

## Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (ESB) nr. 278/2012

2013/EES/28/03

frá 28. mars 2012

## um breytingu á reglugerð (EB) nr. 152/2009 að því er varðar ákvörðun á innihaldi díoxína og fjöklóraðra bifényla (\*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUSAMBANDSINS  
HEFUR,

með hliðsjón af sáttmálanum um starfshætti Evrópusambandsins,

með hliðsjón af reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 882/2004 frá 29. apríl 2004 um opinbert eftirlit til að staðfesta að lög um fôður og matvæli og reglur um heilbrigði og velferð dýra séu virt <sup>(1)</sup>, einkum 4. mgr. 11. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í tilskipun Evrópuþingsins og ráðsins 2002/32/EB frá 7. maí 2002 um óæskileg efni í fôðri <sup>(2)</sup> er mælt fyrir um hámarksgildi fyrir díoxín, fúrön og fjöklóruð bifényl (PCB-efni) í fôðri ásamt aðgerðarmörkum til að hrinda af stað rannsóknum aðildarríkjanna í þeim tilgangi að finna upptök þessara efna.
- 2) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 152/2009 frá 27. janúar 2009 um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með fôðri <sup>(3)</sup> eru aðferðir til að ákvarða innihald fjöklóraðra díbensódíoxína (PCDD-efna), fjöklóraðra díbensófúrana (PCDF-efna) og díoxínlíkra, fjöklóraðra bifényla (PCB-efna) í fôðri.
- 3) Við greiningu má nota afkastamikla skimunaraðferð, sem hefur hlotið fullnægjandi og viðtæka fullgildingu, til að sanngreina sýni með umtalsverðu innihaldi PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna (aðferðin skal helst gera kleift að velja sýni yfir aðgerðarmörkum og tryggja að sýni yfir hámarksgildum séu valin). Ákvarða þarf innihald PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í þessum sýnum með staðfestingargreiningu. Því er rétt að kveða bæði á um viðeigandi kröfur varðandi skimunaraðferðina, svo að tryggt sé að hlutfall niðurstaðna, sem eru í falssamræmi (e. *false-compliant*) við hámarksgildi, haldist undir 5%, og um strangar kröfur varðandi staðfestingargreiningar. Þar að auki gera staðfestingaraðferðir kleift að ákvarða einnig innihald sem er á styrkbili lítills bakgrunnsstyrks.

Reglugerð þessi er bindandi í heild sinni og gildir í öllum aðildarríkjunum án frekari lögfestingar.

Gjört í Brussel 28. mars 2012.

Það skiptir máli til að unnt sé að fylgjast með tímaleitni, meta váhrif og endurmeta hámarksgildi og aðgerðarmörk.

- 4) Breytingin á hámarksgildunum fyrir díoxín og díoxínlík PCB-efni í tilskipun 2002/32/EB og þörfin á að uppfæra viðmiðanirnar fyrir aðferðir til skimunar gera það nauðsynlegt að breyta reglunum um ákvörðun á díoxíni og PCB-efnum í fôðri, eins og mælt er fyrir um í B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009. Til glöggvunar og til að tryggja skiljanleika þykir rétt að skipta út B-hluta V. viðauka.
- 5) Afar mikilvægt er að samræmd aðferð sé viðhöfð þegar skýrt er frá niðurstöðum greiningar og við túlkun þeirra til að tryggja samræmda framkvæmd alls staðar í Sambandinu.
- 6) Því ber að breyta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 til samræmis við það.
- 7) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferlið og heilbrigði dýra og hvorki Evrópuþingið né ráðið hefur andmælt þeim.

## SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA

1. gr.

Ákvæðum B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 er breytt í samræmi við viðaukann við þessa reglugerð.

2. gr.

Reglugerð þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins*.

Hún kemur til framkvæmda á gildistöku.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Forseti.

José Manuel BARROSO

(\*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. ESB L 91, 29.3.2012, bls. 8. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 53/2013 frá 3. maí 2013 um breytingu á I. viðauka (Heilbrigði dýra og plantna) við EES-samninginn, biður birtingar.

<sup>(1)</sup> Stjtið. ESB L 165, 30.4.2004, bls. 1.

<sup>(2)</sup> Stjtið. EB L 140, 30.5.2002, bls. 10.

<sup>(3)</sup> Stjtið. ESB L 54, 26.2.2009, bls. 1.

## VIÐAUKI

Í stað „ÁKVÖRÐUN Á INNIHALDI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF) OG DÍOXÍNLÍKRA PCB-EFNA“ í B-hluta V. viðauka við reglugerð (EB) nr. 152/2009 komi eftirfarandi:

„B. ÁKVÖRÐUN Á INNIHALDI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF) OG PCB-EFNA

## I. KAFLI

## Sýnatökuaðferðir og túlkun á niðurstöðum greininga

## 1. Tilgangur og gildissvið

Sýni, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með innihaldi fjöklóraðra díbensódíoxína (PCDD-efna), fjöklóraðra díbensófúrana (PCDF-efna), díoxínlíkra, fjöklóraðra bifényla (PCB-efna) og ódíoxínlíkra PCB-efna í fódri, skulu tekin í samræmi við ákvæði I. viðauka. Meginlegum kröfum í tengslum við eftirlit með efnum eða afurðum, sem eru jafndreifð í öllu fóðrinu, eins og kveðið er á um í lið 5.A í I. viðauka, skal fullnægt. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueiningarnar eða framleiðsluhlutana sem þau eru tekin úr. Ákvarðað skal á grundvelli þess innihalds, sem finnst í rannsóknarsýnunum, hvort farið sé að ákvæðum um hámarksgildi sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB.

(\*) Tafla yfir eiturjafngildisstuðla (TEF) fyrir díoxín, fúrön og díoxínlik PCB-efni:

Eiturjafngildisstuðlar Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar fyrir eiturhrif (WHO-TEFs) til nota við áhættumat fyrir menn grundvallast á niðurstöðum fundar sérfræðinga Alþjóðaheilbrigðismálastofnunarinnar, sem var haldinn í Genf í júní 2005, um alþjóðaáætlunina um öryggi íðefna (Martin van den Berg et al., The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. Toxicological Sciences 93(2), 223–241 (2006))

Efnamynd	TEF-gildi		
<b>Fjöklóruð díbensódíoxín (PCDD) og fjöklóruð díbensófúrön (PCDF)</b>		<b>Díoxínlik PCB-efni, PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni, + einortó-PCB-efni</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>PCB-efni, önnur en ortó-PCB-efni</i>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
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		
		<i>Einortó-PCB-efni</i>	
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		

Skammstafanir: T = tetra, Pe = penta, Hx = hexa, Hp = hepta, O = okta, CDD = klórdíbensódíoxín, CDF = klórdíbensófúrön, CB = klórbífenýl.

Að því er varðar þennan hluta V. viðauka gilda skilgreiningarnar sem mælt er fyrir um í I. viðauka við ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 2002/657 frá 14. ágúst 2002 um framkvæmd á tilskipun ráðsins 96/23/EB varðandi nothæfi greiningaraðferða og túlkun niðurstaðna (\*\*).

(\*\*) Stjtið. EB L 221, 17.8.2002, bls. 8.

## 2. Samræmi framleiðslueiningar eða framleiðsluhluta við forskriftir

### 2.1. *Að því er varðar ódíoxínlik PCB-efni*

Framleiðslueiningin er í samræmi við forskriftir ef niðurstöður greiningar eru ekki yfir hámarksgildinu fyrir ódíoxínlik PCB-efni sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til mælióvissu.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við forskriftir ef háreiknigildi (\*\*\*) í niðurstöðum greininga, sem er staðfest með tvöfaldri greiningu (\*\*\*\*), fer yfir hámarksgildið, sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til mælióvissu.

Taka skal tillit til mælióvissu í samræmi við eina eftirfarandi aðferða:

- með því að reikna útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælt gildi, að frádregnu U (óvíkkaðri mælióvissu), er yfir hámarksgildi,
- með því að setja ákvörðunarmörk (CC $\alpha$ ) í samræmi við lið 3.1.2.5 í I. viðauka við ákvörðun 2002/657/EB. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælda gildið er jafnt ákvörðunarmörkunum eða yfir þeim.

Þessar túlkunarreglur gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð með tilliti til verslunarverndar eða til samanburðar.

(\*\*\*) Háreiknigildi (e. *upper-bound*) er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og svarar til magngreiningarmarkanna. Lágreiknigildi (e. *lower-bound*) er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og núll. Miðreiknigildi (e. *medium-bound*) er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hverrar ómagngreindrar efnamyndar og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.

(\*\*\*\*) Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slysn. Fyrsta greiningin, þar sem tillit er tekið til mælióvissu, er notuð til að staðfesta samræmi við kröfur. Ef greining er gerð vegna mengunaratviks má sleppa staðfestingu með tvöfaldri greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunaratvikið.

