

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΚ) αριθ. 1883/2006 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 19ης Δεκεμβρίου 2006

για καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs σε ορισμένα τρόφιμα

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,

τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 29ης Απριλίου 2004, για τη διενέργεια επισήμων ελέγχων της συμμόρφωσης προς τη νομοθεσία περί ζωοτροφών και τροφίμων και προς τους κανόνες για την υγεία και την καλή διαβίωση των ζώων ⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 11 παράγραφος 4,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 της Επιτροπής, της 19ης Δεκεμβρίου 2006, για τον καθορισμό μέγιστων επιτρεπτών επιπέδων για ορισμένες ουσίες οι οποίες επιμολύνουν τα τρόφιμα ⁽²⁾ προβλέπει ανώτατα επίπεδα για τις διοξίνες και τα φουράνια και για το σύνολο των διοξινών, φουρανίων και παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs σε ορισμένα τρόφιμα.
- (2) Η οδηγία 2002/69/ΕΚ της Επιτροπής, της 26ης Ιουλίου 2002, για καθορισμό των μεθόδων δειγματοληψίας και των μεθόδων ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των διοξινών και τον προσδιορισμό των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα ⁽³⁾ καθορίζει ειδικές διατάξεις για τη διαδικασία δειγματοληψίας και τις μεθόδους ανάλυσης που εφαρμόζονται στον επίσημο έλεγχο.
- (3) Για την εφαρμογή νέων μέγιστων επιπέδων για το σύνολο των διοξινών, φουρανίων και παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs πρέπει να τροποποιηθεί η οδηγία 2002/69/ΕΚ. Για λόγους σαφήνειας, κρίνεται σκόπιμο να αντικατασταθεί η οδηγία 2002/69/ΕΚ από τον παρόντα κανονισμό.
- (4) Οι διατάξεις που καθορίζονται στον παρόντα κανονισμό αφορούν μόνο στη δειγματοληψία και στην ανάλυση των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs για την εφαρμογή του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 και δεν επηρεάζουν τη στρατηγική, τα επίπεδα και τη συχνότητα δειγματοληψίας όπως καθορίζονται στα παραρτήματα III

και IV της οδηγίας 96/23/ΕΚ, της 29ης Απριλίου 1996, περί της λήψης μέτρων ελέγχου για ορισμένες ουσίες και τα κατάλοιπά τους σε ζώα και στα προϊόντα τους και κατάργησης των οδηγιών 85/358/ΕΟΚ και 86/469/ΕΟΚ και των αποφάσεων 89/187/ΕΟΚ και 91/664/ΕΟΚ ⁽⁴⁾. Δεν επηρεάζουν τα κριτήρια στοχοδότησης όπως καθορίζονται στην απόφαση 98/179/ΕΚ της Επιτροπής, της 23ης Φεβρουαρίου 1998, για τη θέσπιση λεπτομερών κανόνων όσον αφορά την επίσημη δειγματοληψία για τον έλεγχο της ανίχνευσης ορισμένων ουσιών και των καταλοίπων τους σε ζώα και στα προϊόντα τους ⁽⁵⁾.

- (5) Μια μέθοδος ανάλυσης διαλογής με αποδεδειγμένη, ευρέως αποδεκτή επικύρωση και υψηλή απόδοση μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την επιλογή των δειγμάτων με σημαντικά επίπεδα διοξινών και παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs. Τα επίπεδα των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs στα δείγματα αυτά πρέπει να προσδιοριστούν με μια επιβεβαιωτική μέθοδο ανάλυσης. Συνεπώς, είναι σκόπιμο να θεσπιστούν αυστηρές απαιτήσεις για τις επιβεβαιωτικές μεθόδους ανάλυσης και ελάχιστες απαιτήσεις για τη μέθοδο διαλογής.
- (6) Για τη δειγματοληψία πολύ μεγάλων ψαριών, είναι αναγκαίο να προσδιορίζεται η δειγματοληψία ώστε να εξασφαλίζεται εναρμονισμένη προσέγγιση σε όλη την Κοινότητα.
- (7) Στα ψάρια που ανήκουν στο ίδιο είδος και τα οποία προέρχονται από την ίδια περιοχή το επίπεδο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs μπορεί να διαφέρει σε κάθε ψάρι ανάλογα με το μέγεθος ή/και την ηλικία του. Επιπλέον, το επίπεδο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs δεν είναι οπωσδήποτε το ίδιο σε όλα τα μέρη του ψαριού. Επομένως, σε περίπτωση δειγματοληψίας ψαριών, είναι αναγκαίο να προσδιορίζεται η δειγματοληψία και η προετοιμασία των δειγμάτων ώστε να εξασφαλίζεται εναρμονισμένη προσέγγιση σε όλη την Κοινότητα.
- (8) Έχει πρωταρχική σημασία τα αποτελέσματα των αναλύσεων να καταγράφονται και να ερμηνεύονται κατά τρόπο ομοιόμορφο, έτσι ώστε να εξασφαλίζεται η εναρμονισμένη άποψη εφαρμογής της νομοθεσίας σε όλη την Κοινότητα.
- (9) Τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της μόνιμης επιτροπής για την τροφική αλυσίδα και την υγεία των ζώων,

⁽¹⁾ ΕΕ L 165 της 30.4.2004, σ. 1, όπως διορθώθηκε με την ΕΕ L 191 της 28.5.2004, σ. 1. Κανονισμός όπως τροποποιήθηκε με τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 776/2006 της Επιτροπής (ΕΕ L 136 της 24.5.2006, σ. 3).

⁽²⁾ Βλέπε σελίδα 5 της παρούσας Επίσημης Εφημερίδας.

⁽³⁾ ΕΕ L 209 της 6.8.2002, σ. 5. Οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία με την οδηγία 2004/44/ΕΚ της Επιτροπής (ΕΕ L 113 της 20.4.2004, σ. 17).

⁽⁴⁾ ΕΕ L 125 της 23.5.1996, σ. 10. Οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία με τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΕ L 165 της 30.4.2004, σ. 1, όπως διορθώθηκε με την ΕΕ L 191 της 28.5.2004, σ. 1).

⁽⁵⁾ ΕΕ L 65 της 5.3.1998, σ. 31. Απόφαση όπως τροποποιήθηκε με την πράξη προσχώρησης του 2003.

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Η δειγματοληψία για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών, των φουρανίων και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα που παρατίθενται στο τμήμα 5 του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 διεξάγεται σύμφωνα με τις μεθόδους που καθορίζονται στο παράρτημα I του εν λόγω κανονισμού.

Άρθρο 2

Η προετοιμασία των δειγμάτων και οι αναλύσεις για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών, των φουρανίων και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα τρόφιμα, που παρατίθενται στο

τμήμα 5 του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 διεξάγονται σύμφωνα με τις μεθόδους που καθορίζονται στο παράρτημα II του εν λόγω κανονισμού.

Άρθρο 3

Η οδηγία 2002/69/ΕΚ καταργείται. Οι αναφορές στην καταργηθείσα οδηγία θεωρείται ότι αποτελούν αναφορές στον παρόντα κανονισμό.

Άρθρο 4

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Εφαρμόζεται από την 1η Μαρτίου 2007.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 19 Δεκεμβρίου 2006.

Για την Επιτροπή
Μάρκος ΚΥΠΡΙΑΝΟΥ
Μέλος της Επιτροπής

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΜΕΘΟΔΟΙ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΠΙΣΗΜΟ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΕΠΙΠΕΔΩΝ ΤΩΝ ΔΙΟΞΙΝΩΝ (PCDD/PCDF) ΚΑΙ ΤΩΝ ΠΑΡΟΜΟΙΩΝ ΜΕ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ PCBs ΣΕ ΟΡΙΣΜΕΝΑ ΤΡΟΦΙΜΑ**1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ**

Τα δείγματα που προορίζονται για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών (PCDD/PCDF) και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs στα τρόφιμα λαμβάνονται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο παρόν παράρτημα. Τα συνολικά δείγματα που αποκτήθηκαν με τον τρόπο αυτό θεωρούνται ως αντιπροσωπευτικά των παρτίδων ή υποπαρτίδων από τις οποίες λαμβάνονται. Η συμμόρφωση με τα ανώτατα επίπεδα που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 για τον καθορισμό μέγιστων τιμών ανοχής για ορισμένες προσμείξεις στα τρόφιμα προσδιορίζεται με βάση τα επίπεδα που διαπιστώνονται στα εργαστηριακά δείγματα.

