

РЕГЛАМЕНТ (ЕО) № 1883/2006 НА КОМИСИЯТА

от 19 декември 2006 година

за определяне на методи за вземане на проби и методи за анализ за целите на официалния контрол за съдържание на диоксин и диоксиноподобни полихлорирани бифенили (РСВ) в определени храни

(текст от значение за ЕИП)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Регламент (ЕО) № 882/2004 на Европейския парламент и на Съвета от 29 април 2004 г. относно официалния контрол, провеждан с цел осигуряване на проверка на съответствието със законодателството в областта на фуражите и храните и правилата за опазване здравето на животните и хуманното отношение към животните¹, и по-специално член 11, параграф 4 от него,

като има предвид, че:

- (1) В Регламент (ЕО) № 1881/2006 на Комисията от 19 декември 2006 г. за определяне на максимално допустимото количество на някои замърсители в храните² се предвижда максимално допустимо количество на диоксини и фурани и общо съдържание на диоксини, фурани и диоксиноподобни РСВ в някои храни.
- (2) В Директива 2002/69/ЕО на Комисията от 26 юли 2002 г. за установяване на методи за вземане на проби и методи за анализ за официалния контрол на диоксини и определяне на диоксиноподобни РСВ в храни³ се определят специфични разпоредби относно процедурата за вземане на проби и методите за анализ, които следва да се прилагат за целите на официалния контрол.
- (3) Прилагането на ново пределно допустимо общо съдържание на диоксини, фурани и диоксиноподобни РСВ налага да се измени Директива 2002/69/ЕО. С оглед по-голяма яснота би било по-добре Директива 2002/69/ЕО да бъде заменена с настоящия регламент.
- (4) Разпоредбите на настоящия регламент се отнасят единствено до вземането на проби и анализ на диоксини и диоксиноподобни РСВ с оглед прилагането на Регламент (ЕО) № 1881/2006 и не засягат стратегията за вземане на проби, нивата на пробите и честотата им, посочени в приложения III и IV към Директива 96/23/ЕО на Съвета от 29 април 1996 г. относно мерките за наблюдение на определени вещества и остатъци от тях в живи животни и животински продукти и за отмяна на Директиви 85/358/ЕИО и

¹ ОВ L 165, 30.4.2004 г., стр. 1, поправен в ОВ L 191, 28.5.2004 г., стр. 1. Регламент, изменен с Регламент (ЕО) № 776/2006 на Комисията (ОВ L 136, 24.5.2006 г., стр. 3).

² ОВ L 364, 20.12.2005 г., стр. 5.

³ ОВ L 209, 6.8.2002 г., стр. 5. Директива, последно изменена с Директива 2004/44/ЕО (ОВ L 113, 20.4.2004 г., стр. 17).

86/469/ЕИО и Решения 89/187/ЕИО и 91/664/ЕИО⁴. Те не засягат целевите критерии за вземане на проби, определени в Решение 98/179/ЕО на Комисията от 23 февруари 1998 г. за определяне на подробни правила за официално вземане на проби за наблюдение на определени вещества и остатъци в тях в живи животни и животински продукти⁵.

(5) За избор на проби със значителни нива на диоксини и диоксиноподобни РСВ следва да се използва широко признат и скринингов метод за селективно отсяване. Необходимо е нивата диоксини и диоксиноподобни РСВ в тези проби да се определят с потвърдителен метод за анализ. В тази връзка е необходимо създаването на стриктни изисквания по отношение на потвърдителните методи за анализ и минимални изисквания по отношение на метода за селективно отсяване.

(6) При вземане на проби от много големи риби е необходимо да се даде спецификация на вземането на проби, за да се гарантира хармонизиран подход на територията на цялата Общност.

(7) По отношение на риби от един и същи вид и с произход от един и същи регион нивото на диоксини и диоксиноподобни РСВ в рибите може да е различно в зависимост от размера и възрастта на рибата. Освен това не е задължително нивото на диоксини и диоксиноподобни РСВ да бъде еднакво във всички части на рибата. Затова, когато се вземат проби от риби, е необходимо да се даде спецификация на начина на вземане и подготовка на пробите с оглед гарантиране на хармонизиран подход на територията на цялата Общност.

(8) От основно значение е резултатите от анализа да бъдат представяни и тълкувани по еднакъв начин, за да се гарантира хармонизиран подход в прилагането на законодателството на територията на цялата Общност.

(9) Предвидените в настоящия регламент мерки са в съответствие със становището на Постоянния комитет по хранителната верига и здравето на животните,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

Вземането на проби за целите на официалния контрол на храни за съдържание на диоксини, фурани и диоксиноподобни РСВ, изброени в раздел 5 от приложението към Регламент (ЕО) № 1881/2006, се извършва в съответствие с методите, определени в приложение I към настоящия регламент.

Член 2

Подготовката на пробите и анализът за целите на официалния контрол на храни за съдържание на диоксини, фурани и диоксиноподобни РСВ, посочени в раздел 5 от

⁴ ОВ L 125, 23.5.1996 г., стр. 10. Директива, последно изменена с Регламент (ЕО) № 882/2004 на Европейския парламент и на Съвета (ОВ L 165, 30.4.2004 г., стр. 1, поправен в ОВ L 191, 28.5.2004 г., стр. 1).