### 2.2. *Að því er varðar PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni*

Framleiðslueiningin er í samræmi við forskriftir ef niðurstöður einnar greiningar,

- sem er framkvæmd með skimunaraðferð þar sem hlutfall sýna, sem er í falssamræmi við kröfur, er undir 5%, sýnir að innihaldið er ekki yfir viðkomandi hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB,
- sem er framkvæmd með staðfestingaraðferð, er ekki yfir viðkomandi hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til mælióvissu.

Við skimunargreiningar skal fastsetja þröskuldsgildi til að unnt sé að skera úr um hvort sýni sé í samræmi við þau gildi og mörk sem mælingar miðast við og hafa verið sett fyrir annaðhvort PCDD-/PCDF-efni eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við forskriftir ef háreiknigildi (\*\*\*) í niðurstöðum greininga, sem fæst með staðfestingaraðferð og er staðfest með tvöfaldri greiningu, fer yfir hámarksgildið, sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til mælióvissu (\*\*\*\*\*).

Taka skal tillit til mælióvissu í samræmi við eina eftirfarandi aðferða:

- með því að reikna útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælt gildi, að frádregnu U (óvíkkaðri mælióvissu), er yfir hámarksgildi. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skal summan af áætlaðri, útvíkkaðri mælióvissu fyrir einstakar niðurstöður þessara greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlikum PCB-efnum notuð til að reikna áætlaða, útvíkkaða mælióvissu fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna,
- með því að setja ákvörðunarmörk (CC $\alpha$ ) í samræmi við lið 3.1.2.5 í I. viðauka við ákvörðun 2002/657/EB. Framleiðslueining eða framleiðsluhluti samræmist ekki kröfum ef mælda gildið er jafnt ákvörðunarmörkunum eða yfir þeim.

Þessar túlkunarreglur gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Landsreglur gilda um greiningu sem er gerð vegna ágreinings eða úrskurðarmála.

- (\*\*\*\*\*) Háreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og svarar til magngreiningarmarkanna. Lágreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og núll. Miðreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.
- (\*\*\*\*\*) Tvöföld greining er nauðsynleg til að útiloka innri víxlmengun eða rugling á sýnum fyrir slysin. Fyrsta greiningin, þar sem tillit er tekið til mælióvissu, er notuð til að staðfesta samræmi við kröfur. Ef greining er gerð vegna mengunaratriks má sleppa staðfestingu með tvöfaldrí greiningu ef sýnin, sem valin eru til greiningar, hafa rekjanleg tengsl við mengunartvöföld.

### 3. Niðurstöður yfir aðgerðarmörkum eins og mælt er fyrir um í II. viðauka við tilskipun 2002/32/EB

Nota má aðgerðarmörk sem tæki til að velja sýni í tilvikum þar sem er nauðsynlegt að ákvarða uppsprettu mengunar og gripa til ráðstafana til þess að minnka umfang hennar eða stemma stigu við henni. Viðeigandi þröskuldsgildi fyrir val á þessum sýnum eru ákvörðuð með skimunaraðferðum. Einungis skal nota ráðstafanir sem eru nauðsynlegar til að sanngreina uppsprettu og draga úr eða stemma stigu við menguninni ef staðfest er með tvöfaldrí greiningu með staðfestingaraðferð og að teknu tilliti til mælióvissu að farið hefur verið yfir aðgerðarmörkin (\*\*\*\*\*).

- (\*\*\*\*\*\*) Fyrir tvöfalda greiningu til eftirlits með aðgerðarmörkum gildir sama skýring og sömu kröfur og um hámarksinnihald í neðanmálgrein (\*\*\*\*\*). Háreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og svarar til magngreiningarmarkanna. Lágreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og núll. Miðreiknigildi er gildi sem er reiknað út frá hlutdeild hvarrar ómagngreindrar efnamyndar í eiturjafngildi og er jafnt og helmingur magngreiningarmarkanna.

## II. KAFLI

### *Undirbúningur sýna og kröfur varðandi greiningaraðferðir sem eru notaðar við opinbert eftirlit með innihaldi díoxína (PCDD-/PCDF-efna) og díoxínlíkra PCB-efna í fóðri*

#### 1. Gildissvið

Kröfurnar, sem eru settar fram í þessum viðauka, gilda þegar fóður er efnagreint í tengslum við opinbert eftirlit með innihaldi 2,3,7,8-setinna fjöklóraðra díbensó-p-díoxína og fjöklóraðra díbensófúrana (PCDD-/PCDF-efna) og fjöklóraðra bifenylna, sem líkjast díoxíni (díoxínlíkra PCB-efna), og í eftirlitsskýni.

Vakta má tilvist PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í fóðri með tvö ólík markmið í huga:

- a) að velja þau sýni sem innihalda meira af PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum en hámarksgildi eða aðgerðarmörk segja til um. Þessi tilhögun getur falið í sér kostnaðarhagkvæma og afkastamikla aðferð til skimunar og þar með aukið möguleika á að uppgötva ný atvik með miklum váhrifum og heilbrigðisáhættu fyrir neytendur. Skimunaraðferðir eru t.d. lífgreiningar og gas- og massagreiningar. Þær skulu notaðar í þeim tilgangi að koma í veg fyrir niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur. Styrk PCDD-/PCDF-efna og summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í sýnum, þar sem innihaldið er umtalsvert, þarf að ákvarða/staðfesta með staðfestingaraðferð;
- b) að ákvarða innihald PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna í fódursýnum á styrkbili lágra bakgrunnsgilda. Þetta skiptir máli varðandi tímaleitni, mat á váhrifum á menn og til að byggja upp gagnagrunn fyrir hugsanlegt endurmat á aðgerðarmörkum og hámarksgildum. Markmið þetta næst með staðfestingaraðferðum sem gera kleift að sanngreina og magngreina á ótvíræðan hátt PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni í þeim styrk sem mælingar miðast við. Nota má þessar aðferðir til að staðfesta niðurstöður sem eru fengnar með skimunaraðferðum og til að ákvarða lág bakgrunnsgildi við eftirlit með fóðri. Þær skipta einnig máli við ákvörðun efnamyndamynstra svo að unnt sé að ákvarða uppsprettu hugsanlegrar mengunar. Sem stendur er í slíkum aðferðum notast við gasgreiningu og massagreiningu, hvorar tveggju með mikilli upplausn (HRGC/HRMS).

#### 2. Flokkun aðferða eftir stigi magnákvörðunar (\*\*\*\*\*)

- (\*\*\*\*\*\*) Lagað að PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum efnasamböndum samkvæmt viðmiðunarreglum um fullgildingu aðferða til að skima leifar dýralyfja (e. *Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines*) frá tilvísunarrannsóknarstofum Evrópusambandsins í Fougères, Berlín og Bilthoven fyrir rannsóknir á leifum dýralyfja og aðskotafna í matvællum úr dýraríkinu, 20/1/2010, sjá [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab\\_analysis\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm)

- 2.1. „Eigindlegar aðferðir“ veita svar um tilvist greiniefna sem eru til mælinga en engar magnbundnar upplýsingar um styrk meinta greiniefnisins. Eigindlegar aðferðir kunna að geta gefið hálfmegindlegar niðurstöður en eru eingöngu notaðar til að segja til um hvort innihald sé yfir eða undir tilteknum styrk, t.d. greiningarmörkum, magngreiningarmörkum eða þröskuldgildum.

Til að hafa eftirlit með hámarksgildum og aðgerðarmörkum fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni í föðri má nota skimunaraðferðir sem byggjast á samanburði á greiningarniðurstöðunni og þröskuldgildi og svara því hvort hugsanlega sé farið yfir þann styrk, sem mælingar miðast við, eða ekki.

- 2.2. „Hálfmegindlegar aðferðir“: aðferðir sem gefa allgóða vísbandingu um styrk meinta greiniefnisins en tölulegar niðurstöður uppfylla ekki kröfur fyrir megindlegar aðferðir. Þær geta nýst til að veita upplýsingar um styrkbil greiniefnisins til að greinandinn geti ákvarðað kvörðunarsviðið fyrir þá staðfestingarprófun sem á eftir fer og komið að gagni við gæðaeftirlit. Til dæmis skulu eftirfarandi aðferðir teljast til hálfmegindlegra aðferða:

- a) aðferðir, s.s. frummiðaðar greiningar, viðtakgreiningar eða ónæmismælingar, sem byggjast á líffræðilegum meginreglum, hér á eftir nefndar lífgreiningaraðferðir, sem geta greint greiniefnin sem eru til mælinga, innihalda kvörðunarferil, veita svar við því hvort e.t.v. sé farið yfir styrkinn, sem mælingar miðast við, eða ekki og gera kleift að tilgreina niðurstöðuna sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), sem er vísbanding um TEQ-gildið í sýninu,
- b) eðlislefnafræðileg prófun (t.d. gas- og massagreiningu/massagreiningu eða gasgreiningu/massagreiningu með lítilli upplausn) þar sem nákvæmni mæliaðferðarinnar uppfyllir ekki kröfur um megindlegar prófanir.