2. ΟΡΙΣΜΟΙ

Παρτίδα: η εκάστοτε παραδιδόμενη προσδιορίσιμη ποσότητα τροφίμου, για την οποία ο αρμόδιος υπάλληλος έχει διαπιστώσει ότι παρουσιάζει κοινά χαρακτηριστικά, όπως είναι η προέλευση, η ποικιλία, το είδος συσκευασίας, ο συσκευαστής, ο αποστολέας ή η σήμανση. Στην περίπτωση των ψαριών και των προϊόντων αλιείας πρέπει επίσης και το μέγεθός τους να είναι συγκρίσιμο. Στην περίπτωση που το μέγεθος ή/και το βάρος των ψαριών δεν είναι συγκρίσιμο σε ένα φορτίο, το φορτίο αυτό μπορεί να θεωρηθεί ως παρτίδα αλλά πρέπει να εφαρμοστεί ειδική διαδικασία δειγματοληψίας.

— Υποπαρτίδα: τμήμα μεγάλης παρτίδας που έχει οριστεί για την εφαρμογή της μεθόδου δειγματοληψίας στο εν λόγω ορισθέν τμήμα. Κάθε υποπαρτίδα πρέπει να διαχωρίζεται φυσικά και να είναι ταυτοποιήσιμη.

— Στοιχειώδες δείγμα: ποσότητα υλικού που λαμβάνεται από ένα μόνο σημείο της παρτίδας ή της υποπαρτίδας.

— Συνολικό δείγμα: το συνδυασμένο σύνολο όλων των στοιχειωδών δειγμάτων που έχουν ληφθεί από την παρτίδα ή την υποπαρτίδα.

— Εργαστηριακό δείγμα: αντιπροσωπευτικό τμήμα/ποσότητα συνολικού δείγματος που προορίζεται για το εργαστήριο.

3. ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ**3.1. Προσωπικό**

Η δειγματοληψία πρέπει να πραγματοποιείται από εξουσιοδοτημένο πρόσωπο, το οποίο ορίζεται από το κράτος μέλος.

3.2. Υλικό από το οποίο λαμβάνονται δείγματα

Κάθε παρτίδα ή υποπαρτίδα που πρόκειται να εξεταστεί αποτελεί αντικείμενο ξεχωριστής δειγματοληψίας.

3.3. Μέτρα προφύλαξης που πρέπει να λαμβάνονται

Κατά τη διάρκεια της δειγματοληψίας και της προετοιμασίας των δειγμάτων λαμβάνονται προφυλάξεις προκειμένου να αποφεύγεται οποιαδήποτε αλλοίωση, η οποία μπορεί να επηρεάσει την περιεκτικότητα σε διοξίνες και σε παρόμοια με τις διοξίνες PCBs, να επηρεάσει αρνητικά τις αναλύσεις ή να καταστήσει μη αντιπροσωπευτικά τα συνολικά δείγματα.

3.4. Στοιχειώδη δείγματα

Στο μέτρο του δυνατού, πρέπει να λαμβάνονται στοιχειώδη δείγματα σε διαφορετικά σημεία της παρτίδας ή της υποπαρτίδας. Τυχόν παρέκκλιση από τη διαδικασία αυτή καταγράφεται στο αρχείο που προβλέπεται στο μέρος 3.8 του παρόντος παραρτήματος.

3.5. Προετοιμασία του συνολικού δείγματος

Το συνολικό δείγμα λαμβάνεται με τη συνένωση των στοιχειωδών δειγμάτων. Πρέπει να είναι τουλάχιστον 1 kg, εκτός εάν δεν είναι πρακτικά δυνατόν, π.χ. στην περίπτωση που έχει ληφθεί για δειγματοληψία μία μόνο συσκευασία.

3.6. Πανομοιότυπα δείγματα

Από το ομογενοποιημένο συνολικό δείγμα λαμβάνονται πανομοιότυπα δείγματα για τους σκοπούς της εφαρμογής εκτελεστικών μέτρων, της υπεράσπισης και της διατησίας, υπό τον όρο ότι η διαδικασία αυτή δεν αντιβαίνει στους κανόνες που ισχύουν στο κράτος μέλος σχετικά με τα δικαιώματα των υπευθύνων επιχειρήσεων τροφίμων. Το μέγεθος των εργαστηριακών δειγμάτων που προορίζονται για την εφαρμογή μέτρων επιβολής πρέπει να είναι αρκετό ώστε να μπορεί να γίνει τουλάχιστον ανάλυση εις διπλούν.

3.7. Συσκευασία και αποστολή των δειγμάτων

Κάθε δείγμα τοποθετείται σε έναν καθαρό περιέκτη από αδρανή ύλη, ο οποίος παρέχει την κατάλληλη προστασία από μόλυνση, από απώλεια των αναλυτικών προσδιοριζόμενων ουσιών λόγω προσρόφησης στα εσωτερικά τοιχώματα του περιέκτη και από οποιαδήποτε βλάβη που μπορεί να προκύψει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς. Πρέπει να λαμβάνονται επίσης όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για να αποτραπεί κάθε αλλοίωση της σύνθεσης του δείγματος, η οποία μπορεί να επέλθει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς ή της αποθήκευσης.

3.8. Σφράγιση και σήμανση των δειγμάτων

Κάθε δείγμα που λαμβάνεται για επίσημη χρήση σφραγίζεται στον τόπο της δειγματοληψίας και ταυτοποιείται σύμφωνα με τους κανόνες που ισχύουν στα κράτη μέλη.

Για κάθε δειγματοληψία τηρείται αρχείο, το οποίο επιτρέπει την αναμφισβήτητη αναγνώριση της εκάστοτε παρτίδας και στο οποίο αναγράφεται η ημερομηνία και ο τόπος δειγματοληψίας, καθώς και κάθε άλλη συμπληρωματική πληροφορία που ενδέχεται να αποβεί χρήσιμη για τον αναλυτή.

4. ΣΧΕΔΙΑ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ

Η μέθοδος δειγματοληψίας που εφαρμόζεται εξασφαλίζει ότι το συνολικό δείγμα είναι αντιπροσωπευτικό της (υπο)παρτίδας που πρόκειται να ελεγχθεί.

4.1. Διαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες

Οι μεγάλες παρτίδες διαιρούνται σε υποπαρτίδες υπό την προϋπόθεση ότι είναι δυνατός ο φυσικός διαχωρισμός της υποπαρτίδας. Ο πίνακας 1 εφαρμόζεται στα προϊόντα που διατίθενται στο εμπόριο χύμα σε μεγάλα φορτία (π.χ. φυτικά έλαια). Στα άλλα προϊόντα εφαρμόζεται ο πίνακας 2. Δεδομένου ότι το βάρος των παρτίδων δεν αποτελεί πάντα ακριβές πολλαπλάσιο του βάρους των υποπαρτίδων, το βάρος των υποπαρτίδων ενδέχεται να υπερβαίνει το αναφερόμενο βάρος κατά ποσοστό έως 20 %.

Πίνακας 1

Υποδιαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες για προϊόντα που διατίθενται στο εμπόριο χύμα

Βάρος παρτίδας (σε τόνους)	Βάρος ή αριθμός υποπαρτίδων
≥ 1 500	500 τόνοι
> 300 και < 1 500	3 υποπαρτίδες
≥ 50 και ≤ 300	100 τόνοι
< 50	—

Πίνακας 2

Υποδιαίρεση των παρτίδων σε υποπαρτίδες για άλλα προϊόντα

Βάρος της παρτίδας (σε τόνους)	Βάρος ή αριθμός υποπαρτίδων
≥ 15	15-30 τόνοι
< 15	—

4.2. Αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων

Το συνολικό δείγμα που απαρτίζεται απ' όλα τα στοιχειώδη δείγματα πρέπει να είναι τουλάχιστον 1 kg (βλέπε μέρος 3.5 του παρόντος παραρτήματος).

