på 2, vilket ger en konfidensgrad på cirka 95 %.

— Om mätosäkerheten har beaktats genom att beslutsgränsen (CCα) har fastställts (se punkt IV.1 i bilaga II) ska denna parameter anges.

— Resultaten ska anges i samma enheter och med (minst) samma antal signifikanta siffror som används för att ange gränsvärden i förordning (EG) nr 1881/2006.