

**VERORDENING (EG) Nr. 1883/2006 VAN DE COMMISSIE**

**van 19 december 2006**

**tot vaststelling van bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen**

**(Voor de EER relevante tekst)**

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EG) nr. 882/2004 van het Europees Parlement en de Raad van 29 april 2004 inzake officiële controles op de naleving van de wetgeving inzake diervoeders en levensmiddelen en de voorschriften inzake diergezondheid en dierenwelzijn<sup>(1)</sup>, en met name op artikel 11, lid 4,

Overwegende hetgeen volgt:

- (1) Bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 van de Commissie van 19 december 2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen<sup>(2)</sup> worden maximumgehalten aan dioxinen en furanen en voor de som van dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's in bepaalde levensmiddelen vastgesteld.
- (2) Richtlijn 2002/69/EG van de Commissie van 30 juli 2002 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op dioxinen en de gehaltebepaling van dioxineachtige pcb's in levensmiddelen<sup>(3)</sup> stelt specifieke bepalingen vast betreffende de bemonsteringsprocedure en de analysemethoden voor de officiële controle.
- (3) Met het oog op de toepassing van nieuwe maximumgehalten voor de som van dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's moet Richtlijn 2002/69/EG gewijzigd worden. Duidelijkheidshalve is het wenselijk Richtlijn 2002/69/EG door deze nieuwe verordening te vervangen.
- (4) De bij deze verordening vastgestelde bepalingen gelden alleen voor de bemonstering en analyse van dioxinen en dioxineachtige pcb's ter uitvoering van Verordening (EG) nr. 1881/2006 en zijn niet van invloed op de bemonsteringsstrategie en de niveaus en frequenties van bemonstering zoals vastgelegd in de bijlagen III en IV bij Richtlijn

96/23/EG van de Raad van 29 april 1996 inzake controlemaatregelen ten aanzien van bepaalde stoffen en residuen daarvan in levende dieren en in producten daarvan en tot intrekking van de Richtlijnen 85/358/EEG en 86/469/EEG en de Beschikkingen 89/187/EEG en 91/664/EEG<sup>(4)</sup>. Evenmin zijn zij van invloed op de criteria voor gerichte bemonstering zoals vastgesteld bij Beschikking 98/179/EG van de Commissie van 23 februari 1998 houdende vaststelling van uitvoeringsbepalingen met betrekking tot de officiële bemonstering in het kader van de opsporing van bepaalde stoffen en residuen daarvan in levende dieren en dierlijke producten<sup>(5)</sup>.

- (5) Met behulp van een gevalideerde, op grote schaal aanvaarde screeningsmethode met hoge doorvoer kunnen de monsters met hoge gehalten aan dioxinen en dioxineachtige pcb's worden uitgeselecteerd. Het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's in deze monsters moet met behulp van een bevestigingsmethode worden bepaald. Daarom moeten er stringente voorschriften voor de bevestigingsmethoden en minimumvoorschriften voor de screeningsmethode worden vastgesteld.
- (6) De bemonstering van zeer grote vissen moet nauwkeurig worden omschreven om een geharmoniseerde methode in de hele Gemeenschap te waarborgen.
- (7) Bij vissen van dezelfde soort die uit hetzelfde gebied afkomstig zijn, kan het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's afhankelijk van de omvang en/of leeftijd van de vis verschillen. Bovendien spreekt het niet vanzelf dat het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's in alle delen van de vis gelijk is. Daarom moet bij bemonstering van vissen de bemonstering en monstervoorbereiding nauwkeurig worden omschreven om een geharmoniseerde methode in de hele Gemeenschap te waarborgen.
- (8) Met het oog op een geharmoniseerde handhaving in de gehele Gemeenschap is het van groot belang dat de analyseresultaten op uniforme wijze worden gerapporteerd en geïnterpreteerd.
- (9) De in deze verordening vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor de voedselketen en de diergezondheid,

<sup>(1)</sup> PB L 165 van 30.4.2004, blz. 1, gerectificeerd in PB L 191 van 28.5.2004, blz. 1. Verordening gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 776/2006 van de Commissie (PB L 136 van 24.5.2006, blz. 3).

<sup>(2)</sup> Zie bladzijde 5 van dit Publicatieblad.

<sup>(3)</sup> PB L 209 van 6.8.2002, blz. 5. Richtlijn laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 2004/44/EG (PB L 113 van 20.4.2004, blz. 17).

<sup>(4)</sup> PB L 125 van 23.5.1996, blz. 10. Richtlijn laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 882/2004 van het Europees Parlement en de Raad (PB L 165 van 30.4.2004, blz. 1, gerectificeerd in PB L 191 van 28.5.2004, blz. 1).