Ο ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ή την υποπαρτίδα είναι αυτός που αναφέρεται στους πίνακες 3 και 4.

Στην περίπτωση χύδην υγρών προϊόντων, η παρτίδα ή η υποπαρτίδα αναμειγνύεται όσο το δυνατόν επιμελέστερα και στο βαθμό που αυτό δεν επηρεάζει την ποιότητα του προϊόντος, είτε χειρωνακτικά είτε με μηχανικά μέσα αμέσως πριν από τη δειγματοληψία. Στην περίπτωση αυτή, μπορεί να θεωρηθεί ότι η κατανομή των προσμειξέων σε μια δεδομένη παρτίδα είναι ομοιογενής. Αρκεί επομένως να λαμβάνονται τρία στοιχειώδη δείγματα από μια παρτίδα ή υποπαρτίδα για το σχηματισμό του συνολικού δείγματος.

Τα στοιχειώδη δείγματα πρέπει να έχουν παρόμοιο βάρος. Το βάρος ενός στοιχειώδους δείγματος πρέπει να είναι τουλάχιστον 100 γραμμάρια.

Τυχόν παρέκκλιση από τη διαδικασία αυτή πρέπει να καταγράφεται στο αρχείο που προβλέπεται στο μέρος 3.8. του παρόντος παραρτήματος. Σύμφωνα με τις διατάξεις της απόφασης 97/747/ΕΚ της Επιτροπής, της 27ης Οκτωβρίου 1997, για τον καθορισμό των επιπέδων και των συχνότητων δειγματοληψίας που προβλέπονται στην οδηγία 96/23/ΕΚ του Συμβουλίου με σκοπό την ανίχνευση ορισμένων ουσιών και καταλοίπων που απαντώνται σε ορισμένα ζωικά προϊόντα⁽¹⁾, το μέγεθος του συνολικού δείγματος για τα αυγά κότας είναι τουλάχιστον 12 αυγά (για χύδην παρτίδες καθώς και για παρτίδες που αποτελούνται από μεμονωμένες συσκευασίες, πίνακες 3 και 4).

(¹) ΕΕ L 303 της 6.11.1997, σ. 12.

Πίνακας 3

Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ή υποπαρτίδα

Βάρος ή όγκος της παρτίδας/υποπαρτίδας (σε kg ή λίτρα)	Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται
< 50	3
50 έως 500	5
> 500	10

Εάν η παρτίδα ή υποπαρτίδα αποτελείται από μεμονωμένες συσκευασίες ή μονάδες, τότε ο αριθμός των συσκευασιών ή μονάδων που λαμβάνονται για να αποτελέσουν το συνολικό δείγμα αναφέρεται στον πίνακα 4.

Πίνακας 4

Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων (στοιχειώδη δείγματα) που λαμβάνονται για να αποτελέσουν το συνολικό δείγμα, εάν η παρτίδα ή η υποπαρτίδα αποτελείται από μεμονωμένες συσκευασίες ή μονάδες

Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων ανά παρτίδα/υποπαρτίδα	Αριθμός συσκευασιών ή μονάδων που πρέπει να ληφθούν
1 έως 25	τουλάχιστον 1 συσκευασία ή μονάδα
26 έως 100	περίπου 5 %, τουλάχιστον 2 συσκευασίες ή μονάδες
> 100	περίπου 5 %, το μέγιστο 10 συσκευασίες ή μονάδες

4.3. Ειδικές διατάξεις για τη δειγματοληψία παρτίδων που περιέχουν ολόκληρα ψάρια παρόμοιου μεγέθους και βάρους

Τα ψάρια θεωρείται ότι έχουν παρόμοιο μέγεθος και βάρος στην περίπτωση που η διαφορά μεγέθους και βάρους δεν υπερβαίνει το 50 % περίπου.

Ο αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων που πρέπει να λαμβάνονται από την παρτίδα ορίζεται στον πίνακα 3. Το συνολικό δείγμα που απαρτίζεται απ' όλα τα στοιχειώδη δείγματα είναι τουλάχιστον 1 kg (βλέπε σημείο 3.5).

— Στην περίπτωση κατά την οποία γίνεται δειγματοληψία σε παρτίδα η οποία περιέχει μικρά ψάρια (ατομικού βάρους < 1 kg περίπου), λαμβάνεται ολόκληρο το ψάρι ως στοιχειώδες δείγμα για να αποτελέσει το συνολικό δείγμα. Στην περίπτωση κατά την οποία το συνολικό δείγμα ζυγίζει πάνω από 3 kg, τα στοιχειώδη δείγματα μπορούν να αποτελούνται από το μεσαίο τμήμα, ατομικού βάρους τουλάχιστον 100 g, των ψαριών που αποτελούν το συνολικό δείγμα. Το ολόκληρο τμήμα στο οποίο εφαρμόζεται το ανώτατο επίπεδο χρησιμοποιείται για την ομογενοποίηση του δείγματος.

Το μεσαίο τμήμα του ψαριού είναι εκείνο στο οποίο βρίσκεται το κέντρο βάρους. Αυτό βρίσκεται στις περισσότερες περιπτώσεις στο ραχιαίο περύγιο (στην περίπτωση που το ψάρι έχει ραχιαίο περύγιο) ή στο ήμισυ της απόστασης μεταξύ του ανοίγματος του βραγχιακού επικαλύμματος και της κλοάκης.

— Στην περίπτωση κατά την οποία γίνεται δειγματοληψία σε παρτίδα η οποία περιέχει μεγαλύτερα ψάρια (ατομικού βάρους μεγαλύτερου του 1 kg περίπου), το στοιχειώδες δείγμα αποτελείται από το μεσαίο τμήμα του ψαριού. Κάθε στοιχειώδες δείγμα ζυγίζει τουλάχιστον 100 g.

Στην περίπτωση ψαριών ενδιάμεσου μεσαίου μεγέθους (περίπου 1-6 kg), το στοιχειώδες δείγμα λαμβάνεται ως φέτα από το μεσαίο τμήμα του ψαριού ανάμεσα στο ραχιαίο ψαροκόκκαλο και στην κοιλιακή χώρα.

Στην περίπτωση πολύ μεγάλων ψαριών (π.χ. > περίπου 6 kg), το στοιχειώδες δείγμα λαμβάνεται από τη μυώδη σάρκα στη δεξιά πλευρά (πρόσθια όψη) του έξω ραχιαίου μυός στο μεσαίο τμήμα του ψαριού. Σε περίπτωση που από τη λήψη αυτού του τεμαχίου από το μεσαίο τμήμα του ψαριού θα προκύψει σημαντική οικονομική ζημία, μπορεί να θεωρηθεί ικανοποιητική η λήψη τριών στοιχειωδών δειγμάτων ατομικού βάρους τουλάχιστον 350 g, ανεξάρτητα από το μέγεθος της παρτίδας ή, εναλλακτικά, μπορεί να ληφθεί ένα ίσο τμήμα από τη μυώδη σάρκα κοντά στην ουρά και ένα από τη μυώδη σάρκα κοντά στο κεφάλι για να αποτελέσουν το αντιπροσωπευτικό στοιχειώδες δείγμα για το επίπεδο διοξίνης σε ολόκληρο το ψάρι.

4.4. Δειγματοληψία παρτίδων που περιέχουν ολόκληρα ψάρια διαφορετικού μεγέθους και βάρους

- Εφαρμόζονται οι διατάξεις του σημείου 4.3 αναφορικά με τη δημιουργία του δείγματος.
- Στην περίπτωση που μία τάξη/κατηγορία μεγέθους ή βάρους (περίπου 80 % ή περισσότερο της παρτίδας) υπερέρχει, το δείγμα λαμβάνεται από ψάρια με το κυρίαρχο μέγεθος ή βάρος. Το δείγμα αυτό πρέπει να θεωρείται ότι είναι αντιπροσωπευτικό όλης της παρτίδας.
- Στην περίπτωση που δεν υπερέρχει καμία τάξη/κατηγορία μεγέθους ή βάρους, τότε πρέπει να εξασφαλιστεί ότι τα ψάρια που επελέγησαν για τη δειγματοληψία είναι αντιπροσωπευτικά για την παρτίδα. Το «Εγγραφο καθοδήγησης για τη δειγματοληψία σε παρτίδες ψαριών που περιέχουν ολόκληρα ψάρια διαφορετικού μεγέθους ή/και βάρους» περιέχει ειδικές κατευθυντήριες γραμμές για τις περιπτώσεις αυτές ⁽¹⁾.