⁵ ОВ L 65, 5.3.1998 г., стр. 31. Решение, изменено с Акта за присъединяване от 2003 г.

приложението към Регламент (ЕО) № 1881/2006, се осъществява в съответствие с методите, установени в приложение II към настоящия регламент.

Член 3

Директива 2002/69/ЕО се отменя. Позоваванията на отменената директива се тълкуват като позовавания на настоящия регламент.

Член 4

Настоящият регламент влиза в сила на двадесетия ден след публикуването му в *Официален вестник на Европейския съюз*.

Той се прилага от 1 март 2007 година.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 19 декември 2006 година.

За Комисията

Markos KYPRIANOU

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ЦЕЛИТЕ НА ОФИЦИАЛНИЯ КОНТРОЛ НА СЪДЪРЖАНИЕТО НА ДИОКСИНИ (PCDD/PCDF) И ДИОКСИНОПОДОБНИ РСВ В НЯКОИ ХРАНИ

1. ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Пробите, предназначени за официалния контрол за съдържание на диоксини (PCDD/PCDF) и диоксиноподобни РСВ в храни, се вземат в съответствие с описаните в настоящото приложение методи. Общите проби, взети по посочената процедура, се разглеждат като представителни за партидите, от които са взети. Спазването на максимално допустимите количества, предвидени в Регламент (ЕО) № 1881/2006 на Комисията относно максимално допустимите количества на определени замърсители в храни, се установява въз основа на нивата, получени за лабораторните проби.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Партида: определено количество от храна, доставена по едно и също време, с установени от длъжностно лице общи характеристики, като произход, вид, вид на опаковката, пакетиращо предприятие, доставчик или маркировка. По отношение на проби от риби и рибни продукти се изисква и сравнимост на размерите на отделните риби. В случаите, когато рибите от една пратка са с различен размер и/или маса, пратката би могла да се приеме за една партида, но следва да се приложи специфична процедура за вземане на проби.

- Подпартида: определена част от голяма партида, която позволява прилагането на метода за вземане и съставяне на пробите. Всяка подпартида следва да бъде точно определена и физически обособена.

- Точкова проба: количество вещество, взето еднократно от определено място на партидата или на подпартидата.

- Обща проба: количество, получено от събиране и смесване на всички точкови проби от партидата или подпартидата.

- Лабораторна проба: представителна част/количество от общата проба, предназначено за лабораторията.

3. ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

3.1. Персонал

Пробите се вземат от оправомощено лице, посочено от държавата-членка.

3.2. Материал, от който се вземат проби

От всяка партида или подпартида, подлежаща на анализ, се вземат отделни проби.

3.3. Предпазни мерки

При вземане на проби и подготовка за анализ следва да бъдат взети предпазни мерки, за да не се допуснат изменения, които биха могли да променят съдържанието на диоксини и диоксиноподобни РСВ, да повлияят неблагоприятно върху резултатите от анализа или да направят общите проби непредставителни.

3.4. Точкови проби

Доколкото е възможно, точковите проби се вземат от различни места в партидата или подпартидата. Всяко отклонение от тази процедура се отбелязва в протокола за вземане на проби съгласно точка 3.8 от настоящото приложение.

3.5. Подготовка на обща проба

Общата проба обединява всички точкови проби от партидата или подпартидата. Тя следва да бъде най-малко 1 kg, освен ако това не е практично, например когато е взета проба от единична опаковка.

3.6. Двойна проба

От хомогенизираната обща проба се вземат двойни проби с цел прилагане, съдебно производство или арбитраж, освен ако процедурата не противоречи на установените от държавите-членки правила относно правата на ръководителите на хранителните предприятия. Размерът на лабораторните проби с цел прилагане следва да бъдат достатъчни, за да позволят най-малко двукратното провеждане на анализа.

3.7. Опаковане и предаване на пробите

Всяка проба се поставя в чист инертен съд, осигуряващ достатъчно ниво на защита от замърсяване, от загуби на анализираните вещества вследствие на адсорбция през вътрешните стени на съда и срещу повреда при транспортирането. По време на транспортиране или съхранение се вземат всички необходими предпазни мерки за недопускане на промени в състава на пробите.

3.8. Запечатване и етикетирание на пробите

Всяка проба, взета за официална употреба, се запечатва на мястото, където е била взета, и се обозначава в съответствие с разпоредбите на държавите-членки.

За всяка проба се съхранява запис, който позволява всяка партида да бъде еднозначно идентифицирана и съдържа датата и мястото на вземане на пробата, както и допълнителна информация, която може да е полезна за извършващия анализа.

4. ПЛАН ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

Прилаганият метод за вземане на проби гарантира, че общата проба е представителна за (под)партидата, подлежаща на контрол.

4.1. Разделяне на партидите на подпартиди

Големите партиди се разделят на подпартиди, при условие че подпартидата може да бъде физически отделена. За продукти, търгувани на големи насипни пратки (например растителни масла), се прилага таблица 1. За останалите продукти се прилага таблица 2.

Предвид това, че масата на партидата не винаги е точно кратна на масата на подпартидите, масата на подпартидата може да надхвърля споменатата маса с не повече от 20 %.