<sup>(5)</sup> PB L 65 van 5.3.1998, blz. 31. Beschikking gewijzigd bij de Toetredingsakte van 2003.

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

*Artikel 1*

De bemonstering ten behoeve van de officiële controle van de in sectie 5 van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 vermelde gehalten aan dioxinen, furanen en dioxineachtige pcb's wordt overeenkomstig de methoden van bijlage I bij deze verordening uitgevoerd.

*Artikel 2*

De monstervoorbereiding en de analyses ten behoeve van de officiële controle van de in sectie 5 van de bijlage bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 vermelde gehalten aan dioxinen, furanen en dioxineachtigepcb's in levensmiddelen worden over-

eenkomstig de methoden van bijlage II bij deze verordening uitgevoerd.

*Artikel 3*

Richtlijn 2002/69/EG wordt ingetrokken. Verwijzingen naar de ingetrokken richtlijn gelden als verwijzingen naar deze verordening.

*Artikel 4*

Deze verordening treedt in werking op de twintigste dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publicatieblad van de Europese Unie*.

Zij is van toepassing met ingang van 1 maart 2007.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke lidstaat.

Gedaan te Brussel, 19 december 2006.

*Voor de Commissie*  
Markos KYPRIANOU  
*Lid van de Commissie*

## BIJLAGE I

**BEMONSTERINGSMETHODEN VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP HET GEHALTE AAN DIOXINEN (PCDD's/PCDF's) EN DIOXINEACHTIGE PCB'S IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN****1. TOEPASSINGSGEBIED**

De monsters voor de officiële controle op de gehalten aan dioxinen (PCDD's/PCDF's) en dioxineachtige pcb's in levensmiddelen worden genomen overeenkomstig de in deze bijlage beschreven methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de partijen of subpartijen waarvan zij zijn genomen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de maximumgehalten zoals vastgesteld bij Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

**2. DEFINITIES**

Partij: identificeerbare hoeveelheid levensmiddel die in één zending is geleverd en waarbij de verantwoordelijke functionaris gemeenschappelijke kenmerken heeft geconstateerd, zoals herkomst, soort, type verpakking, verpakker, verzender of aangebrachte vermeldingen of stempels. In geval van vissen en visserijproducten dienen ook de afmetingen van de vissen vergelijkbaar te zijn. Indien de omvang en/of het gewicht binnen een zending niet vergelijkbaar is, kan de zending nog steeds als een partij worden beschouwd, maar moet er een specifieke bemonsteringsprocedure worden uitgevoerd.

— Subpartij: deel van een grote partij dat voor bemonsteringsdoeleinden van die partij is afgescheiden. Elke subpartij moet fysiek gescheiden zijn en identificeerbaar zijn.

— Basismonster: hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of de subpartij is genomen.

— Verzamelmonster: het totaal van alle uit de partij of de subpartij genomen basismonsters.

— Laboratoriummonster: een representatief deel of een representatieve hoeveelheid van het verzamelmonster, bestemd voor het laboratorium.

**3. ALGEMENE BEPALINGEN****3.1. Personeel**

De monsters worden genomen door een door de lidstaat aangewezen gemachtigde.

**3.2. Te bemonsteren materiaal**

Elke partij of subpartij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

**3.3. Voorzorgsmaatregelen**

Bij de bemonstering en de bereiding van de monsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's kan veranderen of de analytische bepaling of de representativiteit van het verzamelmonster kan worden beïnvloed.

**3.4. Basismonsters**

De basismonsters worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt 3.8 van deze bijlage bedoelde verslag vermeld.

**3.5. Bereiding van het verzamelmonster**

Het verzamelmonster wordt verkregen door de basismonsters door elkaar te mengen. Het moet een gewicht van minimaal 1 kg hebben, behalve als dat niet uitvoerbaar is, bijvoorbeeld als één enkele verpakking bemonsterd is.

**3.6. Identieke monsters**

Van het gehomogeniseerde verzamelmonster worden identieke monsters voor controle-, verhaal- en referentiedoel-einden genomen, mits deze procedure in overeenstemming is met de regelgeving van de lidstaat inzake de rechten van de exploitant van het levensmiddelenbedrijf. De grootte van de laboratoriummonsters voor controledoel-einden moet zodanig zijn dat ten minste duploanalyses mogelijk zijn.

### 3.7. Verpakking en verzending van de monsters

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging, verlies van analyten door adsorptie aan de binnenwand van de recipiënt en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

### 3.8. Verzegeling en etikettering van de monsters

Elk officieel monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd volgens de in de lidstaten geldende voorschriften.

Van elke bemonstering wordt een bemonsteringsverslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden de bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

## 4. BEMONSTERING

Bij de gebruikte bemonsteringswijze wordt ervoor gezorgd dat het verzamelmonster representatief is voor de te controleren (sub)partij.