4.5. Δειγματοληψία στο στάδιο της λιανικής πώλησης

Η δειγματοληψία τροφίμων στο στάδιο της λιανικής πώλησης γίνεται, εφόσον είναι δυνατόν, σύμφωνα με τις διατάξεις δειγματοληψίας που ορίζονται στο μέρος 4.2 του παρόντος παραρτήματος.

Όταν αυτό δεν είναι δυνατόν, μπορεί να εφαρμοστεί εναλλακτική μέθοδος δειγματοληψίας στο στάδιο της λιανικής πώλησης, υπό τον όρο ότι εξασφαλίζεται επαρκώς η αντιπροσωπευτικότητα της παρτίδας ή της υποπαρτίδας στην οποία πραγματοποιήθηκε η δειγματοληψία.

5. ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗ ΤΗΣ ΠΑΡΤΙΔΑΣ Ή ΤΗΣ ΥΠΟΠΑΡΤΙΔΑΣ ΜΕ ΤΙΣ ΠΡΟΔΙΑΓΡΑΦΕΣ

Η παρτίδα γίνεται δεκτή εάν το αποτέλεσμα μίας μόνο ανάλυσης δεν υπερβαίνει το αντίστοιχο μέγιστο επίπεδο διοξινών και το σύνολο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs που ορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006 λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Η παρτίδα δεν συμμορφώνεται με το μέγιστο όριο που ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006, εάν το αποτέλεσμα της ανάλυσης για το ανώτατο όριο συγκέντρωσης ⁽²⁾, που επιβεβαιώνεται από δεύτερη ανάλυση ⁽³⁾, υπερβαίνει το μέγιστο επίπεδο πέραν κάθε λογικής αμφιβολίας, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης.

Η αβεβαιότητα της μέτρησης μπορεί να ληφθεί υπόψη σύμφωνα με μία από τις ακόλουθες προσεγγίσεις:

- με υπολογισμό της διευρυμένης αβεβαιότητας, χρησιμοποιώντας ενός συντελεστή κάλυψης 2 που δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %. Μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται με τις προδιαγραφές εάν η τιμή που μετρήθηκε μείον U είναι μεγαλύτερη του καθορισμένου επιτρεπόμενου ορίου. Σε περίπτωση ξεχωριστού προσδιορισμού των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs, το άθροισμα των εκτιμήσεων της διευρυμένης αβεβαιότητας των ξεχωριστών αναλυτικών αποτελεσμάτων των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs πρέπει να χρησιμοποιηθεί για το σύνολο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB.
- καθορίζοντας το όριο απόφασης (CCA) σύμφωνα με τις διατάξεις της απόφασης 2002/657/ΕΚ της Επιτροπής, της 12ης Αυγούστου 2002, για την εφαρμογή της οδηγίας 96/23/ΕΚ του Συμβουλίου σχετικά με την επίδοση των αναλυτικών μεθόδων και την ερμηνεία των αποτελεσμάτων ⁽⁴⁾ (σημείο 3.1.2.5 του παραρτήματος — Ουσίες για τις οποίες έχει καθοριστεί επιτρεπόμενο όριο) μια παρτίδα ή υποπαρτίδα δεν συμμορφώνεται με τις προδιαγραφές εάν η τιμή που μετρήθηκε είναι ίση ή μεγαλύτερη του CCA.

Οι παρόντες ερμηνευτικοί κανόνες ισχύουν για τα αποτελέσματα των αναλύσεων που προκύπτουν από δείγμα που λαμβάνεται για επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση αναλύσεων για λόγους δικαίωματος προσφυγής ή διαιτησίας, εφαρμόζεται η εθνική νομοθεσία.

⁽¹⁾ http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

⁽²⁾ Η έννοια του «ανώτατου ορίου συγκέντρωσης» απαιτεί τη χρησιμοποίηση του ορίου του ποσοτικού προσδιορισμού για τη συμβολή κάθε μη ποσοτικά προσδιορισμένης ομοειδούς ουσίας ισοδύναμης τοξικότητας (TEQ).

Η έννοια του «κατώτατου ορίου συγκέντρωσης» απαιτεί τη χρησιμοποίηση του μηδέν για τη συμβολή κάθε μη ποσοτικά προσδιορισμένης ομοειδούς ουσίας στο TEQ.

Η έννοια του «μέσου ορίου συγκέντρωσης» απαιτεί τη χρησιμοποίηση του μισού του ορίου του ποσοτικού προσδιορισμού για τον υπολογισμό της συμβολής κάθε μη ποσοτικά προσδιορισμένης ομοειδούς ουσίας στο TEQ.

⁽³⁾ Η δεύτερη ανάλυση είναι απαραίτητη για να αποκλειστεί η πιθανότητα εσωτερικής διασταυρούμενης μόλυνσης ή τυχαία ανάμειξη δειγμάτων. Η πρώτη ανάλυση, στην οποία λαμβάνεται υπόψη η αβεβαιότητα της μέτρησης, χρησιμοποιείται για την επαλήθευση της συμμόρφωσης. Στην περίπτωση που η ανάλυση πραγματοποιείται στο πλαίσιο συμβάντος μόλυνσης από διοξίνη, η επιβεβαίωση με δεύτερη ανάλυση μπορεί να παραληφθεί όταν τα δείγματα που επελέγησαν για ανάλυση συνδέονται βάσει ιχνηλασιμότητας με το εν λόγω συμβάν.

⁽⁴⁾ ΕΕ L 221 της 17.8.2002, σ. 8. Απόφαση όπως τροποποιήθηκε από την απόφαση 2004/25/ΕΚ (ΕΕ L 6 της 10.1.2004, σ. 38).

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΩΝ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΙΣ ΜΕΘΟΔΟΥΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΝΤΑΙ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΠΙΣΗΜΟ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΕΠΙΠΕΔΩΝ ΤΩΝ ΔΙΟΞΙΝΩΝ (PCDD/PCDF) ΚΑΙ ΤΩΝ ΠΑΡΟΜΟΙΩΝ ΜΕ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ PCBs ΣΕ ΟΡΙΣΜΕΝΑ ΤΡΟΦΙΜΑ

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Οι απαιτήσεις που καθορίζονται στο παρόν παράρτημα εφαρμόζονται στις αναλύσεις τροφίμων για τον επίσημο έλεγχο των επιπέδων των διοξινών (πολυχλωριωμένες διβενζο-παρα-διοξίνες (PCDD) και πολυχλωριωμένα διβενζοφουράνια (PCDF)) και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs.

Ο έλεγχος για την παρουσία διοξινών στα τρόφιμα μπορεί να διεξαχθεί με στρατηγική που θα περιλαμβάνει μέθοδο διαλογής προκειμένου να επιλεγούν τα δείγματα με επίπεδα διοξινών και παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs που είναι λιγότερο από 25 % χαμηλότερα ή υπερβαίνουν το μέγιστο επίπεδο. Η συγκέντρωση διοξινών και το σύνολο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στα δείγματα με σημαντικά επίπεδα πρέπει να προσδιοριστεί/επιβεβαιωθεί με μια επιβεβαιωτική μέθοδο.

Οι μέθοδοι διαλογής είναι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται για την ανίχνευση της παρουσίας διοξινών και παρόμοιων με διοξίνες PCBs στο επίπεδο που ενδιαφέρει. Οι μέθοδοι αυτές έχουν την ικανότητα επεξεργασίας μεγάλων ποσοτήτων και χρησιμοποιούνται για τη διύλιση μεγάλου αριθμού δειγμάτων ώστε να εντοπιστούν ενδεχομένως τα θετικά. Έχουν σχεδιαστεί ειδικά για την αποφυγή ψευδώς αρνητικών.