Таблица 1

Разделяне на партидите на подпартиди за продукти, търгувани в насипно състояние

Маса на партидата (тонове)	Маса или брой на подпартидите
≥ 1500	500 тона
> 300 и < 1500	3 подпартиди
≥ 50 и ≤ 300	100 тона
< 50	-

Таблица 2

Разделяне на партидите в подпартиди за останалите продукти

Маса на партидата (тонове)	Маса или брой на подпартидите
≥ 15	15-30 тона
< 15	-

4.2. Брой на точковите проби

Масата на общата проба, която е сбор от всички точкови проби, следва да бъде най-малко 1 kg (виж точка 3.5 от настоящото приложение).

Минималният брой точкови проби, който следва да се вземе от партидата или подпартидата, е даден в таблици 3 и 4.

При насипни течни продукти непосредствено преди вземането на пробата партидата или подпартидата изцяло се смесва ръчно или механично, доколкото е възможно и доколкото това няма да се отрази на качеството на продукта. В този случай се приема, че е постигнато хомогенно разпределение на замърсителите в партидата или подпартидата. Затова е достатъчно да бъдат взети три точкови проби от дадена партида или подпартида, за да се формира обща проба.

Точковите проби следва да бъдат с еднаква маса. Масата на точковата проба следва да бъде най-малко 100 g.

Всяко отклонение от тази процедура се отбелязва в протокола за вземане на проби по точка 3.8 от настоящото приложение. В съответствие с разпоредбите на Решение 97/747/ЕО на Комисията от 27 октомври 1997 г. относно количеството и честота на вземането на проби, предвидени в Директива 96/23/ЕО на Съвета относно мерките за мониторинг на определени вещества и остатъци от тях в живи животни и продукти от животински произход⁶, общият размер на пробата за яйца от кокошки е най-малко 12 яйца (за насипни партиди, както и за партиди, състоящи се от отделни опаковки, таблици 3 и 4).

⁶ ОВ L 303, 6.11.1997 г., стр. 12.

Таблица 3

Минимален брой точкови проби, които следва да бъдат взети от партида или подпартида

Маса или обем на партидата/подпартидата (в kg или литри)	Минимален брой на взетите точкови проби
< 50	3
От 50 до 500	5
> 500	10

Когато партидата се състои от отделни опаковки или единици, броят на опаковките или единиците, които следва да се вземат, за да формират общата проба, е посочен в таблица 4.

Таблица 4

Брой опаковки или единици (точкови проби), които следва да се вземат, за да се формира обща проба за партида или подпартида, която се състои от отделни опаковки или единици

Брой опаковки или единици в партидата/подпартидата	Брой опаковки или единици, които следва да се вземат
От 1 до 25	Най-малко 1 опаковка или единица
От 26 до 100	Около 5 %, най-малко 2 опаковки или единици
> 100	Около 5 %, максимум 10 опаковки или единици

4.3. Специфични разпоредби за вземане на проби от партиди, съдържащи цели риби със съпоставими размер и маса

Смята се, че рибите са със съпоставими размер и маса, ако разликата в размера и масата им не надвишава 50 %.

Броят точкови проби, които следва да се вземат от партидата, е посочен в таблица 3. Масата на общата проба, която обединява всички точкови проби, следва да бъде най-малко 1 kg (виж точка 3.5).

- Когато се вземат проби от партида, която съдържа малки по размер риби (маса на една риба < 1 kg), се приема, че една цяла риба представлява точкова проба за формиране на общата проба. Ако получената обща проба има маса, по-голяма от 3 kg, точковите проби, формиращи общата проба, могат да се състоят от средната част на рибата, всяка една от тях с маса не по-малко от 100 g. Цялата част от рибата, за която се отнася максимално допустимото ниво, се използва за хомогенизиране на пробата.

Средната част на рибата е там, където е центърът на гравитацията. В повечето случаи той се намира при гръбната перка (ако рибата има гръбна перка) или по средата между отвора за хрилете и ануса.

- Когато се вземат проби от партида, която съдържа големи риби (маса на една риба, по-голяма от 1 kg), точковата проба се взема от средната част на рибата. Всяка точкова проба е с маса най-малко 100 g.

За риби със среден размер (от 1 до 6 kg) точковата мостра се взема като резен от гръбнака до корема в средната част на рибата.

Когато се вземат проби от партидата, която се състои от много едри риби (например маса на една риба, по-голяма от 6 kg), точковата проба се взема от дясната страна (поглед отпред) на дорзо-латерален мускул в средната част на рибата. Ако вземането на парче от средната част на рибата ще доведе до значителни икономически загуби, е достатъчно да се вземат три точкови проби, всяка с маса не по-малка от 350 g, независимо от големината на партидата или да се вземе равна част от мускулното месо, разположено в близост до частта на опашката и мускулното месо в близост до главата на една риба, за да формира точкова проба, която е представителна за нивото на диоксини в цялата риба.

4.4. Вземане на проби от партии, съдържащи цели риби с различни размери и/или маса

- По отношение състава на пробата се прилагат разпоредбите на точка 4.3.
- Когато преобладават риби с определен размер или маса (около 80 % или повече от партидата), пробата се взема от рибите с преобладаващия размер или маса. Смята се, че пробата е представителна за цялата партида.
- Когато не преобладават риби с определен размер или маса, за пробата следва да се изберат такива риби, които са представителни за пратката. Специални насоки за тези случаи се предвидени в Насоките за вземане на проби от партии риби, съдържащи цели риби с различен размер и/или маса.⁷

4.5. Вземане на проби при търговия на дребно

Винаги, когато е възможно, вземането на проби от храни при търговия на дребно следва да се извършва в съответствие с посочените изисквания в част 4.2 от настоящото приложение.