### 4.1. Verdeling van partijen in subpartijen

Grote partijen worden in subpartijen verdeeld, mits de subpartij en de partij fysiek van elkaar kunnen worden gescheiden. Voor producten die in grote bulkzendingen worden verhandeld (zoals plantaardige oliën) geldt tabel 1. Voor de overige producten geldt tabel 2. Aangezien de partijen niet altijd een gewicht hebben dat een exact veelvoud is van het gewicht van de subpartijen, mag het gewicht van de subpartijen het aangegeven gewicht met maximaal 20 % overschrijden.

Tabel 1

#### Onderverdeling van partijen in subpartijen bij in bulkzendingen verhandelde producten

Gewicht van de partij (in ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen
≥ 1 500	500 ton
> 300 en < 1 500	3 subpartijen
≥ 50 en ≤ 300	100 ton
< 50	—

Tabel 2

#### Onderverdeling van partijen in subpartijen bij overige producten

Gewicht van de partij (in ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen
≥ 15	15-30 ton
< 15	—

### 4.2. Aantal basisonsters

Het verzamelmonster (totaal van alle basisonsters) moet een gewicht van minstens 1 kg hebben (zie deel 3.5 van deze bijlage).

Het minimumaantal basisonsters dat van de partij of subpartij dient te worden genomen is in de tabellen 3 en 4 aangegeven.

In geval van onverpakte vloeibare producten moet de partij of subpartij voor zover mogelijk en voor zover dit de kwaliteit van het product niet beïnvloedt, net vóór de bemonstering goed worden gemengd, hetzij handmatig, hetzij mechanisch. In dat geval wordt verondersteld dat de verontreinigingen homogeen over de partij of subpartij zijn verdeeld. Drie basisonsters van een partij of subpartij zijn daarom voldoende om het verzamelmonster te vormen.

De basisonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn. Het gewicht van het basisonster moet minimaal 100 gram zijn.

Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt 3.8 van deze bijlage bedoelde verslag vermeld. Overeenkomstig Beschikking 97/747/EG van de Commissie van 27 oktober 1997 tot vaststelling van de niveaus en frequenties van de monsternemingen zoals bedoeld in Richtlijn 96/23/EG van de Raad, ten behoeve van de controle op bepaalde stoffen en residuen daarvan in bepaalde dierlijke producten<sup>(1)</sup> bedraagt de omvang van het samen te stellen verzamelmonster voor kippeneieren ten minste twaalf eieren (zowel voor onverpakte partijen als voor partijen die uit afzonderlijke verpakkingen bestaan, tabellen 3 en 4).

<sup>(1)</sup> PB L 303 van 6.11.1997, blz. 12.

Tabel 3

**Minimumaantal van de partij of subpartij te nemen basismonsters**

Gewicht of volume van de partij/subpartij (in kg of liter)	Minimumaantal basismonsters
< 50	3
50 tot 500	5
> 500	10

Indien de partij of subpartij uit afzonderlijke verpakkingen of eenheden bestaat, wordt voor het verzamelmonster een aantal verpakkingen of eenheden genomen overeenkomstig tabel 4.

Tabel 4

**Aantal verpakkingen of eenheden (basismonsters) waaruit het verzamelmonster wordt samengesteld indien de partij of subpartij uit afzonderlijke verpakkingen of eenheden bestaat**

Aantal verpakkingen of eenheden in de partij/subpartij	Aantal te bemonsteren verpakkingen of eenheden
1 tot 25	minimaal 1 verpakking of eenheid
26 tot 100	circa 5 %, minimaal 2 verpakkingen of eenheden
> 100	circa 5 %, maximaal 10 verpakkingen of eenheden

**4.3. Bijzondere bepalingen voor de bemonstering van partijen die gehele vissen van vergelijkbaar gewicht en vergelijkbare grootte bevatten**

Vissen worden geacht een vergelijkbare grootte en vergelijkbaar gewicht te bezitten, indien het verschil in grootte en gewicht niet meer dan 50 % bedraagt.

In tabel 3 wordt aangegeven hoeveel basismonsters van de partij worden genomen. Het verzamelmonster (totaal van alle basismonsters) moet een gewicht van minstens 1 kg hebben (zie punt 3.5).

- Als de te bemonsteren partij kleine vissen (met een gewicht van < circa 1 kg per vis) bevat, wordt de hele vis als basismonster genomen om het verzamelmonster te vormen. Als het resulterende verzamelmonster meer dan 3 kg weegt, mogen de basismonsters bestaan uit het middendeel (met een minimumgewicht van 100 gram per stuk) van de vissen van het verzamelmonster. Het totale deel waarop het maximumgehalte van toepassing is, wordt gebruikt voor de homogenisering van het monster.