Οι μέθοδοι επιβεβαίωσης είναι μέθοδοι που παρέχουν πλήρεις ή συμπληρωματικές πληροφορίες που επιτρέπουν τη σαφή ταυτοποίηση και ποσοτικοποίηση των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στο επίπεδο που ενδιαφέρει.

2. ΙΣΤΟΡΙΚΟ

Οι συγκεντρώσεις των μεμονωμένων ουσιών σε ένα δεδομένο δείγμα πολλαπλασιάζονται με τον αντίστοιχο συντελεστή τοξικής ισοδυναμίας τους (TEF), όπως καθορίζεται από την Παγκόσμια Οργάνωση Υγείας και καταγράφονται στο πρόσκλημα του παρόντος παραρτήματος, και στη συνέχεια αθροίζονται για να εξαχθεί η συνολική συγκέντρωση των παρόμοιων με τις διοξίνες ενώσεων εκφρασμένη σε τοξικά ισοδύναμα (TEQ).

Για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού, το αποδεκτό ειδικό όριο ποσοτικού προσδιορισμού μιας μεμονωμένης ομοειδούς ουσίας είναι η συγκέντρωση μιας αναλυτικώς προσδιοριζόμενης ουσίας στο εκχύλισμα ενός δείγματος το οποίο παράγει απόκριση του οργάνου σε δύο διαφορετικά ιόντα που πρόκειται να ελεγχθούν με λόγο S/N (σήμα/θόρυβος) 3:1, για το λιγότερο ευαίσθητο σήμα, και πλήρωση των βασικών απαιτήσεων, όπως, για παράδειγμα, του χρόνου κατακράτησης, της αναλογίας ισotόπων σύμφωνα με διαδικασία προσδιορισμού όπως περιγράφεται στη μέθοδο 1613 της EPA, αναθεώρηση Β.

3. ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΔΙΑΣΦΑΛΙΣΗΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΤΗΡΟΥΝΤΑΙ ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

- Πρέπει να λαμβάνονται μέτρα για την αποφυγή διασταυρούμενης επιμόλυνσης σε κάθε στάδιο της διαδικασίας δειγματοληψίας και ανάλυσης.
- Τα δείγματα πρέπει να αποθηκεύονται και να μεταφέρονται σε δοχεία από γυαλί, αλουμίνιο, πολυπροπυλένιο ή πολυαιθυλένιο. Πρέπει να αφαιρούνται τα ίχνη σκόνης χαρτιού από τον περιέκτη του δείγματος. Τα γυάλινα σκεύη πρέπει να ξεπλένονται με διαλύτες, οι οποίοι έχει πιστοποιηθεί ότι είναι απαλλαγμένοι από διοξίνες ή έχουν προηγουμένως ελεγχθεί για την παρουσία διοξινών.
- Η αποθήκευση και η μεταφορά των δειγμάτων πρέπει να διεξάγεται κατά τρόπο ώστε να διατηρείται η ακεραιότητα του δείγματος του τροφίμου.
- Εφόσον ενδείκνυται, κάθε εργαστηριακό δείγμα να αλέθεται και να αναμειγνύεται ενδελεχώς χρησιμοποιώντας μια διαδικασία που έχει αποδειχθεί ότι επιτυγχάνει την πλήρη ομογενοποίηση (π.χ. έτσι ώστε το δείγμα να διαπερνά ένα κόσκινο με σπές 1 mm)· τα δείγματα πρέπει να ξηραθούν πριν από την άλεση, αν η περιεκτικότητα σε υγρασία είναι πολύ υψηλή.
- Εκτέλεση τυφλής ανάλυσης με την πραγματοποίηση του συνόλου της αναλυτικής διαδικασίας παραλείποντας μόνο το δείγμα.
- Το βάρος του δείγματος που χρησιμοποιείται για την εκχύλιση πρέπει να είναι αρκετό για να πληρούνται οι απαιτήσεις όσον αφορά στην ευαισθησία.
- Οι ειδικές διαδικασίες προετοιμασίας του δείγματος που χρησιμοποιούνται για τα υπό εξέταση προϊόντα επικυρώνονται σύμφωνα με τις διεθνώς αποδεκτές κατευθυντήριες γραμμές.

- Στην περίπτωση των ψαριών, πρέπει να αφαιρεθεί το δέρμα επειδή το μέγιστο επίπεδο ισχύει για τη μυώδη σάρκα χωρίς το δέρμα. Ωστόσο, είναι αναγκαίο όλα τα υπολείμματα σάρκας και λιπώδους ιστού που βρίσκονται στην εσωτερική πλευρά του δέρματος να αφαιρεθούν προσεκτικά και πλήρως από το δέρμα και να προστεθούν στο δείγμα που πρόκειται να αναλυθεί.

4. ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑ

- Τα εργαστήρια πρέπει να αποδεικνύουν την απόδοση μιας μεθόδου στο εύρος του επιπέδου ενδιαφέροντος, π.χ. σε επίπεδα ίσα με 0,5, 1 και 2 φορές το επίπεδο ενδιαφέροντος με έναν αποδεκτό συντελεστή μεταβλητότητας για επαναλαμβανόμενες αναλύσεις. Για τα λεπτομερή στοιχεία των κριτηρίων αποδοχής βλέπε σημείο 5.
- Το όριο του ποσοτικού προσδιορισμού για μια μέθοδο επιβεβαίωσης είναι στο εύρος του ενός πέμπτου περίπου του επιπέδου ενδιαφέροντος.
- Οι τακτικές τυφλές δοκιμές και πειράματα εμπλουτισμού των δειγμάτων ή η ανάλυση των δειγμάτων ελέγχου (κατά προτίμηση, εφόσον είναι διαθέσιμο, πιστοποιημένου υλικού αναφοράς) πρέπει να εκτελούνται ως μέτρα εσωτερικής διασφάλισης της ποιότητας.
- Η επάρκεια των εργαστηρίων πρέπει να αποδεικνύεται με συνεχή επιτυχή συμμετοχή σε διεργαστηριακές μελέτες για τον προσδιορισμό των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB στις αντίστοιχες μήτρες ζωοτροφών/τροφίμων.
- Σύμφωνα με τις διατάξεις του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 882/2004 του Συμβουλίου, η διαπίστευση των εργαστηρίων γίνεται από αναγνωρισμένο οργανισμό που λειτουργεί σύμφωνα με τον οδηγό ISO 58, ώστε να εξασφαλίζεται ότι τα εργαστήρια εφαρμόζουν μεθόδους διασφάλισης της ποιότητας. Η διαπίστευση των εργαστηρίων πραγματοποιείται σύμφωνα με το πρότυπο EN ISO/IEC 17025.

5. ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΜΙΑΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑΣ ΓΙΑ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ ΚΑΙ ΤΑ ΠΑΡΟΜΟΙΑ ΜΕ ΤΙΣ ΔΙΟΞΙΝΕΣ PCBs.

Βασικές απαιτήσεις για την αποδοχή των διαδικασιών ανάλυσης:

- *Υψηλή ευαισθησία και χαμηλά όρια ανίχνευσης.* Όσον αφορά στα PCDD και στα PCDF, οι ανιχνεύσιμες ποσότητες πρέπει να είναι της τάξης των πικογραμμάρων TEQ (10^{-12} g) εξαιτίας της εξαιρετικής τοξικότητας ορισμένων από τις ενώσεις αυτές. Είναι γνωστό ότι τα PCBs εμφανίζονται σε υψηλότερα επίπεδα από ό,τι τα PCDDs και τα PCDFs. Για τα περισσότερα ομοειδή PCBs, ευαισθησία της τάξεως των νανογραμμάρων (10^{-9} g) είναι ήδη επαρκής. Ωστόσο, για τη μέτρηση των πιο τοξικών παρόμοιων με τις διοξίνες ομοειδών PCBs (ιδίως των μη-ορθο υποκατεστημένων ομοειδών) πρέπει να επιτυγχάνεται η ίδια ευαισθησία όπως και για τα PCDDs και τα PCDFs.
- *Υψηλή εκλεκτικότητα (ειδικότητα).* Τα PCDDs, τα PCDFs και τα παρόμοια με τις διοξίνες PCBs πρέπει να διακρίνονται από τις άλλες ενώσεις που εκχυλίζονται ταυτόχρονα και πιθανώς παρεμποδίζουν τις ενώσεις που είναι παρούσες σε συγκεντρώσεις έως και ορισμένες τάξεις μεγέθους υψηλότερες από εκείνες των αναλυτικών προσδιοριζόμενων ουσιών που ενδιαφέρουν. Για τις μεθόδους αέριας χρωματογραφίας/φασματομετρίας μάζας (GC/MS) είναι αναγκαία μια διαφοροποίηση μεταξύ των διαφόρων ομοειδών, όπως μεταξύ των τοξικών (π.χ. των δεκαεπτά 2,3,7,8-υποκατεστημένων PCDDs και PCDFs και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs) και των άλλων ομοειδών ουσιών. Οι βιολογικές δοκιμασίες πρέπει να είναι σε θέση να προσδιορίζουν τις τιμές TEQ επιλεκτικά ως το σύνολο των PCDDs, των PCDFs και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs.
- *Υψηλή ορθότητα (αληθότητα και ακρίβεια).* Ο προσδιορισμός παρέχει έγκυρη εκτίμηση της αληθούς συγκέντρωσης σε ένα δείγμα. Η υψηλή ορθότητα (ορθότητα της μέτρησης: ο βαθμός συμφωνίας μεταξύ του αποτελέσματος της μέτρησης και της αληθούς ή αποδοθείσας τιμής του μετρητέου) είναι αναγκαία για να αποφευχθεί η απόρριψη του αποτελέσματος της ανάλυσης του δείγματος λόγω έλλειψης αξιοπιστίας της εκτίμησης του TEQ. Η ορθότητα εκφράζεται ως αληθότητα (διαφορά μεταξύ της μέσης τιμής που μετρήθηκε για μια αναλυτέα ουσία σε ένα πιστοποιημένο υλικό και της πιστοποιημένης τιμής της, ως ποσοστό της τιμής αυτής) και ακρίβεια (RSD_R είναι η σχετική τυπική απόκλιση, υπολογιζόμενη με βάση τα αποτελέσματα που παρήχθησαν υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας).

Οι μέθοδοι διαλογής μπορούν να περιλαμβάνουν βιολογικές δοκιμασίες και μεθόδους GC/MS· οι μέθοδοι επιβεβαίωσης είναι μέθοδοι υψηλής ανάλυσης αέριας χρωματογραφίας/φασματομετρίας μάζας υψηλής ανάλυσης (HRGC/HRMS). Τα ακόλουθα κριτήρια πρέπει να τηρούνται στη συνολική τιμή TEQ:

	Μέθοδοι διαλογής	Μέθοδοι επιβεβαίωσης
Ποσοστό ψευδώς αρνητικών	< 1 %	
Αληθότητα		- 20 % έως + 20 %
ακρίβεια (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. ΕΙΔΙΚΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥΣ GC/MS ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΤΗΡΟΥΝΤΑΙ ΓΙΑ ΤΗΝ ΕΞΕΤΑΣΗ ΔΙΑΛΟΓΗΣ Η ΓΙΑ ΛΟΓΟΥΣ ΕΠΙΒΕΒΑΙΩΣΗΣ

— Η προσθήκη εσωτερικών προτύπων PCDD/F υποκατάστασης με χλώριο στις θέσεις 2,3,7,8 με ισοτοπική επισήμανση ^{13}C και των εσωτερικών προτύπων των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs με ισοτοπική επισήμανση ^{13}C πρέπει να πραγματοποιηθεί πολύ νωρίς στην αρχή της μεθόδου ανάλυσης, δηλαδή πριν από την εκχύλιση, προκειμένου να επικυρωθεί η αναλυτική διαδικασία. Πρέπει να προστεθεί τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία για καθεμία από τις ομόλογες ομάδες PCDD/F των τετρα- έως οκτα-χλωριωμένων ομόλογων ομάδων και τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία και για καθεμία από τις ομόλογες ομάδες των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB (εναλλακτικά, τουλάχιστον μία ομοειδής ουσία για κάθε φασματομετρικά επιλεγμένη συνάρτηση καταγραφής ιόντων που χρησιμοποιείται για την παρακολούθηση των PCDD/F και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs). Υπάρχει σαφής προτίμηση, ιδίως στην περίπτωση των μεθόδων επιβεβαίωσης, στη χρησιμοποίηση του συνόλου των 17 εσωτερικών προτύπων PCDD/F υποκατάστασης με χλώριο στις θέσεις 2,3,7,8 με ισοτοπική επισήμανση ^{13}C και του συνόλου των 12 εσωτερικών προτύπων των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB με ισοτοπική επισήμανση ^{13}C .

Πρέπει επίσης να προσδιοριστούν οι σχετικοί συντελεστές απόκρισης για εκείνες τις ουσίες για τις οποίες δεν προστίθεται κανένα ανάλογο με ισοτοπική επισήμανση ^{13}C με τη χρησιμοποίηση των κατάλληλων διαλυμάτων βαθμονόμησης.

— Για τα τρόφιμα φυτικής προέλευσης και τα τρόφιμα ζωικής προέλευσης που περιέχουν λιγότερο από 10 % λίπος, η προσθήκη των εσωτερικών προτύπων είναι υποχρεωτική πριν από την εκχύλιση. Για τα τρόφιμα ζωικής προέλευσης που περιέχουν περισσότερο από 10 % λίπος, τα εσωτερικά πρότυπα μπορούν να προστεθούν είτε πριν από την εκχύλιση είτε μετά την εκχύλιση του λίπους. Πραγματοποιείται κατάλληλη επικύρωση της αποτελεσματικότητας της εκχύλισης, ανάλογα με το στάδιο στο οποίο εισάγονται εσωτερικά πρότυπα και ανάλογα με το αν τα αποτελέσματα αναφέρονται με βάση το προϊόν ή το λίπος.

— Πριν από την ανάλυση GC/MS, πρέπει να προστεθούν ένα ή δύο πρότυπο(-α) ανάκτησης (υποκατάσταστο).

— Ο έλεγχος ανάκτησης είναι αναγκαίος. Για τις μεθόδους επιβεβαίωσης, οι ανακτήσεις των μεμονωμένων εσωτερικών προτύπων κυμαίνονται στο εύρος από 60 έως 120 %. Χαμηλότερες ή υψηλότερες ανακτήσεις για μεμονωμένες ομοειδείς ουσίες, ιδίως ορισμένες επτα- και οκτα-χλωριωμένες διβενζοδιοξίνες και διβενζοφουράνια, είναι αποδεκτές υπό τον όρο ότι η συμβολή τους στην τιμή TEQ δεν υπερβαίνει το 10 % της συνολικής τιμής TEQ (με βάση το σύνολο PCDD/F και των παρομοίων με τις διοξίνες PCB). Για τις μεθόδους διαλογής οι ανακτήσεις πρέπει να κυμαίνονται στο εύρος από 30 έως 140 %.

— Πραγματοποιείται διαχωρισμός των διοξινών από τις παρεμβαλλόμενες χλωριωμένες ενώσεις, όπως τα μη παρόμοια με τις διοξίνες PCB και οι χλωριωμένοι διφαινυλικοί αιθέρες με τις κατάλληλες χρωματογραφικές τεχνικές (κατά προτίμηση με στήλη florisil, αλουμίνιας ή/και άνθρακα).

— Ο διαχωρισμός των ισομερών με αέρια χρωματογραφία πρέπει να είναι επαρκής (< 25 % από κορυφή σε κορυφή μεταξύ 1,2,3,4,7,8-HxCDF και 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Ο προσδιορισμός πραγματοποιείται σύμφωνα με τη μέθοδο της EPA 1613 αναθεώρηση Β με τίτλο: «Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS» ή κάποια άλλη μέθοδο με ισοδύναμα κριτήρια απόδοσης.