Когато това практически е невъзможно, могат да се прилагат алтернативни методи за вземане на проби при търговия на дребно, при условие че се осигурява вземане на проби, достатъчно представителни за партидата или подпартидата.

5. СЪОТВЕТСТВИЕ НА ПАРТИДАТА ИЛИ ПОДПАРТИДАТА СЪС СПЕЦИФИКАЦИЯТА

Партидата се приема, ако стойността на аналитичния резултат от един анализ не надвишава съответните максимално допустими количества за диоксини и сумата на диоксините и диоксиноподобни РСВ, определени в Регламент (ЕО) № 1881/2006, при отчитане на неопределеността на измерването.

Партидата не съответства на максимално допустимите количества, определени в Регламент (ЕО) № 1881/2006, ако стойността на аналитичния резултат за горна граница

⁷ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm.

на концентрацията⁸, потвърден от два анализа⁹, надвишава нормите на допустимия толеранс при отчитане на неопределеността на измерването.

Отчитането на неопределеността на измерването може да се извърши по един от следните начини:

- чрез изчисляване на разширената неопределеност, използвайки фактор за аналитичния добив - коефициент на покриване $k = 2$, който дава ниво на достоверност от около 95 %. Дадена партида или подпартида не отговаря на изискванията, ако измерената стойност минус U е над установеното допустимо максимално количество. При отделно определяне на диоксини и диоксиноподобни РСВ, за да се получи сумата от диоксини и диоксиноподобни РСВ, следва да се използва сумата на разширената неопределеност на отделните аналитични резултати за диоксин и диоксиноподобни РСВ;

- чрез определяне на границата на решение $CC\alpha$ в съответствие с разпоредбите на Решение 2002/657/ЕО на Комисията от 12 август 2002 г. за прилагане на Директива 96/23/ЕО на Съвета във връзка с прилагането на аналитични методи и тълкуване на резултатите¹⁰ (точка 3.1.2.5 от приложението - вещества с установено допустимо количество) се счита, че дадена партида или подпартида не отговаря на изискванията, ако измерената стойност е равна или надвишава $CC\alpha$.

Настоящите правила за тълкуване на резултатите се прилагат по отношение на получения аналитичен резултат за официалната контролна проба. Когато анализът се прави за целите на съдебно производство или арбитраж, се прилагат националните правила.

⁸ Принципът на „горна граница на концентрацията“ изисква при изчисляването на ТЕQ за всеки конгенер, който не може да бъде количествено определен, да се използва стойността на граница на количествено определяне.

Принципът на „долна граница на концентрацията“ изисква при изчисляването ѝ за всеки конгенер, който не може да бъде количествено определен, да се използва стойност нула за прибавянето му към ТЕQ.

Принципът на „средната граница на концентрацията“ изисква при пресмятането ѝ за всеки конгенер, който не може да бъде количествено определен, да се използва половината от стойността на границата на количествено определяне за прибавянето му към ТЕQ.

⁹ Двукратният анализ е необходим, за да се изключи възможността за вътрешно кръстосано заразяване или случайно смесване на проби. Първият анализ, отчитащ неточността на измерването, се използва за потвърждаване на съответствието с изискванията.

Ако анализът се извършва в рамките на инцидентно замърсяване с диоксин, повтарянето на двукратния анализ може да бъде избегнато, ако избраните за анализ проби чрез проследяване са свързани с инцидентното замърсяване с диоксин.

¹⁰ ОВ L 221, 17.8.2002 г., стр. 8. Решение, изменено с Решение 2004/25/ЕО (ОВ L 6, 10.1.2004 г., стр. 38).

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ И ИЗИСКВАНИЯ КЪМ МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ ЗА ЦЕЛИТЕ НА ОФИЦИАЛНИЯ КОНТРОЛ ЗА НИВАТА НА ДИОКСИНИ (PCDD/PCDF) И НА ДИОКСИНОПОДОБНИ РСВ В НЯКОИ ХРАНИ

1. ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Посочените изисквания се прилагат за анализи за целите на официалния контрол за съдържание на диоксини - полихлорирани дибензо-р-диоксини (PCDD) и полихлорирани дибензофурани (PCDF) в храни и за определяне на диоксиноподобни РСВ в храни.

Контролт за съдържание на диоксини в храни може да се провежда чрез стратегия, която включва метод за селективно отсяване (скринингов метод), с цел да се изберат онези проби, в които съдържанието на диоксини и диоксиноподобни РСВ е по-малко от 25 % под или над максимално допустимото количество. Съдържанието на диоксини и общата концентрация на диоксини и диоксиноподобни РСВ в пробите със значителни стойности следва да бъде определено/потвърдено посредством потвърдителен метод.

Скрининговите методи са методи, които се използват за откриване наличието на диоксини и диоксиноподобни РСВ в съответното съдържание. Тези методи имат капацитет да обработват значим брой проби и се използват за отсяване на голям брой проби с възможни положителни резултати. Те са специално разработени за избягване на грешни отрицателни резултати.

Потвърдителните методи са методи, които дават пълна или допълнителна информация, позволяваща идентифицирането и еднозначното количествено определяне на диоксини и диоксиноподобни РСВ в съответното съдържание.