Het middendeel van de vis is waar het zwaartepunt ligt. Dit is meestal gelegen bij de rugvin (als de vis een rugvin bezit) of halverwege tussen de kieuwopening en de aars.

- Als de te bemonsteren partij grotere vissen (met een gewicht van meer dan circa 1 kg per vis) bevat, bestaat het basismonster uit het middendeel van de vis. Elk basismonster weegt minstens 100 gram.

Bij middelgrote vissen (circa 1-6 kg) wordt als basismonster een moot van de vis van de ruggengraat tot de buik in het middendeel van de vis genomen.

Bij zeer grote vissen (> circa 6 kg) wordt het basismonster genomen van het vlees van de rechterdorsolaterale spier (vooraanzicht) in het middendeel van de vis. Als er ernstige economische schade ontstaat doordat een dergelijk gedeelte van het middendeel van de vis wordt genomen, wordt het voldoende geacht om drie basismonsters van elk 350 gram te nemen afhankelijk van de omvang van de partij, dan wel een gelijkwaardig gedeelte van het spiervlees dichtbij het staartdeel en het spiervlees dichtbij het kopdeel van één vis te nemen om een basismonster te vormen dat representatief is voor het gehalte aan dioxinen in de hele vis.

#### 4.4. Bemonstering van partijen vis die gehele vissen van verschillend gewicht en/of verschillende grootte bevatten

- De bepalingen van punt 4.3 wat betreft monstersamenstelling zijn van toepassing.
- Als een grootte- of gewichtsklasse/-categorie overheerst (circa 80 % of meer van de partij), wordt het monster genomen van vissen van de overheersende grootte of het overheersende gewicht. Dit monster wordt beschouwd als representatief voor de gehele partij.
- Indien geen bepaalde grootte- of gewichtsklasse/-categorie overheerst, moet erop worden toegezien dat de voor het monster uitgekozen vissen representatief voor de zending zijn. Het „Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight” <sup>(1)</sup> bevat specifieke richtsnoeren voor dergelijke gevallen.

#### 4.5. Bemonstering in de detailhandel

De bemonstering in de detailhandel wordt zo mogelijk verricht overeenkomstig de bemonsteringsvoorschriften in deel 4.2 van deze bijlage.

Is dit niet mogelijk, dan kan in de detailhandel een alternatieve bemonsteringsmethode worden toegepast, mits deze een voldoende representativiteit voor de bemonsterde partij of subpartij biedt.

#### 5. OVEREENSTEMMING VAN DE PARTIJ OF SUBPARTIJ MET DE EISEN

De partij wordt aanvaard als het analyseresultaat van één analyse het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde respectieve maximumgehalte aan dioxinen en de som van dioxinen en dioxineachtige pcb's niet overschrijdt, rekening houdend met de meetonzekerheid.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgelegde maximumgehalte als de door een dublobepaling <sup>(2)</sup> bevestigde bovengrens <sup>(3)</sup> van het analyseresultaat buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, rekening houdend met de meetonzekerheid.

Met de meetonzekerheid kan op een van de volgende wijzen rekening worden gehouden:

- door de uitgebreide onzekerheid te berekenen met een dekkingsfactor 2, wat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert. Een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde minus de onzekerheid boven het toelaatbare gehalte ligt. Bij een afzonderlijke bepaling van dioxinen en dioxineachtige pcb's moet de som van de geschatte uitgebreide onzekerheid van de afzonderlijke analyseresultaten van dioxinen en dioxineachtige pcb's worden gebruikt voor de som van dioxinen en dioxineachtige pcb's;
- door de beslissingsgrens (CCa) te bepalen overeenkomstig Beschikking 2002/657/EG van de Commissie van 12 augustus 2002 ter uitvoering van Richtlijn 96/23/EG van de Raad wat de prestaties van analysemethoden en de interpretatie van resultaten betreft <sup>(4)</sup> (punt 3.1.2.5. van de bijlage — stoffen waarvoor een toelaatbaar gehalte is vastgesteld). Een partij of subpartij voldoet niet aan de voorschriften als de gemeten waarde gelijk is aan of boven de CCa ligt.

Deze interpretatievoorschriften gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitrage-doeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)

<sup>(2)</sup> De dublobepaling is noodzakelijk om de mogelijkheid van interne kruisverontreiniging of een onbedoelde verwisseling van monsters uit te sluiten. De eerste bepaling, waarbij de meetonzekerheid in aanmerking wordt genomen, wordt gebruikt voor de controle op de naleving.