— Η διαφορά μεταξύ του ανώτατου επιπέδου και του κατώτατου επιπέδου συγκέντρωσης δεν υπερβαίνει το 20 % για τα τρόφιμα με μόλυνση από διοξίνες περίπου 1 pg WHO-TEQ/g λίπους (βασισμένη στο σύνολο των PCDD/PCDF και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCBs). Για τα τρόφιμα με χαμηλή περιεκτικότητα σε λιπαρά πρέπει να εφαρμόζονται οι ίδιες απαιτήσεις για τα επίπεδα μόλυνσης, περίπου 1 pg WHO-TEQ/g προϊόντος. Για χαμηλότερα επίπεδα μόλυνσης, π.χ. 0,517 pg WHO-TEQ/g προϊόντος, η διαφορά μεταξύ ανώτατου ορίου συγκέντρωσης και κατώτερου ορίου συγκέντρωσης μπορεί να βρίσκεται στο εύρος 25-40 %.

7. ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΔΙΑΛΟΓΗΣ (screening)

7.1. Εισαγωγή

Μπορούν να διεξαχθούν διάφορες αναλυτικές προσεγγίσεις με τη χρήση μιας μεθόδου διαλογής: καθαρή προσέγγιση διαλογής και ποσοτική προσέγγιση.

Προσέγγιση διαλογής

Η απόκριση των δειγμάτων συγκρίνεται με αυτήν ενός δείγματος αναφοράς στο επίπεδο ενδιαφέροντος. Τα δείγματα με απόκριση μικρότερη από την αναφορά θεωρούνται αρνητικά, ενώ εκείνα με υψηλότερη απόκριση ύποπτα για θετικά. Απαιτήσεις:

— Σε κάθε σειρά δοκιμών πρέπει να συμπεριληφθεί ένα τυφλό δείγμα και ένα δείγμα αναφοράς, που εκχυλίζονται και δοκιμάζονται ταυτόχρονα υπό τις ίδιες συνθήκες. Το δείγμα αναφοράς πρέπει να παρουσιάζει σαφώς υψηλότερη απόκριση σε σύγκριση με το τυφλό.

— Πρέπει να συμπεριληφθούν επιπλέον δείγματα αναφοράς με συγκέντρωση ίση με το ήμισυ και το 2πλάσιο του επιπέδου ενδιαφέροντος, ώστε να καταδειχτεί η ορθή απόδοση της δοκιμασίας στο φάσμα του ενδιαφέροντος για τον έλεγχο του επιπέδου του ενδιαφέροντος.

- Κατά τη δοκιμή άλλων μητρών, πρέπει να καταδειχτεί η καταλληλότητα των δειγμάτων αναφοράς, κατά προτίμηση με τη χρήση δειγμάτων των οποίων το επίπεδο TEQ, όπως προέκυψε από τις HRGC/HRMS, είναι παρόμοιο με εκείνο του δείγματος αναφοράς ή, αλλιώς, ενός τυφλού εμπλουτισμένου στο επίπεδο αυτό.
- Καθώς δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν εσωτερικά πρότυπα σε βιολογικές δοκιμασίες, πραγματοποιούνται οι δοκιμές επαναληψιμότητας προκειμένου να αντληθούν πληροφορίες σχετικά με την τυπική απόκλιση στα πλαίσια μιας σειράς δοκιμών. Ο συντελεστής μεταβλητότητας πρέπει να είναι μικρότερος από 30 %.
- Για τις βιολογικές δοκιμασίες πρέπει να οριστούν οι ενώσεις-στόχοι, οι πιθανές παρεμποδίσεις και τα μέγιστα ανεκτά επίπεδα τυφλού.

Ποσοτική προσέγγιση

Η ποσοτική προσέγγιση απαιτεί σειρά προτύπων διαλυμάτων, διπλό ή τριπλό καθάρισμα και μέτρηση, καθώς και ελέγχους τυφλού και ανάκτησης. Το αποτέλεσμα μπορεί να εκφράζεται σε TEQ, υποθέτοντας ότι οι ενώσεις που είναι υπεύθυνες για το σήμα αντιστοιχούν στην αρχή των TEQ. Αυτό μπορεί να πραγματοποιηθεί με τη χρήση TCDD (ή ενός τυποποιημένου μείγματος διοξίνης/φουρανίου/παρόμοιου με τις διοξίνες PCB) για τη δημιουργία καμπύλης βαθμονόμησης για τον υπολογισμό του επιπέδου TEQ στο εκχύλισμα και συνεπώς στο δείγμα. Στη συνέχεια το αποτέλεσμα αυτό διορθώνεται για το επίπεδο TEQ που υπολογίζεται για ένα τυφλό δείγμα (για να ληφθούν υπόψη οι ακαθαρσίες από διαλύτες και χημικά που χρησιμοποιήθηκαν), και για την ανάκτηση (που υπολογίζεται από το επίπεδο TEQ σε δείγμα ελέγχου ποιότητας περίπου στο επίπεδο ενδιαφέροντος). Είναι αναγκαίο να σημειωθεί ότι μέρος της εμφανούς φαινόμενης απώλειας ανάκτησης μπορεί να οφείλεται σε επιδράσεις υποστρώματος ή/και σε διαφορές μεταξύ των τιμών TEF στις βιολογικές δοκιμασίες και των επίσημων τιμών TEF που όρισε η ΠΟΥ.

7.2. Απαιτήσεις για τις μεθόδους ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για διαλογή

- Οι μέθοδοι ανάλυσης GC/MS και οι βιολογικές δοκιμασίες μπορούν να χρησιμοποιηθούν για διαλογή. Για τις μεθόδους GC/MS πρέπει να χρησιμοποιηθούν οι απαιτήσεις όπως ορίζονται στο σημείο 6. Ειδικές απαιτήσεις για τις βιολογικές δοκιμασίες με βάση κύτταρα (cell based bioassays) ορίζονται στο σημείο 7.3 του παρόντος παραρτήματος και για τις βιολογικές δοκιμασίες με βάση προσυσκευασμένα αντιδραστήρια (kit-based bioassays) στο σημείο 7.4 του παρόντος παραρτήματος.
- Στοιχεία για τον αριθμό των ψευδώς θετικών και ψευδώς αρνητικών αποτελεσμάτων ενός μεγάλου αριθμού δειγμάτων κάτω και πάνω από το μέγιστο επίπεδο ή το επίπεδο δράσης είναι αναγκαία σε σύγκριση με την περιεκτικότητα σε TEQ όπως προσδιορίζεται με μια επιβεβαιωτική μέθοδο ανάλυσης. Τα πραγματικά ψευδώς αρνητικά ποσοστά πρέπει να είναι κάτω από 1 %. Το ποσοστό των ψευδώς θετικών δειγμάτων πρέπει να είναι αρκετά χαμηλό ώστε η χρήση της μεθόδου διαλογής να είναι πλεονεκτική.
- Τα θετικά αποτελέσματα πρέπει πάντα να επιβεβαιώνονται με επιβεβαιωτική μέθοδο ανάλυσης (HRGC/HRMS). Επιπλέον, τα δείγματα από ένα ευρύ φάσμα TEQ πρέπει να επιβεβαιώνονται με μεθόδους HRGC/HRMS (περίπου 2-10 % των αρνητικών δειγμάτων). Πρέπει να παρέχονται οι πληροφορίες σχετικά με την αντιστοιχία μεταξύ βιολογικής δοκιμασίας και αποτελεσμάτων HRGC/HRMS.