2. ПРЕДВАРИТЕЛНА ИНФОРМАЦИЯ

Концентрациите на всяко вещество в една определена проба се умножават по съответния им фактор за токсична еквивалентност (TEF), разработен от Световната здравна организация и включен в допълнението към настоящото приложение, и след което се сумират, за да се получи общата концентрация на диоксиноподобните съединения, изразени като токсични еквиваленти (TEQ).

За целите на настоящия регламент приетата специфична граница за количествено определяне на отделен конгенер е концентрацията на анализираното вещество в екстракт от пробата, която възпроизвежда отчетеното от техническото средство за измерване и изпитване за два различни йона, наблюдавани със съотношение 1:3 на S/N (сигнал/шум) за по-нискокочувствителен сигнал и при изпълнение на основните изисквания, като време на задържане, изотопно съотношение съгласно процедурата за определяне, описана в ЕРА метод 1613, ревизия В.

3. ИЗИСКВАНИЯ ЗА ГАРАНТИРАНЕ КАЧЕСТВОТО НА ПРОБАТА ПРИ НЕЙНАТА ПОДГОТОВКА ЗА АНАЛИЗ

- На всички етапи на вземане на пробите и извършване на анализите следва да се вземат мерки за недопускане на кръстосано замърсяване.
- Пробите се съхраняват и транспортират в съдове, изработени от стъкло, алуминий, полипропилен или полиетилен. Следите от хартиен прах по вътрешните стени на съда се премахват. Стъклените съдове се изплакват с разтворители, предварително проверени за съдържание на диоксини.
- Съхранението и транспортирането на пробите следва да се извършват по начин, който запазва целостта на пробата от храната.
- Доколкото е уместно, всяка лабораторна проба фино се смила и се разбърква внимателно чрез използване на процес, с който е доказано, че се постига пълно хомогенизиране (например смилане, което позволява преминаване през сито с размер на отворите 1 mm); когато пробите са с много високо водно съдържание (влажност), се изсушават преди смилането им.
- Извършва се анализ на празна проба посредством изпълнение на цялата аналитична процедура с изключение на вземане на проба.
- Масата на пробата, използвана за екстракцията, следва да бъде достатъчна за изпълнение на изискванията за чувствителност.
- Специфичните процедури за подготовка на пробите от разглежданите храни следва да са валидирани в съответствие с международно приетите ръководства.
- При анализ на риба кожата следва да се махне, тъй като максимално допустимото количество се отнася за мускулно месо без кожа. Все пак е необходимо останалата част от мускулното месо и мастната тъкан от вътрешната страна на кожата внимателно и изцяло да се отделят от кожата и да се добавят към пробата, която ще бъде анализирана.

4. ИЗИСКВАНИЯ КЪМ ЛАБОРАТОРИИТЕ

- Лабораториите следва да покажат ефективността на даден метод при определеното ниво, например: 0,5 пъти, 1 път и 2 пъти определеното ниво с коефициент на вариация, приемлив за повтарящи се анализи. За критериите за приемане виж част 5.
- Границата на количественото определяне за потвърдителен метод следва да бъде в интервала от около 1/5 от определеното ниво.
- Като вътрешни мерки за контрол на качеството редовно следва да се извършват изпитвания на празни и контролни проби с добавка на референтен материал или анализи на контролни проби (за предпочитане, ако има наличен сертифициран стандартен материал).
- Компетентността на лабораториите се доказва чрез постоянно успешно участие в междулабораторни изпитвания за определяне на диоксини и диоксиноподобни РСВ в съответни проби от хранителни/фуражни матрици.
- В съответствие с разпоредбите на Регламент (ЕО) № 882/2004 лабораториите следва да са акредитирани от признат орган, действащ в съответствие с ISO Ръководство 58,

за да се гарантира, че прилагат аналитична проверка на качеството. Лабораториите следва да са акредитирани за съответствие със стандарт EN ISO/IEC 17025.

5. ИЗИСКВАНИЯ, НА КОИТО СЛЕДВА ДА ОТГОВАРЯ АНАЛИТИЧНАТА ПРОЦЕДУРА ЗА ДИОКСИНИ И ДИОКСИНОПОДОБНИ РСВ

Основни изисквания за приемане на аналитичните процедури

- *Висока чувствителност и ниски граници на откриване.* За PCDD и PCDF количествата на откриване следва да бъдат в границите на пиктограма TEQ (10^{-12} g) поради изключителната токсичност на някои от тези съединения. РСВ се срещат в по-високи количества отколкото PCDD и PCDF. За повечето РСВ конгенери е достатъчна чувствителност в обхвата на нанограма (10^{-9} g). Въпреки това за измерването на токсичните диоксиноподобни РСВ конгенери (по-специално неортозаместените конгенери) следва да се постигне същата чувствителност както за PCDD и PCDF.

- *Висока селективност (специфичност).* Необходимо е да се установи разграничаване между PCDD, PCDF и диоксиноподобните РСВ от едно множество от други съединения, съвместно екстрахирани от пробата, способни да пречат и които се намират в концентрации до няколко пъти по-високи от тези на разглежданите анализирани вещества. Поради това за газхроматографските/мас-спектрометричните (GC/MS) методи е необходимо диференциране между няколко конгенери, такива като между токсичните (т.е. седемнадесетте PCDD и PCDF, заместени на 2, 3, 7, 8 позиции и диоксиноподобните РСВ) и другите конгенери. Биотестовите следва да позволяват селективно определяне на стойностите на TEQ като сума от PCDD, PCDF и диоксиноподобни РСВ.