Indien de analyse wordt gedaan in verband met een incident met dioxineverontreiniging, kan de bevestiging door middel van de dublobepaling komen te vervallen als de voor de analyse geselecteerde monsters via traceerbaarheid terug te voeren zijn op dat incident.

<sup>(3)</sup> Om de bovengrens te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congener aan de Toxic Equivalent (TEQ) gelijkgesteld aan de bepaalbaarheidsgrens. Om de ondergrens te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congener aan de TEQ gelijkgesteld aan nul.

Om de middelwaarde te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congener aan de TEQ gelijkgesteld aan de helft van de bepaalbaarheidsgrens.

<sup>(4)</sup> PB L 221 van 17.8.2002, blz. 8. Beschikking gewijzigd bij Beschikking 2004/25/EG (PB L 6 van 10.1.2004, blz. 38).

## BIJLAGE II

**MONSTERVOORBEREIDING EN VOORSCHRIFTEN VOOR DE ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN GEBRUIKT VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP HET GEHALTE AAN DIOXINEN (PCDD's/PCDF's) EN DIOXINEACHTIGE PCB'S IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN**

## 1. TOEPASSINGSGEBIED

De voorschriften in deze bijlage gelden voor de analyse van levensmiddelen voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (polychloordibenzo-p-dioxinen (PCDD's), en polychloordibenzofuranen (PCDF's) en dioxineachtige pcb's.

De aanwezigheid van dioxinen in levensmiddelen kan worden nagegaan aan de hand van een screeningsmethode waarmee monsters met een gehalte aan dioxinen en dioxineachtige pcb's dat minder dan 25 % onder het betrokken maximumgehalte ligt of dat overschrijdt, worden uitgeselecteerd. De dioxineconcentratie en de som van dioxinen en dioxineachtige pcb's in deze uitgeselecteerde monsters moeten worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode.

Screeningsmethoden zijn methoden die worden gebruikt om de aanwezigheid van dioxinen en dioxineachtige pcb's op het betrokken concentratieniveau vast te stellen. Met deze methoden kunnen in korte tijd veel monsters worden verwerkt en ze worden gebruikt om uit grote aantallen monsters die monsters te selecteren die mogelijk positief reageren. Zij zijn er specifiek op gericht fout-negatieve resultaten te vermijden.

Bevestigingsmethoden zijn methoden die volledige of aanvullende informatie leveren voor de ondubbelzinnige identificatie en bepaling van dioxinen en dioxineachtige pcb's op het betrokken concentratieniveau.

## 2. ACHTERGROND

De concentraties van de verschillende stoffen in een monster worden elk met de respectieve, door de Wereldgezondheidsorganisatie vastgestelde en in het aanhangsel bij deze bijlage vermelde toxische-equivalentiefactor (TEF) vermenigvuldigd en vervolgens bij elkaar opgeteld ter verkrijging van de totale concentratie aan dioxineachtige verbindingen, uitgedrukt in toxische equivalenten (TEQ's).

Met het oog op de toepassing van deze richtlijn is de aanvaarde specifieke bepaalbaarheidsgrens van een afzonderlijke congeneer gelijk aan de concentratie van een analyt in een monsterextract die voor de twee te meten ionen een instrumentele respons geeft met een signaal-ruisverhouding van 3:1 voor het zwakste signaal, waarbij voldaan wordt aan de basis-eisen zoals retentietijd en isotopenverhouding overeenkomstig de bepalingmethode die wordt beschreven in EPA method 1613 revision B.

## 3. KWALITEITSBORGINGVOORSCHRIFTEN VOOR DE MONSTERVOORBEREIDING

- Er moeten maatregelen worden genomen om kruiscontaminatie in elke fase van de bemonsterings- en analyseprocedure te voorkomen.
- De monsters moeten worden bewaard en vervoerd in recipiënten van glas, aluminium, polypropyleen of polyethyleen. Sporen papierstof moeten van de monsterrecipiënt verwijderd worden. Het glaswerk moet worden gespoeld met oplosmiddelen die van tevoren op de aanwezigheid van dioxinen zijn gecontroleerd.
- De levensmiddelenmonsters moeten zodanig worden bewaard en vervoerd dat de integriteit ervan bewaard blijft.
- Voor zover nodig wordt elk laboratoriummonster fijngemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat (bv. zo fijn gemalen dat het een zeef met mazen van 1 mm kan passeren); als het vochtgehalte te hoog is, moeten de monsters voor het malen worden gedroogd.
- Er moet een blancobepaling worden verricht door de gehele analyseprocedure met weglating van het monster uit te voeren.
- Er moet een voldoende grote hoeveelheid monster worden geëxtraheerd om aan de eisen inzake gevoeligheid te voldoen.
- De voor de producten in kwestie gebruikte specifieke monsterbereidingsprocedures moeten worden gevalideerd volgens internationaal aanvaarde richtsnoeren.