7.3. Ειδικές απαιτήσεις για βιολογικές δοκιμασίες με βάση κύτταρα

- Κατά την εκτέλεση μιας βιολογικής δοκιμασίας, κάθε δοκιμασία απαιτεί μια σειρά συγκεντρώσεων αναφοράς του TCDD ή ένα μείγμα διοξίνης/φουρανίου/παρόμοιου με διοξίνη PCB (καμπύλη απόκρισης πλήρους δόσης με $R^2 > 0,95$). Ωστόσο, για τη διαλογή είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί μια προέκταση της καμπύλης με χρήση χαμηλών επιπέδων συγκεντρώσεων για την ανάλυση δειγμάτων με χαμηλές συγκεντρώσεις.
- Για το αποτέλεσμα της βιολογικής δοκιμασίας για μια σταθερή περίοδο πρέπει να χρησιμοποιηθεί συγκέντρωση αναφοράς TCDD (περίπου 3πλάσιο του ορίου ποσοτικού προσδιορισμού) σε ένα δελτίο ποιοτικού ελέγχου. Μια εναλλακτική λύση θα ήταν η σχετική απόκριση ενός δείγματος αναφοράς σε σύγκριση με τη γραμμή βαθμονόμησης TCDD, δεδομένου ότι η απόκριση των κυττάρων μπορεί να εξαρτάται από πολλούς παράγοντες.
- Πρέπει να καταγράφονται και να ελέγχονται διαγράμματα ποιοτικού ελέγχου (ΠΕ) για κάθε είδος υλικού αναφοράς ώστε να διασφαλιστεί ότι το αποτέλεσμα είναι σύμφωνο με τις παρεχόμενες κατευθυντήριες γραμμές.
- Ιδιαίτερα για τους ποσοτικούς υπολογισμούς, η επαγωγή της αραίωσης δείγματος που χρησιμοποιήθηκε πρέπει να είναι εντός του γραμμικού τμήματος της καμπύλης απόκρισης. Δείγματα πάνω από το γραμμικό τμήμα της καμπύλης απόκρισης πρέπει να αραιώνονται και να δοκιμάζονται εκ νέου. Συνεπώς, συνιστάται να δοκιμάζονται τουλάχιστον 3 ή περισσότερες αραιώσεις ταυτόχρονα.
- Η ποσοστιαία τυπική απόκλιση δεν πρέπει να είναι άνω του 15 % σε ένα τριπλό προσδιορισμό για κάθε αραίωση δείγματος και όχι άνω του 30 % μεταξύ τριών ανεξάρτητων πειραμάτων.
- Για το όριο της ανίχνευσης μπορεί να οριστεί τιμή 3πλάσια της τυπικής απόκλισης του τυφλού του διαλύτη ή της απόκρισης υποβάθρου σήματος. Μια άλλη προσέγγιση είναι η εφαρμογή απόκρισης που είναι άνω του υποβάθρου (συντελεστής επαγωγής πενταπλάσιος του τυφλού του διαλύτη) που υπολογίζεται από την καμπύλη βαθμονόμησης της ημέρας. Μπορεί να καθοριστεί ως όριο ποσοτικού προσδιορισμού τιμή πενταπλάσια έως εξαπλάσια της τυπικής απόκλισης του τυφλού του διαλύτη ή της απόκρισης υποβάθρου ή να εφαρμοστεί απόκριση που είναι σαφώς πάνω από το υπόβαθρο (συντελεστής επαγωγής δεκαπλάσιος του τυφλού του διαλύτη) που υπολογίζεται από την καμπύλη βαθμονόμησης της ημέρας.

7.4. Ειδικές απαιτήσεις για βιολογικές δοκιμασίες με προσσκευασμένα αντιδραστήρια (kit based bioassays)

- Πρέπει να εξασφαλιστεί ότι οι βιολογικές δοκιμασίες με βάση συσκευασίες έχουν επαρκή ευαισθησία και αξιοπιστία ώστε να εφαρμοστούν σε τρόφιμα.
- Πρέπει να τηρούνται οι οδηγίες του κατασκευαστή για την προετοιμασία των δειγμάτων και τις αναλύσεις.
- Τα προσσκευασμένα αντιδραστήρια δοκιμών (test kits) δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται μετά την ημερομηνία λήξης τους.
- Δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται υλικά ή συστατικά που προβλέπονται για χρήση με άλλες συσκευασίες.
- Οι συσκευασίες δοκιμών πρέπει να διατηρούνται σε καθορισμένο εύρος θερμοκρασιών αποθήκευσης και να χρησιμοποιούνται στη συγκεκριμένη θερμοκρασία λειτουργίας.
- Το όριο ανίχνευσης για τις ανοσολογικές δοκιμασίες καθορίζεται πολλαπλασιάζοντας επί 3 την τυπική απόκλιση, που υπολογίζεται με βάση δέκα επαναληπτικές αναλύσεις του τυφλού, και διαιρώντας με την τιμή της κλίσης της γραμμικής εξίσωσης παλινδρόμησης.
- Για τις δοκιμές στο εργαστήριο πρέπει να χρησιμοποιούνται πρότυπα αναφοράς ώστε να εξασφαλιστεί ότι η απόκριση στο πρότυπο κυμαίνεται εντός ενός αποδεκτού εύρους.

8. ΑΝΑΦΟΡΑ ΤΟΥ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΟΣ

Εφόσον η χρησιμοποιούμενη διαδικασία ανάλυσης το καθιστά δυνατό, τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να περιέχουν τα επίπεδα των επιμέρους PCDD/F και ομοειδών PCBs και να αναφέρονται ως κατώτατο όριο συγκέντρωσης, ανώτατο όριο συγκέντρωσης και μέσο όριο συγκέντρωσης προκειμένου να περιλαμβάνουν ένα μέγιστο σύνολο πληροφοριών κατά την υποβολή της έκθεσης των αποτελεσμάτων και να διευκολύνεται έτσι η ερμηνεία των αποτελεσμάτων σύμφωνα με τις ειδικές απαιτήσεις.

Η έκθεση πρέπει επίσης να περιλαμβάνει την περιεκτικότητα του δείγματος σε λιπίδια, καθώς και τη μέθοδο που χρησιμοποιήθηκε για την εκχύλιση των λιπιδίων.

Οι ανακτήσεις των μεμονωμένων εσωτερικών προτύπων πρέπει να γνωστοποιούνται στην περίπτωση που είναι εκτός του εύρους που αναφέρεται στο σημείο 6, στην περίπτωση που υπερβαίνουν το μέγιστο επίπεδο και σε άλλες περιπτώσεις κατόπιν σχετικής αίτησης.

Η αβεβαιότητα της μέτρησης πρέπει επίσης να αναφέρεται, επειδή η παράμετρος αυτή πρέπει να λαμβάνεται υπόψη όταν πρέπει να προσδιοριστεί εάν ένα δείγμα είναι ή όχι συμβατό. Τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρονται ως « $x \pm U$ », όπου x είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και U είναι η διευρυμένη αβεβαιότητα της μέτρησης, χρησιμοποιώντας ένα συντελεστή κάλυψης 2, ο οποίος δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %. Σε περίπτωση ξεχωριστού προσδιορισμού των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB, το σύνολο της εκτίμησης της διευρυμένης αβεβαιότητας των ξεχωριστών αναλυτικών αποτελεσμάτων των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB πρέπει να χρησιμοποιηθεί για το σύνολο των διοξινών και των παρόμοιων με τις διοξίνες PCB.

Εάν ληφθεί υπόψη η αβεβαιότητα της μέτρησης μέσω του CCa (όπως περιγράφεται στο παράρτημα I, μέρος 5), η παράμετρος αυτή πρέπει να αναφέρεται.

Τα αποτελέσματα εκφράζονται στις ίδιες μονάδες και με τον ίδιο (τουλάχιστον) αριθμό σημαντικών ψηφίων των ανώτατων επιπέδων που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1881/2006.

Προσάρτημα στο Παράρτημα II

Πίνακας των TEF της ΠΟΥ για την αξιολόγηση του κινδύνου για τον άνθρωπο, με βάση τα συμπεράσματα της συνεδρίασης της Παγκόσμιας Οργάνωσης Υγείας (WHO) στη Στοκχόλμη (Σουηδία), από τις 15 έως τις 18 Ιουνίου 1997 [Van den Berg et al., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775]

Ομοειδής ουσία	Τιμή TEF	Ομοειδής ουσία	Τιμή TEF
Διβενζο-παρα-διοξίνες (PCDD)		«Παρόμοια με τις διοξίνες» PCB Μη-ορθο PCB + Μονο-ορθο PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Μη ορθο-PCB	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Διβενζοφουράνια (PCDF)		Μονο-ορθο PCB	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Συντμήσεις : «Τ» = τετρα· «Ρε» = πεντα· «Ηx» = εξα· «Ηρ» = επτα· «Ο» = οκτα· «CDD» = χλωροδιβενζοδιοξίνη· «CDF» = χλωροδιβενζοφουράνιο· «CB» = χλωροδιφαινύλιο.