- *Висока точност (истинност и прецизност).* Определянето следва да дава валидна оценка за действителната концентрация в пробата. С цел да се избегне отхвърляне на аналитичния резултат за дадена проба в резултат на лоша надеждност на оценката на TEQ е необходимо да се постигне висока степен на точност (точност на измерването е степен на съвпадение между резултат от измерването и определената/приетата изходна стойност). Точността се изразява като истинност и прецизност. Истинността е разликата между средноаритметичната стойност, измерена при анализ на сертифициран сравнителен материал, и неговата стойност по сертификат, изразена като процент от тази стойност. Прецизността обикновено се изразява като стандартно отклонение RSD_R , включително повторяемостта и възпроизводимостта, и показва близостта между резултатите, получени при прилагане на аналитичната процедура няколко пъти при спазването на описаните условия.

Скрининговите методи могат да включват биотестове и GC/MS методи; потвърдителните методи са газхроматографски с висока разделителна способност и мас-спектрометрични с висока разделителна способност (HRGC/HRMS) методи. За общата TEQ стойност следва да бъдат изпълнени следните критерии:

	Скринингови методи	Потвърдителни методи
Относителен дял на грешните отрицателни резултати	< 1 %	
Истинност		от – 20 % до + 20 %

Прецизност (RSD _R)	< 30 %	< 15 %
--------------------------------	--------	--------

6. СПЕЦИФИЧНИ ИЗИСКВАНИЯ КЪМ GC/MS МЕТОДИТЕ, КОИТО СЛЕДВА ДА БЪДАТ ИЗПЪЛНЕНИ ЗА ЦЕЛИТЕ НА СКРИНИНГА ИЛИ ПОТВЪРЖДАВАНЕТО

- С цел да се валидира аналитичната процедура, следва да се добавят вътрешни стандарти с PCDD/F референтни материали, маркирани с ¹³C и заместени с хлор на 2, 3, 7 и 8 позиции, и вътрешни диоксиноподобни стандарти с PCB, референтни материали, маркирани с ¹³C, когато е необходимо да се определят диоксиноподобни PCB, още в самото начало или преди започването на метода за анализ, например преди фазата на екстракция. Следва да се добави най-малко един конгенер за всяка една хомоложна група за PCDD/F от тетра- до октахлорирани и най-малко един конгенер за всяка една хомоложна група диоксиноподобни PCB, когато е необходимо определянето на диоксиноподобни PCB. Като алтернатива за контрол/мониторинг на PCDD/F и диоксиноподобни PCB следва да се използва най-малко един конгенер за всяка функция на отчитане на мас-спектрометрично селектиран йон. Препоръчително е, особено за потвърдителните методи, едновременното използване на всичките седемнадесет вътрешни PCDD/F референтни материала, маркирани с ¹³C и заместени с хлор на 2, 3, 7 и 8 позиции, и на всичките дванадесет вътрешни диоксиноподобни PCB референтни материала, маркирани с ¹³C, когато е необходимо да се определят диоксиноподобни PCB:

За конгенерите, за които не се добавя никакъв аналог, белязан с ¹³C, също следва да се определят съответни фактори на отговора чрез използване на подходящи калибриращи разтвори.

- За храни от растителен произход и храни от животински произход със съдържание на мазнини под 10 % е задължително да се добавят вътрешните стандарти преди извършването на екстракцията. За храни от животински произход със съдържание на мазнини над 10 % вътрешните стандарти могат да се добавят преди фазата на екстракция или след екстракцията на мазнините. Следва подходящо да се валидира ефикасността на екстракцията в зависимост от етапа, на който са били добавени вътрешните стандарти, и от това, дали резултатите са били документирани за храната или на база мазнини.

- Преди анализа с GC/MS следва да се добавят един или два стандарта за аналитичен добив (сурогат).

- Необходимо е да се извършва контрол на аналитичния добив. За потвърдителните методи процентите за аналитичния добив за всеки вътрешен стандарт следва да бъдат в интервал от 60 до 120 %. В случай на отделни конгенери, по-специално за някои хепта- и октахлорирани дибензодиоксини и дибензофурани, могат да се приемат проценти за аналитичния добив, по-ниски или по-високи, при условие, че участието им в стойността на TEQ не надвишава 10 % от общата стойност на TEQ (вземат се предвид единствено PCDD/F). За скрининговите методи процентите за аналитичните добиви следва да бъдат в интервала от 30 до 140 %.

- Разделяне на диоксините от пречещите хлорирани съединения, такива като недоксиноподобни PCB и хлорирани дифенилови етери, чрез адекватни хроматографски техники (за предпочитане с флоризилова, алуминиева и/или въглеродна колона).

- Разделянето на изомерите чрез газхроматография следва да бъде достатъчно (< 25 % от пик до пик между 1, 2, 3, 4, 7, 8-НхCDF и 1, 2, 3, 6, 7, 8-НхCDF).

- Определянето следва да се извършва съгласно метода на EPA 1613, ревизия В: диоксини и фурани тетра- и октахлорирани чрез изотопно разреждане с HRGC/HRMS или друг метод с еквивалентни критерии за оценка.