- Bij vis moet de huid worden verwijderd, aangezien het maximumgehalte geldt voor spier vlees zonder huid. Het is echter noodzakelijk alle restanten van spier vlees en vetweefsel aan de binnenkant van de huid zorgvuldig en volledig van de huid te schrapen en deze resten spier vlees en vetweefsel aan het te analyseren monster toe te voegen.

#### 4. VOORSCHRIFTEN VOOR DE LABORATORIA

- De laboratoria moeten de prestaties aantonen van een methode in de buurt van het betrokken concentratieniveau, bv. 0,5-maal, 1-maal en 2-maal het betrokken concentratieniveau met een aanvaardbare variatiecoëfficiënt voor herhaalde analyse. Zie deel 5 voor de bijzonderheden met betrekking tot de acceptatiecriteria.
- De bepaalbaarheidsgrens voor een bevestigingsmethode dient ongeveer een vijfde van het betrokken concentratieniveau te zijn.
- Bij wijze van interne kwaliteitsborging moeten voortdurend blancobepalingen en bepalingen op verrijkte monsters of controlemonsters (bij voorkeur gecertificeerde referentiematerialen, indien beschikbaar) worden uitgevoerd.
- De geschiktheid van het laboratorium moet worden aangetoond doordat het steeds met goed gevolg deelneemt aan interlaboratoriumonderzoeken voor de gehaltebepaling van dioxinen en dioxineachtige pcb's in de betrokken matrices (levensmiddelen en diervoeders).
- De laboratoria moeten overeenkomstig Verordening (EG) nr. 882/2004 door een erkende instantie die werkt volgens ISO-handleiding 58 geaccrediteerd zijn om te garanderen dat zij kwaliteitsborging op hun analyses toepassen. De laboratoria moeten geaccrediteerd zijn overeenkomstig de norm ISO/IEC/17025.

#### 5. VOORSCHRIFTEN VOOR EEN ANALYSEMETHODE VOOR DIOXINEN EN DIOXINEACHTIGE PCB'S

##### Basisvoorschriften voor de acceptatie van analysemethoden:

- *Hoge gevoeligheid en lage aantoonbaarheidsgrenzen.* Voor PCDD's en PCDF's moeten de aantoonbaarheidsgrenzen in het picogram TEQ-gebied ( $10^{-12}$  g) liggen in verband met de extreme toxiciteit van sommige van deze verbindingen. Het is bekend dat pcb's in hogere concentraties voorkomen dan PCDD's en PCDF's. Voor de meeste pcb-congeneren is een gevoeligheid in het nanogramgebied ( $10^{-9}$  g) al voldoende. Voor de bepaling van de sterker toxische dioxineachtige pcb-congeneren (met name non-ortho-gesubstitueerde congeneren) moet echter dezelfde gevoeligheid worden gehaald als voor PCDD's en PCDF's.
- *Hoge selectiviteit (specificiteit).* PCDD's, PCDF's en dioxineachtige pcb's moeten kunnen worden onderscheiden van tal van andere stoffen die ook worden geëxtraheerd en de bepaling kunnen storen, en die aanwezig zijn in concentraties die enkele orden van grootte hoger kunnen liggen dan de concentraties van de te bepalen analyten. Bij gaschromatografie-massaspectrometriemethoden (GC/MS) moet onderscheid kunnen worden gemaakt tussen de verschillende congeneren, bijvoorbeeld tussen toxische congeneren (zoals de zeventien 2,3,7,8-gesubstitueerde PCDD's en PCDF's en dioxineachtige pcb's) en andere congeneren. Met behulp van bioassays kunnen de TEQ-waarden selectief als de som van PCDD's, PCDF's en dioxineachtige pcb's worden bepaald.
- *Grote nauwkeurigheid (juistheid en precisie).* De bepaling moet een betrouwbare schatting van de werkelijke concentratie in een monster opleveren. Grote nauwkeurigheid (nauwkeurigheid van de meting: de mate van overeenstemming tussen het meetresultaat en de werkelijke of toegekende waarde van de te meten grootte) is vereist om afwijzing van een analyse-uitkomst van een monster op grond van de geringe betrouwbaarheid van de raming van de TEQ's te voorkomen. De nauwkeurigheid wordt uitgedrukt als juistheid (verschil tussen de gemiddelde waarde die is gemeten voor een analyt in een gecertificeerd referentiemateriaal en zijn gecertificeerde waarde, uitgedrukt als percentage van deze laatste waarde) en precisie ( $RSD_R$  = de relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen).