- 2.3. „Megindlegar aðferðir“ uppfylla sömu kröfur um nákvæmni, styrksvið og samkvæmni eins og staðfestingar-aðferðir. Þegar þörf er á magnákvörðun skal fullgilda megindlegu aðferðirnar sem staðfestingaraðferðir.

### 3. Bakgrunnur

Til að reikna út eiturjafngildisstyrk skal styrkur einstakra efna í tilteknu sýni margfaldaður með eiturjafngildisstuðli (TEF) efnisins, sem Alþjóðaheilbrigðismálastofnunin hefur skilgreint og er tilgreindur í viðbætinum við þennan viðauka, og síðan eru gildin lögð saman til að finna heildarstyrk díoxínlikra efnasambanda sem er gefinn upp sem eiturjafngildi.

Að því er varðar B-hluta V. viðauka eru viðurkennd sértæk magngreiningarmörk einstakra efnamynda styrkur greiniefnis í útdráttarlausn sýnis, sem kallar fram mælisvörum fyrir þær tvær mismunandi jónir sem eru til rannsóknar, með hlutfall milli merkis og suðs sem er 3:1 fyrir það merki sem er veikara og sem uppfyllir viðmiðanir um sanngreiningu eins og lýst er t.d. í staðli prEN 16215 (Dýrafóður – Ákvörðun díoxíns og díoxínlikra PCB efna með GC/HRMS og PCB vísa með GC/HRMS) og/eða í aðferð Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613, endurskoðun B.

Niðurstöður lífgreiningaraðferða til skimunar eru ekki í efnamynd og einungis vísbanding (\*\*\*\*\*\*) um TEQ-gildi (gildi fyrir eiturjafngildi), gefið upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), til að staðfesta að hugsanlega eru það ekki öll efnasamböndin í sýnisútdrætti sem gefa svörin í prófun sem uppfylla forsendur meginreglunnar um eiturjafngildi (e. *TEQ-principle*).

Skimunar- og staðfestingaraðferðum má einungis beita til eftirlits með tilteknum sýnaefnivið svo fremi að næmi aðferðanna sé nægilegt til þess að greina með áreiðanlegum hætti innihald með þeim styrk sem mælingar miðast við (aðgerðarmörk eða hámarksgildi).

(\*\*\*\*\*) Lífgreiningaraðferðir eru ekki sérhæfðar fyrir þær efnamyndir sem falla undir eiturjafngildisstuðlakerfið. Í sýnisútdrættinum geta verið önnur byggingarlega skyld efnasambönd sem virkja arýlvetniskolefnaviðtakann og eiga þátt í heildarsvöruninni. Af þeim sökum geta niðurstöður úr lífgreiningu ekki verið mat á TEQ-gildi í viðkomandi sýni heldur einungis vísbanding um það.

### 4. Kröfur varðandi gæðatryggingu

- 4.1. Gera verður ráðstafanir til að varna því að víxlmengun eigi sér stað á einhverju stigi við sýnatöku og greiningu.
- 4.2. Sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólýprópýlen- eða pólýetýlenilátum sem henta til geymslu og hafa ekki áhrif á styrk PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna í sýnunum. Fjarlægja verður allan vott af pappírstryki úr sýnislátinu.

- 4.3. Geymsla og flutningur sýnisins skal vera þannig að fôðursýnið haldist óbreytt.
- 4.4. Hvert rannsóknarsýni er finnað og blandað vandlega saman, eftir því sem við á, með aðferð sem sannað þykir að tryggji fullkomna einsleitni (t.d. malað þannig að það fari í gegnum síu með 1 mm möskva). Þurrka verður sýnin áður en þau eru möluð ef rakainnihaldið er of mikið.
- 4.5. Hafa skal eftirlit með prófefnum, glervöru og búnaði sem gætu hugsanlega haft áhrif á niðurstöður sem byggjast á eiturjafngildi og lífgreiningarjafngildi.
- 4.6. Greining á blanksýni skal gerð með því að láta allt greiningarferlið fara fram en sleppa sýninu einu.
- 4.7. Þegar um lífgreiningaraðferðir er að ræða skal sannreyna með prófun að öll glervara og allir leysar, sem eru notuð við efnagreiningu, séu laus við efnasambönd sem trufla greiningu markefnasambanda á mælisviðinu. Hreinsa skal glervöru með leysum eða hitameðhöndla hana á því hitastigi sem hentar til að fjarlægja snefilmagn PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra efnasambanda og truflandi efnasambanda af yfirborði hennar.
- 4.8. Magn sýnisins, sem er notað við útdráttinn, skal nægja til að uppfylla kröfurnar að því er varðar nógu lágt mælisvið, þ.m.t. styrkgildin sem mælingar miðast við.
- 4.9. Þær sértæku verklagsreglur um undirbúning sýna, sem eru notaðar vegna varanna sem hér er um að ræða, skulu fylgja alþjóðlega viðurkenndum viðmiðunarreglum.
5. **Kröfur sem varða rannsóknarstofur**
  - 5.1. Í samræmi við ákvæði reglugerðar (EB) nr. 882/2004 skal viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við ISO-leiðbeiningar 58, faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við greiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum EN ISO/IEC 17025.
  - 5.2. Hæfni rannsóknarstofa er staðfest hafi þær tekið samfelldan og árangursríkan þátt í fjölsetra rannsóknum við ákvörðun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnaefnivið fôðurs og á viðkomandi styrkbilum.
  - 5.3. Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina, hvort tveggja til gæðaeftirlits og til staðfestingar á niðurstöðum úr greiningu grunsamlegra sýna.
6. **Grunnkröfur, sem uppfylla skal við efnagreiningar á díoxínum (PCDD-/PCDF-efnum) og díoxínlíkum PCB-efnum**
  - 6.1. *Lágt mælisvið og magngreiningarmörk*

Sökum þess að sum þessara efnasambanda eru mjög eitrað skal greinanlegt magn PCDD-/PCDF-efna vera í efra styrkbili á stærðarþrepinu femtógramm ( $10^{-15}$  g). Fyrir flestar efnamyndir PCB-efna nægir að magngreiningarmörkin séu á stærðarþrepinu nanógramm ( $10^{-9}$  g). Við mælingar á enn eitraðri efnamyndum díoxínlíkra PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal neðri hluti mælisviðsins ná lágum styrkbilum á stærðarþrepinu píkógramm ( $10^{-12}$  g). Fyrir allar aðrar efnamyndir PCB-efna nægir að magngreiningarmörkin séu á stærðarþrepinu nanógramm ( $10^{-9}$  g).
  - 6.2. *Mikil valvísí (sérvirkni).*
    - 6.2.1. Nauðsynlegt er að greina PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni frá fjölmörgum öðrum efnasamböndum sem eru dregin út með þeim, kunna að hafa truflandi áhrif á mælinguna og eru fyrir hendi í styrk sem getur verið mörgum stærðarþrepum hærrí en styrkur greiniefnanna sem eru til mælinga. Fyrir gasgreiningar-/massagreiningaraðferðir er nauðsynlegt að greina milli mismunandi efnamynda, s.s. milli eitraðra efnamynda (t.d. milli hinna sautján PCDD-/PCDF-efna með sethópa í 2,3,7,8-stöðu og tólf díoxínlíkra PCB-efna) og annarra efnamynda.
    - 6.2.2. Með lífgreiningaraðferðum skal vera unnt að greina markefnasamböndin sem summu PCDD-/PCDF-efna og eða díoxínlíkra PCB-efna. Hreinsun sýna skal miða að því að fjarlægja efnasambönd, sem gefa niðurstöður sem eru í falsósamræmi við kröfur, eða efnasambönd sem gætu minnkað svörunina og gefið þannig niðurstöður sem eru í falssamræmi við kröfur.
  - 6.3. *Mikil nákvæmni (réttleiki og samkvæmni, sýndarendurheimt í lífgreiningu)*
    - 6.3.1. Ákvörðunin skal veita fullnægjandi mat á raunverulegum styrk í sýni í gas- og massagreiningum. Mikil nákvæmni er nauðsynleg til að komast megi hjá því að þurfa að hafna niðurstöðum úr greiningu sýnis á grundvelli þess að ákvarðað TEQ-gildi er óáreiðanlegt. Nákvæmni er gefin upp sem réttleiki (munurinn á mældu meðalgildi fyrir greiniefni í vottuðu efni og staðfestu gildi fyrir það, gefinn upp sem hundraðshluti þessa gildis) og samkvæmni (hlutfallslegt staðalfrávik ( $RSDR_R$ ), reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði).



6.3.2. Sýndarendurheimt í lífgreiningu skal ákvörðuð fyrir lífgreiningaraðferðir. Sýndarendurheimt í lífgreiningu skal reiknuð frá viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum þann styrk, sem mælingar miðast við, og gefin upp sem hlutfall BEQ-gildis í samanburði við TEQ-gildið. Með henni er reynt að leiðrétta þætti eins og tap á PCDD-efnum (fjölklóruðum díbensóparadíoxínum) og PCDF-efnum (fjölklóruðum díbensófurónum) og díoxínlikum efnasamböndum á útdráttar- og hreinsunarstigi, efnasambönd sem eru dregin út með þeim og auka eða minnka svörum (meðverkandi og mótverkandi áhrif), gæði ferilaðlögunar eða muninn á milli gilda fyrir eiturjafngildisstuðul og fyrir hlutfallslega virkni. Sýndarendurheimt í lífgreiningu er reiknuð út frá viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum þann styrk sem mælingar miðast við.