- Разликата между горната граница и долната граница на определяне не следва да надвишава 20 % за храните, чието замърсяване с диоксини е около 1 pg WHO-TEQ/g мазнини (вземайки предвид единствено PCDD/PCDF). За храните с ниско съдържание на мазнини следва да се прилагат същите изисквания за нивата на замърсяване от около 1 pg WHO-TEQ/g продукт. За по-ниски нива на замърсяване, например 0,50 pg WHO-TEQ/g продукт, разликата между горната граница и долната граница може да бъде в интервала от 25 % до 40 %.

7. СКРИНИНГОВИ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ

7.1. Въведение

При скрининговите методи могат да се използват различни аналитични подходи: изцяло скринингов подход и количествен подход

Скринингов подход

Стойностите на резултатите от анализа на пробите се сравняват със стойността на резултата на референтна проба на определеното ниво. Проби, чиито стойности на резултатите са под стойността на резултата на референтната проба, се смятат за отрицателни, а пробите със стойности на резултатите над тази на референтната проба се смятат за положителни. Изисквания:

- Във всяка серия от изпитвания следва да се използват празна и референтна проба(и), екстрахирани и анализирани по едно и също време и при идентични условия. Стойността на резултата на референтната проба следва различимо да надвишава стойността на резултата на празната проба.

- Следва да се включат и допълнителни референтни проби с концентрация, равна на 0,5 пъти и 2 пъти определеното ниво, с цел да покажат правилното провеждане на изпитването в референтния интервал за контрол на определеното ниво.

- Когато се анализират други матрици, следва да се демонстрира пригодността на референтните проби. Препоръчва се това да се извърши чрез включване на проби, чиято концентрация на TEQ, установена чрез HRGC/HRMS метод, е подобна на тази на референтната проба, или чрез празна проба, обогатена до концентрация от същото ниво.

- Тъй като в биотестовите не могат да се използват вътрешни стандарти, се провеждат проби за повторяемост за получаване на данни за стандартното отклонение в една серия от изпитвания. Коефициентът на вариация следва да бъде под 30 %.

- При биотестове следва да се определят целевите съединения, възможните намеси и пределно допустимите нива за празната проба.

Количествен подход

Количественият подход изисква няколко серии на разреждане на стандарта, двукратно или трикратно пречистване и измерване както на празната проба, така и на контрола на аналитичния добив. Резултатът може да се изрази в ТЕQ, приемайки, че веществата, които са отговорни за сигнала, отговарят на принципа на ТЕQ. За това може да се използва TCDD (или смес от стандарти на диоксини/фурани/диоксиноподобни РСВ) с цел да се построи калибрационна крива, която позволява да се изчисли количеството на ТЕQ в екстракта и оттам в пробата. Впоследствие този резултат се коригира с количеството на ТЕQ, изчислено за празна проба (за да се отчетат онечистванията в резултат от използваните разтворители и химикали) и за аналитичния добив (изчислен от количеството на ТЕQ в проба за контрол на качеството, близка до определената концентрация). Изключително важно е да се има предвид, че част от очевидното намаляване на аналитичен добив може да се дължи на матрични ефекти и/или на разлики между стойностите на ТЕF в биотестовите и официалните стойности за ТЕF, определени от СЗО.

7.2. Изисквания към използваните при скрининга методи за анализ

- Скринингът може да се извърши чрез използване на аналитични методи GC/MS или биотестове. За методите GC/MS следва да се използват критериите, посочени в точка 6. За клетъчни биотестове се прилагат специфичните изисквания, посочени в точка 7.3 от настоящото приложение, а за биотестовите, извършвани с китове - изисквания, посочени в точка 7.4.

- Необходимо е да се представи информация за броя на грешните положителни и грешните отрицателни резултати, получени за голяма серия проби със стойности на резултатите под и над нормата или действителното ниво, определено чрез аналитичен потвърдителен метод. Действителният относителен дял на грешните отрицателни резултати следва да бъде под 1 %. Относителният дял на грешните положителни проби следва да бъде достатъчно нисък, за да бъде ефикасен скрининговият метод.

- Положителните резултати винаги следва да се потвърждават с потвърдителен метод за анализ (HRGC/HRMS). Освен това пробите, съответстващи на широка гама от ТЕQ, следва да бъдат потвърдени чрез HRGC/HRMS метод (приблизително от 2 % до 10 % от отрицателните проби). Следва да се осигури достъп до информацията за връзката между резултатите от биотестовите и тези от HRGC/HRMS методите.

7.3. Специфични изисквания, прилагани към клетъчните биотестове

- При провеждане на биотест следва да се използва във всяко изпитване серия от референтни концентрации на TCDD или смес от диоксини/фурани/диоксиноподобни РСВ (цяла крива доза-отговор с $R^2 > 0,95$ за една пълна доза). Въпреки това за целите на скрининга при анализа на пробите с ниска концентрация може да се използва разширена крива за ниско ниво.

- За резултатите от биотеста за един постоянен период от време е подходящо да се използва референтна концентрация за TCDD (около 3 пъти границата на количественото определяне) в документ за контрол на качеството. Алтернативна възможност е използването на съответния резултат на референтната проба, сравнен с

TCDD-калибрационна крива, имайки предвид, че отговорът на клетките зависи от много фактори.