Tot de screeningsmethoden behoren bioassays en GC/MS-methoden; als bevestigingsmethoden worden hogeresolutie-gaschromatografie/hogeresolutie-massaspectrometriemethoden (HRGC/HRMS) gebruikt. Bij de totale TEQ-waarde moet aan de volgende criteria voldaan worden:

	Screeningsmethoden	Bevestigingsmethoden
Percentage fout-negatieve uitslagen	< 1 %	
Juistheid		– 20 % tot + 20 %
Precisie ( $RSD_R$ )	< 30 %	< 15 %

## 6. SPECIFIEKE VOORSCHRIFTEN VOOR SCREENINGS- EN BEVESTIGINGSMETHODEN (GC/MS)

- Aan het begin van de analyseprocedure, bijvoorbeeld vóór de extractie, moeten <sup>13</sup>C-gelabelde 2,3,7,8-chloorge-substitueerde interne PCDD/F-standaarden en <sup>13</sup>C-gelabelde interne dioxineachtige pcb-standaarden worden toegevoegd om de analysemethode te valideren. Er moet ten minste één congeneer voor elk van de tetra- tot octagechloreerde homologe groepen voor PCDD/F's en ten minste één congeneer voor elk van de homologe groepen voor dioxineachtige pcb's worden toegevoegd (een andere mogelijkheid is het toevoegen van ten minste één congeneer voor elke voor de bepaling van PCDD/F's en dioxineachtige pcb's gebruikte functie voor meting van massaspectrometrisch geselecteerde ionen). Er is een duidelijke voorkeur, zeker in het geval van bevestigingsmethoden, voor het gebruik van alle zeventien <sup>13</sup>C-gelabelde 2,3,7,8-gesubstitueerde interne PCDD/F-standaarden en alle twaalf <sup>13</sup>C-gelabelde interne dioxineachtige pcb-standaarden.

De relatieve responsfactoren moeten ook worden bepaald voor congenen waarvoor geen <sup>13</sup>C-gelabeld analogon is toegevoegd onder gebruikmaking van geschikte ijkoplossingen.

- In geval van levensmiddelen van plantaardige oorsprong en levensmiddelen van dierlijke oorsprong die minder dan 10 % vet bevatten, moeten de interne standaarden vóór de extractie worden toegevoegd. Bij levensmiddelen van dierlijke oorsprong die meer dan 10 % vet bevatten, kunnen de interne standaarden hetzij vóór de extractie worden toegevoegd, hetzij na de vetextractie. Er moet een geschikte validatie van de extractie-efficiëntie worden uitgevoerd, afhankelijk van het stadium waarin interne standaarden worden geïntroduceerd en van de vraag of de resultaten op product- of vetbasis worden weergegeven.
- Voordat de GC/MS-analyse wordt uitgevoerd, moeten een of twee standaarden (surrogaten) worden toegevoegd ter bepaling van de terugvinding.
- Bepaling van de terugvinding is noodzakelijk. Voor bevestigingsmethoden moet de terugvinding van de verschillende interne standaarden tussen 60 en 120 % liggen. Lagere of hogere terugvindingspercentages voor bepaalde congenen, met name voor sommige hepta- en octagechloreerde dibenzodioxinen en dibenzofuranen, kunnen worden geaccepteerd mits hun bijdrage tot de TEQ-waarde niet meer dan 10 % van de totale TEQ-waarde (gebaseerd op de som van PCDD/F's en dioxineachtige pcb's) bedraagt. Voor screeningsmethoden moet de terugvinding tussen de 30 en 140 % liggen.
- De dioxinen moeten met behulp van geschikte chromatografische technieken worden gescheiden van storende chloorverbindingen zoals niet-dioxineachtige pcb's en gechloreerde difenylethers (bij voorkeur met behulp van een florisil-, aluminiumoxide- en/of koolstofkolom).
- De gaschromatografische scheiding van de isomeren moet voldoende zijn (< 25 % piek-piek tussen 1,2,3,4,7,8-HxCDF en 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- De bepaling dient te gebeuren volgens EPA Method 1613 revision B: Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS of een methode met gelijkwaardige prestatiecriteria.
- Het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens mag niet meer dan 20 % bedragen voor levensmiddelen met een dioxineverontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g vet (gebaseerd op de som van PCDD's/PCDF's en dioxineachtige pcb's). Voor levensmiddelen met een laag vetgehalte gelden dezelfde eisen voor een verontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g product. Voor geringe verontreinigingen, bv. 0,50 pg WHO-TEQ/g product, mag het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens 25 tot 40 % bedragen.

## 7. SCREENINGSMETHODEN

### 7.1. Inleiding

Er kunnen verschillende benaderingen worden gevolgd voor de screeningsmethode: een echte screening en een kwantitatieve benadering.