6.4. *Fullgilding á því styrkbili, sem mælingar miðast við, og almennar gæðaeftirlitsráðstafanir*

6.4.1. Sýna skal á rannsóknarstofum fram á nothæfi aðferðar, innan ramma fullgildingar og/eða við reglulega greiningu, á því styrkbili sem mælingar miðast við, t.d. 0,5 sinnum, 1 sinni og 2 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við, með viðunandi fráviksstuðli við endurtekna greiningu.

6.4.2. Það skal vera liður í innra gæðaeftirliti að fram fari regluleg greining á blanksýnum og athuganir á endurheimtum með íbótum eða greining viðmiðunarsýna (einkum ef völ er á vottuðu viðmiðunarefni). Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir samanburðarblanka, athuganir á endurheimtum með íbótum eða greiningu viðmiðunarsýna og yfirfara þau til að tryggja að niðurstaðan sé í samræmi við kröfurnar.

6.5. *Magngreiningarmörk*

6.5.1. Ekki er ófrávikjanleg krafa að sett séu magngreiningarmörk fyrir lífgreiningaraðferð til skimunar en þó skal sannað að með aðferðinni sé unnt að greina á milli blankgildisins og þröskuldsgildisins. Í tengslum við ákvörðun á BEQ-gildi skal fastsetja tilkynningarstig þegar um er að ræða sýni sem gefa svörum sem er undir því stigi. Staðfesta þarf að tilkynningarstigið greini sig frá blanksýnum aðferðarinnar, a.m.k. með stuðlinum þremur, með svörum sem er fyrir neðan mælisviðið. Því skal reikna það út frá sýnum þar sem innihald markefnasambandanna er í kringum tilskilinn lágmarksstyrk en ekki út frá hlutfalli milli merkis og suðs eða blanksýni greiningarinnar.

6.5.2. Magngreiningarmörk fyrir staðfestingaraðferð skulu vera u.þ.b. fimmtungur af þeim styrk sem mælingar miðast við.

6.6. *Greiningarviðmiðanir*

Til þess að niðurstöður úr staðfestingar- eða skimunargreiningum verði áreiðanlegar þarf að uppfylla eftirfarandi viðmiðanir fyrir TEQ-gildið eða BEQ-gildið, eftir því sem við á, hvort sem það er ákvarðað sem samanlögð TEQ-gildi (sem summa PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna) eða fyrir PCDD-/PCDF-efni og fyrir díoxínlik PCB-efni hvert í sínu lagi:

	Skimun með lífgreiningar- eða eðlisefnafraðilegum aðferðum	Staðfestingaraðferðir
Falssamræmishlutfall (*)	< 5%	
Réttleiki		- 20% til + 20%
Endurtekningarnákvæmni (RSD <sub>r</sub> )	< 20%	
Samanburðarnákvæmni innan stofu (RSD <sub>R</sub> )	< 25%	< 15%

(\*) að því er varðar hámarksgildi.

6.7. *Sértækar kröfur varðandi aðferðir til skimunar*

6.7.1. Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningu og lífgreiningaraðferðir. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðirnar skal uppfylla kröfurnar sem mælt er fyrir um í 7. lið. Mælt er fyrir um sértækar kröfur, að því er varðar aðferðir til lífgreiningar á frumum, í 8. lið.

6.7.2. Rannsóknarstofur, sem nota skimunaraðferðir í reglulegu eftirliti með sýnum, skulu stofna til náinnar samvinnu við rannsóknarstofur sem nota staðfestingaraðferðina.

6.7.3. Krafist er sannprófunar á nothæfi skimunaraðferðarinnar, á meðan á reglubundinni greiningu stendur yfir, með gæðaeftirliti og viðvarandi fullgildingu aðferðarinnar. Samfelld áætlun til eftirlits með niðurstöðum, sem sýna að farið sé að ákvæðum, þarf að vera fyrir hendi.

6.7.4. Eftirlit með hugsanlegri bælingu á frumusvörun og með frumueiturhrifum:

Við reglubundna skimun skal mæla 20% sýnisútdráttanna, með og án þess að bæta 2,3,7,8-tetraklórdibensó-p-díoxíni við í þeim styrk sem mælingar miðast við, til að sannreyna hvort truflandi efni í sýnisútdrættinum bæli hugsanlega svörunina. Mældur styrkur íbætta sýnisins skal borinn saman við summuna af styrk óíbætta útdráttarins plús styrk íbótárinna. Ef þessi mældi styrkur er meira en 25% undir reiknaða styrknum (summunn), bendir það til hugsanlegrar bælingar á mælimerki og þá þarf viðkomandi sýni að fá staðfestingargreiningu með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn. Vakta skal niðurstöður með gæðaeftirlitsskipurinum.

6.7.5. Gæðaeftirlit með sýnum sem samræmast kröfum:

Staðfesta skal u.þ.b. 2–10% sýna, sem eru í samræmi við ákvæði, með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn og fer fjöldi sýnanna eftir sýnaefni við og reynslu rannsóknarstofu.

6.7.6. Greining falssamræmishlutfalls á grundvelli gæðaeftirlitsgagna:

Ákvarða skal falssamræmishlutfall niðurstaðna úr skimun sýna sem eru undir og yfir hámarksgildi eða aðgerðarmörkum. Raunveruleg falssamræmishlutföll skulu vera minni en 5%. Þegar minnst 20 staðfestar niðurstöður fyrir hvern sýnaefni við/sýnaefni viðarhóp eru tiltækar úr gæðaeftirliti með sýnum sem eru í samræmi við kröfur skal draga ályktanir um falssamræmishlutfallið á grundvelli þessa gagnasafns. Niðurstöður úr sýnum, sem voru greind í hringprófunum eða við mengunaratvik og ná yfir styrkbil allt að t.d. tvöföldu hámarksgildi, mega einnig vera hluti þeirra minnst 20 niðurstaðna sem lagðar eru til grundvallar mati á falssamræmishlutfallinu. Sýnin skulu ná yfir algengustu efnamyndamynstrin og koma úr mismunandi mengunarpöppretum.

Þó að tilgangur skimunargreiningar skuli aðallega vera sá að greina sýni sem fara yfir aðgerðarmörk er hámarksgildið viðmiðunin fyrir ákvörðun falssamræmishlutfallsins, að teknu tilliti til mælióvissu staðfestingaraðferðarinnar.

6.7.7. Ávallt skal sannprófa sýni úr skimun, sem eru hugsanlega ekki í samræmi við kröfur, með staðfestingargreiningu (gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn). Einnig má nota má þessi sýni til að meta hlutfall niðurstaðna sem eru í falsósamræmi við kröfur. Að því er varðar aðferðir til skimunar er hlutfall niðurstaðna sem eru í falsósamræmi við kröfur sá hluti niðurstaðna sem staðfest hefur verið með staðfestingargreiningu (gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn) að sé í samræmi við kröfur þótt úrskurðað hafi verið við fyrri skimun að grunur væri um að sýnið væri í ósamræmi við kröfur. Mat á hagkvæmni skimunaraðferðarinnar skal byggjast á samanburði á fjölda sýna, sem eru í falsósamræmi við kröfur, og heildarfjölda rannsakaðra sýna. Þetta hlutfall skal vera nógu lítið til að skimun verði hagkvæm.

6.7.8. Með lífgreiningaraðferðum skal, a.m.k. við fullgildingarskilyrði, vera unnt að gefa gilda visbendingu um TEQ-gildið, reiknað og gefið upp sem lífgreiningarjafngildi.

Varðandi lífgreiningaraðferðir, sem eru notaðar við endurtekningarnákvæm skilyrði, er hlutfallslegt staðalfrávik við innanstofuskilyrði (RSD<sub>i</sub>) almennt minna en hlutfallslegt staðalfrávik við samanburðarnákvæm skilyrði (RSD<sub>R</sub>).

7. Sérkröfur varðandi aðferðir með gasgreiningu og massagreiningu með mikilli upplausn sem uppfylla verður í tengslum við skimun og staðfestingu

7.1. Almennar kröfur

Mismunurinn á há- og lágreiknigildi skal ekki vera meiri en 20% fyrir föður þar sem mengunin er um 1 ng WHO-TEQ/kg afurðar með 12%-rakainnihaldi (á grundvelli summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna). Ef mengun er minni, t.d. 0,5 ng WHO-TEQ/kg afurðar, má munurinn milli há- og lágreiknigilda vera 25–40%.