- Препоръчва се регистриране и проверка на графиките за контрол на качеството (ГКК) за всеки вид референтен материал, за да се гарантира, че резултатът съответства на установените правила в ръководствата.

- Мястото на включване на разреждането на използваната проба следва да бъде в линейната част на резултатната крива, по-специално за количествените изчисления. Пробите, разположени над линейната част на резултатната крива, следва да се разреждат и да се анализират отново. Поради това се препоръчва анализът да се извършва с три или повече разреждания наведнъж.

- Стандартното отклонение не следва да бъде над 15 %, когато се извършва трикратно определяне за всяко разреждане на пробата, и не повече от 30 % между три независими анализа.

- Границата на откриване може да се определи като 3 пъти стандартното отклонение на чистия разтворител или на фоновия отговор. Друг подход е прилагането на един отговор, по-висок от фоновия отговор (фактор на индукцията 5 пъти по-висок от чистия разтворител), изчислен от калибрационната крива за деня. Границата на количественото определяне може да се определи като 5 до 6 пъти стандартното отклонение на чистия разтворител или фоновия отговор или да се прилага отговор, по-висок от фоновия отговор (фактор на индукция 10 пъти чистият разтворител), изчислен от калибрационната крива за деня.

7.4. Специфични изисквания, прилагани към биотестове, реализирани с китове

- Следва да се гарантира, че реализираните с китове биотестове показват достатъчна чувствителност и надеждност, за да могат да бъдат използвани за храни.

- Следва да се спазват инструкциите на производителя по отношение на подготовката на пробите и анализите.

- Не следва да се използват китове след изтичането на посочения срок на годност.

- Не следва да се използват материали и компоненти, определени за употреба с други китове.

- Китове следва да се съхраняват и използват при посочените температурни условия за съхранение и употреба.

- Приемливата граница на откриване за имунотестовите се определя като 3 пъти стандартното отклонение за една серия от 10 повтарящи се анализа на празна проба, разделено на стойността на наклона от уравнението на линейната регресия.

- Следва да се използват референтни стандарти за лабораторните анализи с цел да се гарантира, че възможността за отговор на стандарта се намира в един приемлив интервал.

8. ПРЕДСТАВЯНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Доколкото позволява аналитичната процедура, резултатите от анализа следва да включват количествата на отделните конгенери на PCDD/F и PCB и да се отбелязват като долна граница, горна граница и средна граница с цел да се включи максимално възможната информация при изразяването на резултатите, позволяваща интерпретирането им в съответствие със специфичните изисквания.

Протоколът следва също да включва съдържанието на липиди в пробата, както и използвания метод за тяхната екстракция.

Следва да се посочват процентите на аналитичния добив на всеки вътрешен стандарт, когато тези проценти са значително извън интервала по точка 6, когато се надвишава пределно допустимата норма за съдържание на диоксини и във всички останали случаи, когато това се изисква.

Тъй като трябва да бъде взета предвид неопределеността на измерването за определяне дали пробата отговаря на изискванията, този параметър също следва да бъде наличен. Аналитичните резултати следва да се представят във вида $x \pm U$, където x е аналитичният резултат, а U - разширената неопределеност, използвайки коефициент на покриване 2, който дава ниво на достоверност от около 95 %. При разделно определяне на диоксини и диоксиноподобни PCB за сумата на диоксини и диоксиноподобни PCB следва да се използва сумата на изчислената разширена неопределеност на отделните аналитични резултати за диоксини и диоксиноподобни PCB.

Ако неопределеността на измерването се отчита чрез прилагане на $CC\alpha$ (както е описано в приложение I, част 5), следва да се представи този параметър.

Резултатите следва да бъдат изразени в същите единици и (най-малко) със същия брой значими цифри както максималните допустими количества, определени в Регламент (ЕО) № 1881/2006.

Допълнение към приложение II

Таблица на факторите за токсична еквивалентност (TEF), определени от СЗО (WHO-TEF) за оценка на риска за човешкото здраве, основаващи се на заключенията от срещата на СЗО, Стокхолм, Швеция, 15-18 юни 1997 г. (Van den Berg et al. (1998), Toxic Equivalency Factors (TEF) for PCB, PCDD, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environment Health Perspectives*, 106(12), 775)

Конгенер	Стойност на TEF	Конгенер	Стойност на TEF
----------	-----------------	----------	-----------------

Дибензо-р-диоксини (PCDD)	1	Диоксиноподобни РСВ неорто РСВ + Моноорто РСВ	
	1	<i>Неорто РСВ</i>	
2, 3, 7, 8-TCDD	0,1		
1, 2, 3, 7, 8-PeCDD		PCB 77	
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	0,1		0,0001
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD		PCB 81	
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	0,1		0,0001
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	0,01	PCB 126	0,1
OCDD		PCB 169	
	0,0001	<i>Моноорто РСВ</i>	0,01
Дибензофурани (PCDF)	0,1		0,0001
2, 3, 7, 8-TCDF	0,05	PCB 105	0,0005
1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	0,5	PCB 114	0,0001
2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0005
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00001
2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	0,01	PCB 167	0,0001
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	0,01	PCB 189	
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	0,0001		
OCDF			
<i>Използвани съкращения: Т = тетра; Ре = пента; Нх = хекса; Нр = хепта; О = окта; CDD = хлоридибензодиоксин; CDF = хлоридибензофуран; СВ = хлоробифенил.</i>			