7.2. Eftirlit með endurheimtum

7.2.1. Bæta verður við innri stöðlum, í formi <sup>13</sup>C-merktra PCDD-/PCDF-efna, með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu, og innri stöðlum í formi <sup>13</sup>C-merktra díoxínlíkra PCB-efna, strax í upphafi efnagreiningarinnar, þ.e. áður en útdráttur fer fram, til að fullgilda greiningarferlið. Bæta þarf a.m.k. einni efnamynd við fyrir hvern tetra- til oktaklóraðan, samsvarandi hóp PCDD-/PCDF-efna og a.m.k. einni efnamynd fyrir hvern samsvarandi hóp díoxínlíkra PCB-efna (að öðrum kosti má bæta við a.m.k. einni efnamynd fyrir hvern valinn jónmassa sem er notaður við massagreiningu við vöktun á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum). Þegar um er að ræða staðfestingaraðferðir skal nota öll 17 <sup>13</sup>C-merktu PCDD-/PCDF-efnin, með sethópi í 2,3,7,8-stöðu, og öll 12 <sup>13</sup>C-merktu díoxínlíku PCB-efnin sem innri staðla.



- 7.2.2. Einnig skal, með því að nota viðeigandi kvörðunarlusnir, ákvarða hlutfallslega svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu <sup>13</sup>C-merktu, hliðstæðu efni er bætt við.
- 7.2.3. Fyrir föður bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem inniheldur minna en 10% fitu, er skylt að bæta innri stöðlunum við áður en útdráttur fer fram. Fyrir föður úr dýraríkinu, sem inniheldur meira en 10% fitu, skal bæta innri stöðlunum við, annaðhvort áður eða eftir að fita hefur verið dregin út. Skilvirkni útdráttarinnar skal staðfest á viðeigandi hátt eftir því á hvaða stigi innri stöðlum er bætt við og eftir því hvort niðurstöðurnar eru gefnar upp í hlutfalli við vöru eða fituinnihald.
- 7.2.4. Fyrir gas- eða massagreiningu verður að bæta við einum eða tveimur endurheimtarstöðlum (staðgöngustöðlum).
- 7.2.5. Nauðsynlegt er að hafa eftirlit með endurheimtum. Að því er varðar staðfestingaraðferðir skulu endurheimtur einstakra, innri staðla vera á bilinu 60–120%. Endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir mega bæði vera minni og meiri, einkum þegar um er að ræða tiltekin hepta- og oktaflórúð díbensó-p-díoxín og díbensófurón, með því skilyrði að hlutdeild þeirra í TEQ-gildinu fari ekki yfir 10% af samanlögðum TEQ-gildum (á grundvelli summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna). Að því er varðar skimunaraðferðir skulu endurheimtur vera á bilinu 30 til 140%.

### 7.3. Fjarlæging truflandi efna

Aðgreining PCDD-/PCDF-efna frá klórúðum efnasamböndum sem hafa truflandi áhrif, s.s. ódíoxínlíkum PCB-efnum og klórúðum dífenýleterum, skal gerð með heppilegum skiljunaraðferðum (helst á flórisís-, súrál- og/eða kolefnissúlu).

Aðgreining hverfna með gasgreiningu skal vera < 25% af fjarlægð milli toppa 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF.

### 7.4. Kvörðun með staðalferli

Svið kvörðunarferils skal ná yfir viðeigandi styrkbil sem mælingar miðast við.

## 8. Sértekur kröfur varðandi lífgreiningaraðferðir

„Lífgreiningaraðferðir“: aðferðir, s.s. frumumíðaðar greiningar, viðtakgreiningar eða ónæmismælingar, sem byggjast á líffræðilegum meginreglum. Í þessum 8. lið eru settar fram kröfur varðandi lífgreiningaraðferðir.

Með aðferð til skimunar er sýni að jafnaði flokkað eftir því hvort það samræmist kröfum eða hvort grunur sé um að það sé í ósamræmi við kröfur. Til þess er reiknaða lífgreiningarjafngildið borið saman við þröskuldsgildið (sbr. 8.3). Sé sýni undir þröskuldsgildinu telst það í samræmi við kröfur, sé sýni við eða yfir þröskuldsgildinu er grunur um að það sé í ósamræmi við kröfur og þarfnist greiningar með staðfestingaraðferð. Í raun getur lífgreiningarjafngildi, sem samsvarar 2/3 af hámarksgildi, nýst sem hentugasta þröskuldsgildið sem tryggir að falssamræmishlutfall haldist undir 5% og að hlutfall niðurstaðna, sem eru í falsósamræmi við kröfur, sé viðunandi. Þar eð hámarksgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni og fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna eru mismunandi þá útheimtir eftirlit, án þættingar, með samræmi sýnanna viðeigandi lífgreiningarþröskuldsgildi fyrir PCDD-/PCDF-efni. Við eftirlit með sýnum, sem fara yfir aðgerðarmörk, hentar að nota viðeigandi hlutfall viðkomandi styrks, sem mælingar miðast við, sem þröskuldsgildi.

Ef um er að ræða tilteknar lífgreiningaraðferðir má þar að auki tilgreina leiðbeinandi gildi, gefið upp sem lífgreiningarjafngildi, fyrir sýni sem eru á mælisviðinu og fara yfir tilkynningarstigið (sbr. 8.1.1 og 8.1.6).

### 8.1. Mat á svörum úr prófun

#### 8.1.1. Almennar kröfur

Þegar styrkgildi eru reiknuð út frá kvörðunarferli tetraklórúðdíbensó-p-díoxíns sýna gildin á neðri og efri hluta ferilsins mikil frávik frá ferlinum (hár fráviksstuðull (CV)). Mælisviðið er sviðið þar sem þessi fráviksstuðull er undir 15%. Neðri endi mælisviðs (tilkynningarmörk) skal fastsettur yfir blanksýnum aðferðarinnar (a.m.k. með stuðlinum þremur). Efri hluti mælisviðs er venjulega gefinn upp með EC<sub>70</sub>-gildi (70% hámarksþrífstyrks) en lægra gildi ef fráviksstuðullinn er hærri en 15% á því styrkbili. Mælisviðið skal fastsett við fullgildingu. Þröskuldsgildi (sbr. lið 8.3) þurfa að liggja vel innan mælisviðsins.

Staðallausnir og sýnisútdráttir skal prófa a.m.k. tvisvar. Þegar prófað er tvöfalt skal staðallausn eða viðmiðunarútdráttarlausn, sem er prófuð í 4–6 holum sem eru dreifðar um bakkann, gefa svörum eða styrk (einingis hægt á mælisviðinu) sem grundvallast á fráviksstuðli sem er < 15%.

### 8.1.2. Kvörðun

#### 8.1.2.1. Kvörðun með staðalferli

Áætla skal innihald í sýnum með samanburði á svörum úr prófun við kvörðunarferil fyrir 2,3,7,8-tetraklórúðdíbensó-p-díoxín (TCDD) (eða PCB 126 eða staðlaða blöndu úr PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum) til að reikna út lífgreiningarjafngildið í útdráttarlausninni og því næst í sýninu.

- Kvörðunarferlar skulu ná yfir 8–12 styrkgildi (a.m.k. í tvöföldum prófunum) og vera með nægilega mörg styrkgildi á neðri hluta ferilsins (mælisvið). Gefa skal sérstakan gaum að gæðum ferilaðlögunar á mælisviðinu. Þegar mátgæði í ólínulegu aðhvarfi eru metin nýtist R<sup>2</sup>-gildið sem slíkt lítið sem ekkert. Betri aðlögun næst með því að lágmarka muninn á milli reiknaðra og mældra gilda á mælisviði ferilsins (t.d. með því að lágmarka summu kvaðratsleifa).
- Metinn styrkur í sýnisútdrættinum er því næst leiðréttur fyrir lífgreiningarjafngildið, sem er reiknað fyrir sýnaefniviðar-/leysiblanksýni (til að taka tillit til óhreininda frá leysum og íðefnum sem eru notuð), og sýndarendurheimt (reiknuð út frá lífgreiningarjafngildi í hentugum viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum það styrkbil sem mælingar miðast við). Til að framkvæma leiðréttingu fyrir endurheimt þarf sýndarendurheimt að vera innan tilskilins sviðs (sjá lið 8.1.4). Viðmiðunarsýni, sem eru notuð til að leiðrétta fyrir endurheimt, skulu vera í samræmi við kröfur sem mælt er fyrir um í lið 8.2.

#### 8.1.2.2. Kvörðun með viðmiðunarsýnum

Annar kostur er að nota kvörðunarferil sem er búinn til úr a.m.k. fjórum viðmiðunarsýnum (sbr. lið 8.2.4: eitt sýnaefniviðarblanksýni plús þrjú viðmiðunarsýni sem eru 0,5 sinnum, 1,0 sinni og 2,0 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við) í kringum styrkinn sem mælingar miðast við og þar með er leiðrétting fyrir blanksýni og endurheimt orðin óþörf. Í því tilviki má reikna prófunarsvörunina, sem samsvarar 2/3 af hámarksildinu (sbr. lið 8.3), beint út frá þessum sýnum og nota hana sem þröskuldsgildi. Við eftirlit með sýnum, sem fara yfir aðgerðarmörk, hentar að nota viðeigandi hlutfall þessara aðgerðarmarka sem þröskuldsgildi.

#### 8.1.3. PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni ákvörðuð hvert í sínu lagi

Skipta má útdráttum í hluta sem innihalda PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni, sem gerir kleift að tilgreina TEQ-gildi (gefin upp sem lífgreiningarjafngildi) fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni hvert í sínu lagi. Helst skal nota PCB 126 staðlaðan kvörðunarferil til að meta niðurstöður fyrir þann hluta sem inniheldur díoxínlik PCB-efni.

#### 8.1.4. Sýndarendurheimtur í lífgreiningu

„Sýndarendurheimt í lífgreiningu“ skal reiknuð frá viðeigandi viðmiðunarsýnum með dæmigerðum efnamyndamynstrum í kringum þann styrk, sem mælingar miðast við, og gefin upp sem hlutfall BEQ-gildis í samanburði við TEQ-gildið. Eftir því hvaða tegund magngreiningar eða eiturjafngildisstuðla (\*\*\*\*\*<sup>1</sup>) er notuð getur munurinn á milli gilda fyrir eiturjafngildisstuðul og hlutfallslegan virknistuðul (e. *REP factor*) fyrir díoxínlik PCB-efni valdið lágum sýndarendurheimtum fyrir díoxínlik PCB-efni í samanburði við PCDD-/PCDF-efni. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skulu því sýndarendurheimtur í lífgreiningu vera: 25–60% fyrir díoxínlik PCB-efni og 50–130% fyrir PCDD-/PCDF-efni (þessi styrkbil gilda fyrir kvörðunarferil 2,3,7,8-tetraklórðibensó-p-díoxíns). Þar eð hlutdeild díoxínlikra PCB-efna í summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna getur verið mismunandi eftir sýnaefniviði og sýnum þá endurspeglar sýndarendurheimtur í lífgreiningu á summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlikra PCB-efna þennan breytileik og skulu vera á bilinu 30–130%. Ef verulegar breytingar eru gerðar á TEF-gildum fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni í löggjöf Sambandsins er nauðsynlegt að endurskoða þessi styrkbil.

(\*\*\*\*\*<sup>1</sup>) Gildandi kröfur byggjast á eiturjafngildisstuðlunum sem eru birtir í: M. Van den Berg et al., *Toxicol Sci* 93 (2), 223–241 (2006).

#### 8.1.5. Viðmiðanir fyrir eftirlit með endurheimtum eftir hreinsun

Á meðan á fullgildingu stendur skal kanna tap á efnasamböndum við hreinsun. Blanksýni, íbætt með blöndu mismunandi efnamynda, skal hreinsað (a.m.k. n = 3) og endurheimtin og breytileikinn prófuð með gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn. Endurheimt skal vera á bilinu 60–120%, sérstaklega fyrir efnamyndir með meira en 10% hlutdeild í TEQ-gildinu í mismunandi blöndum.

#### 8.1.6. Tilkynningarmörk

Þegar tilkynna á lífgreiningarjafngildi skal nota viðeigandi sýnaefnivið með dæmigerðum efnamyndamynstrum til að ákvarða tilkynningarmörk en ekki kvörðunarferil staðlanna þar eð nákvæmni er lítil fyrir neðri hluta ferilsins. Taka skal tillit til áhrifa útdráttar og hreinsunar. Tilkynningarmörk þurfa að vera fastsett yfir blanksýnum aðferðarinnar, a.m.k. með stuðlinum þremur.

#### 8.2. Notkun viðmiðunarsýna

- 8.2.1. Viðmiðunarsýni skulu endurspeglar sýnaefnivið, efnamyndamynstur og styrkbil fyrir PCDD-/PCDF-efni og díoxínlik PCB-efni í kringum þau gildi eða mörk sem mælingar miðast við.
- 8.2.2. Í hverri prófunarröð skulu vera blanksýni sýnaefniviðar, eða, ef það er ekki mögulegt, blanksýni aðferðarinnar, og viðmiðunarsýni í þeim styrk sem mælingar miðast við. Þessi sýni skulu dregin út og prófuð samtímis við sömu skilyrði. Viðmiðunarsýnið verður að sýna greinilega hækkaða svörun í samanburði við blanksýnið og þar með tryggja hæfi prófunarinnar. Nota má þessi sýni fyrir blanksýnis- og endurheimtaleiðréttingu.

8.2.3. Viðmiðunarsýni, sem hafa verið valin fyrir framkvæmd endurheimtaleyðréttingar, skulu vera dæmigerð fyrir prófunarsýnin, sem þýðir að efnamyndamynstur mega ekki leiða til þess að innihaldið sé vanmetið.

8.2.4. Bæta skal við viðmiðunarsýnum sem eru t.d. 0,5 sinnum og 2 sinnum styrkurinn, sem mælingarnar miðast við, til að sýna fram á nothæfi prófunarinnar á því styrkbili, sem mælingar miðast við, vegna eftirlits með styrknum sem mælingar miðast við. Þessi sýni má nota í sameiningu til að reikna lífgreiningarjafngildin í prófunarsýnum (sbr. lið 8.1.2.2)

### 8.3. Ákvörðun þröskuldsgilda

Ákvarða skal tengslin á milli niðurstaðna úr lífgreiningu, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ), og niðurstaðna úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, gefnar upp sem eiturjafngildi (TEQ), t.d. með kvörðunartilraunum, miðuðum að sýnaefnivíði, þar sem íbætt prófunarsýni eru 0, 0,5 sinni, 1 sinni og 2 sinnum hámarksildið, með sex endurtekningum fyrir hvert gildi (n = 24). Áætla má leyðréttingarstuðla (blanksýni og endurheimt) út frá þeim tengslum en þeir skulu athugaðir í samræmi við lið 8.2.2.

Fastsetja skal þröskuldsgildi til að unnt sé að skera úr um hvort sýni sé í samræmi við hámarksgildi eða ef sannreyna á hvort sýni sé í samræmi við aðgerðarmörk, ef við á, og skulu þau taka mið af þeim gildum og mörkum sem sett eru fyrir annaðhvort PCDD-/PCDF-efni og díoxínlík PCB-efni ein og sér eða fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna. Þau koma fram sem *neðri* mörkin á dreifingu lífgreiningarniðurstaðna (leiðrétt fyrir blanksýni og endurheimt), sem samsvara ákvörðunarmörkum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér falssamræmishlutfall sem er < 5%, og  $RSD_R < 25\%$ . Ákvörðunarmörk fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn eru hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Reikna má þröskuldsgildið (gefið upp sem lífgreiningarjafngildi) með einni af aðferðunum sem settar eru fram í liðum 8.3.1, 8.3.2 og 8.3.3 (sjá mynd 1):

8.3.1. Notkun *neðri* hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörk fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn:

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

þar sem:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  lífgreiningarjafngildi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, sem er hámarksgildið að teknu tilliti til mælióvissu

$s_{y,x}$  staðalfrávik leifar

$t_{\alpha, f=m-2}$  t-dreifing ( $\alpha = 5\%$ ,  $f =$  frítölur, einsíða)

$m$  heildarfjöldi kvörðunarpunkta (stuðull  $j$ )

$n$  fjöldi endurtekninga fyrir hvert gildi

$x_i$  styrkur sýnis, úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn (gefinn upp sem eiturjafngildi), fyrir kvörðunarpunkt  $i$

$\bar{x}$  meðalstyrkgildi (gefið upp sem eiturjafngildi) allra kvörðunarsýna

$Q_{xx} = \sum_{i=1}^m |x_i - \bar{x}|^2$  breyta kvaðratsummu,  $i =$  stuðull fyrir kvörðunarpunkt  $i$

8.3.2. Reiknað út frá lífgreiningarniðurstöðum (leiðréttum fyrir blanksýni og endurheimt) úr mörgum greiningum á sýnum ( $n \geq 6$ ) sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn, sem eru *neðri* mörkin á gagnadreifingunni við samsvarandi BEQ-meðalgildi:

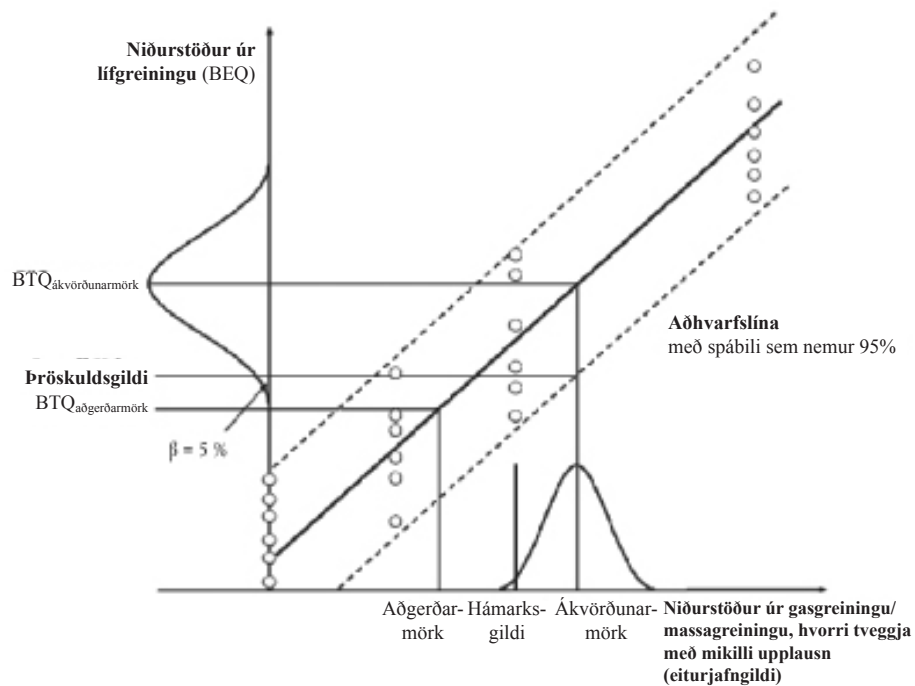
$$\text{Þröskuldsgildi} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

þar sem:

$\text{SD}_R$  staðalfrávik niðurstaðna úr lífgreiningu við  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$ , mælt við samanburðarnákvæm innanstofuskilyrði

8.3.3. Reiknað sem meðalgildi lífgreiningarniðurstaðna (gefið upp sem lífgreiningarjafngildi, leiðrétt fyrir blanksýni og endurheimt) úr mörgum greiningum á sýnum ( $n \geq 6$ ) sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar 2/3 af styrknum, sem mælingar miðast við, á grundvelli þeirrar athugunar að gildi þetta er oftast í kringum þröskuldsgildi, sem er ákvarðað samkvæmt lið 8.3.1 eða 8.3.2:

Mynd 1



Útreikningur á þröskuldsgildum miðað við 95% öryggisstig, sem felur í sér að falssamræmishlutfall sé  $< 5\%$  og  $RSD_R < 25\%$ : 1. úr *neðri* hluta 95% spábilsins við ákvörðunarmörkin fyrir gasgreiningu/massagreiningu, hvor tveggja með mikilli upplausn, 2. úr mörgum greiningum á sýnum ( $n \geq 6$ ), sem hafa verið menguð með innihaldi sem samsvarar ákvörðunarmörkunum fyrir gasgreiningu/massagreiningu, hvor tveggja með mikilli upplausn, sem *neðri* mörk gagnadreifingar (sýnd í myndinni með normalferli) við samsvarandi BEQ-meðalgildi.

#### 8.3.4. Takmarkanir varðandi þröskuldsgildi:

Þröskuldsgildi, byggð á lífgreiningarjafngildi og reiknuð út frá  $RSD_R$  sem fæst við fullgildingu með því að nota takmarkaðan fjölda sýna með mismunandi sýnaefnivíðar-/efnamyndamynstrum, geta verið hærrí en gildin, sem mælingar miðast við og byggjast á eiturjafngildi, vegna meiri nákvæmni en næst við reglubundnar greiningar við eftirlit með óþekktri breidd hugsanlegra efnamyndamynstra. Í þeim tilvikum skal reikna þröskuldsgildi út frá  $RSD_R$  sem samsvarar 25% eða helst tveimur þriðju hlutum þess styrks sem mælingar miðast við.

#### 8.4. Gæðakröfur

- 8.4.1. Gera skal prófanir á endurteknigarnákvæmni lífgreiningaraðferða svo að fá megi upplýsingar um fráviksstuðulinn innan einnar prófunarsyrpu og inn á milli prófunarsyrpa. Endurteknigarnákvæmni skal vera undir 20%, samanburðarnákvæmni innan stofu undir 25%. Því til grundvallar skulu liggja gildi, reiknuð sem lífgreiningarjafngildi, eftir leiðréttingu fyrir blanksýni og endurheimt.
- 8.4.2. Tilskilinn liður í fullgildingarferlinu er að sýna fram á að með prófuninni sé unnt að greina á milli blanksýnis og styrks við þröskuldsgildi en það gerir kleift að sanngreina sýni fyrir ofan samsvarandi þröskuldsgildi (sbr. lið 8.1.2).
- 8.4.3. Skilgreina skal markefnasambönd, hugsanlegar truflanir og viðunandi hámarksgildi fyrir blanksýni.
- 8.4.4. Hundradshlutfall staðalfráviks í svörum eða styrk, sem reiknast út frá svöruninni (eingöngu hægt á mælisviði) í þrefaldri ákvörðun sýnisútdráttar, skal ekki vera yfir 15%.
- 8.4.5. Nota skal óleiðrétta niðurstöður úr viðmiðunarsýninu eða -sýnunum, gefnar upp sem lífgreiningarjafngildi (blanksýni og styrkur sem mælingar miðast við), til að meta nothæfi lífgreiningaraðferðarinnar á föstu tímabili.
- 8.4.6. Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir blanksýni aðferðarinnar og fyrir hverja gerð viðmiðunarsýnis og yfirfara það til að tryggja að nothæfi greiningarinnar sé í samræmi við kröfur, einkum varðandi blanksýni aðferðarinnar, þegar um er að ræða kröfur um lágmarksmun miðað við neðri hluta mælisviðsins, og fyrir viðmiðunarsýni þegar um er að ræða samanburðarnákvæmni innan stofu. Hafa skal eftirlit með blanksýnum aðferðarinnar til að koma í veg fyrir niðurstöður, sem eru í falssamræmi við kröfur, þegar blanksýnin eru dregin frá.

- 8.4.7. Niðurstöðum úr gasgreiningu/massagreiningu með mikilli upplausn á grunsamlegum sýnum og 2–10% sýnanna, sem eru í samræmi við kröfur (lágmark 20 sýni fyrir hvern sýnaefnivið), skal safnað saman og þær notaðar til að meta nothæfi skimunaraðferðarinnar og tengslin á milli BEQ- og TEQ-gilda. Gagnasafn þetta má nota til að endurmeta þröskuldsgildi sem gilda fyrir reglubundin sýni úr fullgiltum sýnaefniviði.
- 8.4.8. Einnig má sýna fram á nothæfi aðferðarinnar með hringprófunum. Geti rannsóknarstofa sýnt fram á góðan árangur má, þegar falssamræmishlutfallið er metið, bæta við niðurstöðum úr sýnum sem voru greind í hringprófunum og ná yfir styrkbil sem er allt að t.d.  $2 \times$  hámarksgildi. Sýnin skulu ná yfir algengustu efnamyndamynstur úr ólíkum uppsprettum.
- 8.4.9. Í mengunarátvikum má endurmeta þröskuldsgildin til að endurspegla tiltekinn sýnaefnivið og efnamyndamynstur viðkomandi atviks.

## 9. Skýrslur um niðurstöður

### 9.1. Staðfestingaraðferðir

- 9.1.1. Að því marki sem greiningaraðferðin leyfir skal styrkur einstakra PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efnamynda koma fram í greiningarniðurstöðum sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi til þess að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður svo að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.
- 9.1.2. Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra PCB-efna og fituefna.
- 9.1.3. Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í lið 7.2.5, ef þær eru hærrí en hámarksgildið, svo og ef eftir því er leitað.
- 9.1.4. Þar eð taka skal tillit til óvissu í mælingum þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal gerð grein fyrir þessum þætti. Þess vegna skal gefa niðurstöður úr greiningum upp sem  $x \pm U$  þar sem  $x$  er niðurstaða greiningarinnar og  $U$  er útvíkkaða mælióvissan, reiknuð með þekjustuðlinum 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig. Ef PCDD-/PCDF-efni og díoxínlíkra PCB-efni eru ákvörðuð hvert í sínu lagi skal nota summu áætlaðrar, útvíkkaðrar mælióvissu fyrir mismunandi niðurstöður greininga á PCDD-/PCDF-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum þegar áætluð, útvíkkuð mælióvissa er tilgreind fyrir summu PCDD-/PCDF-efna og díoxínlíkra PCB-efna.
- 9.1.5. Ef tekið er tillit til óvissu í mælingum með því að beita ákvörðunarmörkunum ( $CC\alpha$ ) (eins og lýst er í lið 2.2) skal greina frá þessum þætti.
- 9.1.6. Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með a.m.k. sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB.

### 9.2. Lífgreiningaraðferðir til skimunar

- 9.2.1. Þegar niðurstöður skimunar eru gefnar upp skal tilgreina hvort þær séu í samræmi við kröfur eða hvort grunur sé um að þær séu í ósamræmi við kröfur (sú „grunsamlegar“).
- 9.2.2. Þar að auki má tilgreina niðurstöðu fyrir PCDD-/PCDF-efni og/eða díoxínlíkra PCB-efni, gefin upp sem lífgreiningarjafngildi (BEQ) en ekki eiturjafngildi (TEQ).
- 9.2.3. Sé mælióvissa varðandi reiknað BEQ-gildi tilgreind, t.d. sem staðalfrávik, þarf að liggja því til grundvallar a.m.k. þreföld greining sýnisins, þ.m.t. útdráttur, hreinsun og ákvörðun prófunarniðurstöðu.
- 9.2.4. Sé sýni með svörun undir tilkynningarmörkunum skal það gefið upp sem undir tilkynningarmörkunum.
- 9.2.5. Fyrir hverja gerð af sýnaefniviði skal koma fram í skýrslunni styrkurinn sem mælingar miðast við og sem matið grundvallast á.
- 9.2.6. Í skýrslunni skal koma fram gerð prófunar sem notuð var, grundvallarregla hennar og tegund kvörðunar.
- 9.2.7. Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCDD-/PCDF-efna, díoxínlíkra PCB-efna og fituefna.

## III. KAFLI

### Undirbúningur sýna og kröfur varðandi greiningaraðferðir sem eru notaðar við opinbert eftirlit með innihaldi ódíoxínlíkra PCB-efna (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180)

#### 1. Gildandi greiningaraðferðir

Gasgreining/greining með rafeindahremmingu (GC/ECD), gasgreining/massagreining með litilli upplausn (GC/LRMS), gasgreining með tvöfaldri massagreiningu (GC/MS-MS), gasgreining/massagreining með mikilli upplausn (GC/HRMS) eða jafngildar aðferðir.

## 2. Sanngreining og staðfesting greiniefna sem eru til mælinga

- 2.1. Hlutfallslegur endurnýjunartími með tilliti til innri staðla eða viðmiðunarstaðla (leyfilegt frávik sem nemur +/- 0,25%).
- 2.2. Aðgreining, með gasgreiningu, á öllum PCB-efnavísunum sex (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 og PCB 180) frá truflandi efnunum, sérstaklega PCB-efnum sem skolest út samtímis, einkum þegar innihald sýnanna er í námunda við lögfest mörk og staðfesta verður að þau séu í ósamræmi við mörkin.

*Athugasemd:* Efnamyndir, sem skolest oft út samtímis, eru t.d. PCB 28/31, PCB 52/69 og PCB 138/163/164. Við gasgreiningu/massagreiningu þarf einnig að taka til athugunar hugsanlegar truflanir frá brotum efnamynda með herra klórhlutfalli.

### 2.3. Kröfur varðandi aðferðir með gas- og massagreiningu

Vöktun a.m.k.:

- tveggja tiltekinn jóna fyrir massagreiningu með mikilli upplausn
- tveggja tiltekinn jóna með  $m/z > 200$  eða þrjú tiltekinn jóna með  $m/z > 100$  fyrir massagreiningu með lítilli upplausn
- einnar móðurjónar og tveggja dótturjóna fyrir tvöfalda massagreiningu.

Hæstu leyfilegu vikmörk fyrir samsætuhlutfallið (e. *abundance ratio*) fyrir valdar niðurbrotsjónir:

Hlutfallslegt frávik fyrir samsætuhlutfallið fyrir valdar niðurbrotsjónir frá tilgetnu samsætuhlutfalli (e. *theoretical abundance*) eða kvörðunarstaðli fyrir markjón (sem er útbreiddasta jónin sem er vöktuð) og staðfestingarjón eða -jónum:

Hlutfallsleg þéttni staðfestingarjón(a) í samanburði við markjón	GC-EI-MS (hlutfallslegt frávik)	GC-CI-MS, GC-MS <sup>o</sup> (hlutfallslegt frávik)
> 50%	± 10%	± 20%
> 20% til 50%	± 15%	± 25%
> 10% til 20%	± 20%	± 30%
≤ 10%	± 50% (*)	± 50% (*)

(\*) Þar eð nægilegur fjöldi niðurbrotsjóna finnst með hlutfallslegri þéttni sem er > 10%, er ekki ráðlagt að nota staðfestingarjón eða -jónir með hlutfallslegri þéttni sem er minni en 10% í samanburði við markjónina.

### 2.4. Kröfur varðandi gasgreiningu/greiningu með rafeindahremmingu (GC/ECD):

Staðfesta skal niðurstöður, sem fara yfir vikmörk, með tveimur GC-súlum með stöðufösum með mismunandi skautun.

## 3. Sýnt fram á nothæfi aðferðarinnar

Nothæfi aðferðarinnar skal fullgilt innan þess styrkbils sem mælingar miðast við (0,5 til 2 sinnum styrkurinn sem mælingar miðast við), með viðunandi fráviksstuðli fyrir endurtekna greiningu (sjá kröfur varðandi samkvæmni innan stofu (e. *intermediate precision*) í 8. lið).

## 4. Magngreiningarmörk

Blankgildin skulu ekki fara yfir 30% þess mengunarstyrks sem samsvarar hámarksgildinu (\*\*\*\*\*).

(\*\*\*\*\*). Mælt er eindregið með því að hlutdeild prófefnisblanksýnis í innihaldi aðskotaefnis í sýni sé minni en það. Rannsóknarstofunni ber að hafa eftirlit með breytileika í gildum blanksýna, einkum ef gildi blanksýna eru dregin frá.

## 5. Gæðastjórnun

Reglulegt eftirlit með blanksýnum, greining íbættra sýna, gæðaeftirlitssýni, þáttaka í fjölsetra rannsóknum á viðkomandi sýnaefnivíði.



## 6. Eftirlit með endurheimtum

- 6.1. Nota skal viðeigandi innri staðla með eðlislefnafræðilegum eiginleikum sem eru sambærilegir við greiniefnin sem eru til mælinga.
- 6.2. Viðbót innri staðla:  
Viðbót við vörur (á undan útdrætti og hreinsunarferli),
- 6.3. Kröfur varðandi aðferðir þar sem allir samsætumerktu PCB-efnamyndavísarnir sex eru notaðir:
- niðurstöður skulu leiðréttar fyrir endurheimtur innri staðla,
  - endurheimtur fyrir samsætumerkta innri staðla skulu vera á bilinu 50–120%,
  - minni eða meiri endurheimtur fyrir einstakar efnamyndir með minna en 10% hlutdeild í summu PCB-efnavísanna sex eru viðunandi.
- 6.4. Kröfur varðandi aðferðir sem ekki nota alla sex samsætumerktu innri staðlana eða aðra innri staðla:
- hafa skal eftirlit með endurheimt innri staðals eða staðla fyrir hvert sýni,
  - endurheimtur innri staðals eða staðla skulu vera á bilinu 60–120%,
  - niðurstöður skulu leiðréttar fyrir endurheimtur innri staðla.
- 6.5. Endurheimtur ómerktra efnamynda skal prófa með íbættum sýnum eða gæðaeftirlitssýnum á styrkbilinu sem mælingar miðast við. Endurheimtur fyrir þessar efnamyndir skulu teljast ásættanlegar á bilinu 70–120%.

## 7. Kröfur sem varða rannsóknarstofur

Í samræmi við ákvæði reglugerðar (EB) nr. 882/2004 skal viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við ISO-leiðbeiningar 58, faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við greiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum EN ISO/IEC 17025.

## 8. Nothæfiseiginleikar: Viðmiðanir fyrir summu PCB-efnavísanna sex í þeim styrk sem mælingar miðast við

Réttleiki	– 30% til + 30%
Samkvæmni innan stofu (e. <i>intermediate precision</i> ) (RSD %)	≤ 20%
Munur á milli útreiknings á lág- og háreiknigildi	≤ 20%

## 9. Skýrslur um niðurstöður

- 9.1. Að því marki sem greiningaraðferðin leyfir skal styrkur einstakra PCB-efnamynda koma fram í greiningar-niðurstöðum og skal tilgreindur sem lágreiknigildi, háreiknigildi og miðreiknigildi til þess að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður svo að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.
- 9.2. Í skýrslunni skal koma fram aðferðin sem notuð var við útdrátt PCB-efna og fituefna.
- 9.3. Gera skal grein fyrir tölum um endurheimtur einstakra innri staðla ef endurheimturnar eru utan þess bils sem um getur í 6. lið, ef þær eru hærri en hámarksgildið, svo og eftir því er leitað.
- 9.4. Þar eð taka skal tillit til óvissu í mælingum þegar tekin er ákvörðun um hvort sýni uppfylli viðmiðun skal einnig gerð grein fyrir þessum þætti. Þess vegna skal gefa niðurstöður úr greiningum upp sem x +/- U þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er útvíkkaða mælióvissan, reiknuð með þekjustaðlinum 2, sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig.
- 9.5. Ef tekið er tillit til óvissu í mælingum með því að beita ákvörðunarmörkunum (CC<sub>α</sub>) (eins og lýst er í lið 2.1 í I. kafla) skal greina frá þessum þætti.
- 9.6. Niðurstöðurnar skulu gefnar upp í sömu einingum og með a.m.k. sama fjölda marktækra tölustafa og hámarksgildin sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB.“