#### Screening

De respons van de monsters wordt vergeleken met die van een referentiemonster op het betrokken concentratieniveau. Monsters die een kleinere respons vertonen dan het referentiemonster worden als negatief aangemerkt, monsters met een grotere respons als verdacht positief. Eisen:

- In elke testreeks moeten een blanco en een referentiemonster worden meegenomen, die op hetzelfde moment onder identieke omstandigheden worden geëxtraheerd en onderzocht. Het referentiemonster moet een duidelijk verhoogde respons te zien geven in vergelijking met een blanco.
- Er moeten extra referentiemonsters met een concentratie van 0,5-maal en 2-maal het betrokken concentratieniveau worden onderzocht om aan te tonen dat de test in het voor de controle van het betrokken concentratieniveau relevante concentratiebereik voldoet.

- Bij het onderzoeken van andere matrices moet nagegaan worden of de referentiemonsters geschikt zijn, bij voorkeur door monsters te onderzoeken waarvan met HRGC/HRMS is aangetoond dat zij een TEQ-waarde van ongeveer die van het referentiemonster hebben, dan wel een tot die concentratie verrijkt blanco monster.
- Aangezien er bij bioassays geen interne standaarden kunnen worden gebruikt, moeten herhaalbaarheidstesten worden uitgevoerd om gegevens te verkrijgen over de standaardafwijking binnen één testreeks. De variatiecoëfficiënt moet kleiner dan 30 % zijn.
- Voor bioassays moeten de doelverbindingen, de mogelijke storingen en de maximaal toelaatbare blanco waarden worden vastgesteld.

#### *Kwantitatieve benadering*

Voor de kwantitatieve benadering zijn standaardverduunningsreeksen, clean-up en bepaling in duplo of triplo, alsmede blanco- en terugvindingsbepalingen nodig. Het resultaat kan worden uitgedrukt als TEQ, waarbij wordt aangenomen dat de verbindingen die het signaal geven aan het TEQ-principe voldoen. Dit kan worden gedaan door met TCDD (of een standaardmengsel dioxinen/furanen/dioxineachtige pcb's) een ijkcurve te maken om het TEQ-gehalte in het extract en dus in het monster te berekenen. Het resultaat wordt vervolgens gecorrigeerd voor het TEQ-gehalte dat voor een blanco monster is berekend (om te corrigeren voor onzuiverheden afkomstig van de gebruikte oplosmiddelen en chemicaliën) en de terugvinding (berekend uit het TEQ-gehalte in een kwaliteitscontrolemonster met een concentratie omstreeks het betrokken concentratieniveau). N.B.: het schijnbare verlies in de terugvinding kan ten dele te wijten zijn aan matrixeffecten en/of verschillen tussen de TEF-waarden in de bioassays en de officiële TEF-waarden die door de WHO zijn vastgesteld.

### **7.2. Voorschriften voor screeningsmethoden**

- Voor screening kunnen GC/MS-methoden en bioassays worden gebruikt. Voor GC/MS-methoden moeten de in punt 6 beschreven voorschriften worden gebruikt. Voor bioassays op basis van cellen zijn specifieke voorschriften vastgelegd in punt 7.3 van deze bijlage en voor bioassays op basis van kits in punt 7.4 van deze bijlage.
- Er moet informatie beschikbaar zijn over het aantal fout-positieve en fout-negatieve uitslagen in een groot aantal monsters onder en boven het maximumniveau of actieniveau in vergelijking met het TEQ-gehalte dat met behulp van een bevestigingsmethode is bepaald. Het werkelijke percentage fout-negatieve uitslagen moet kleiner dan 1 % zijn. Het percentage fout-positieve monsters moet zo klein zijn dat gebruik als screeningstest zinvol is.
- Positieve resultaten moeten altijd door middel van een bevestigingsmethode (HRGC/HRMS) bevestigd worden. Daarnaast moeten monsters uit een groot TEQ-bereik worden bevestigd met HRGC/HRMS (ongeveer 2-10 % van de negatieve monsters). Er moet informatie over de overeenstemming tussen de bioassay- en HRGC/HRMS-resultaten worden verstrekt.

### **7.3. Specifieke voorschriften voor bioassays op basis van cellen**

- Bij het uitvoeren van een bioassay is voor elke testrun een reeks referentieconcentraties van TCDD of een mengsel van dioxinen/furanen/dioxineachtige pcb's vereist (volledige dosis-responscurve met  $R^2 > 0,95$ ). Voor screeningsdoeleinden kan echter ook een gedetailleerdere curve voor het lage-concentratiebereik worden gebruikt voor het analyseren van monsters met een laag gehalte.
- Voor het resultaat van de bioassay over een constant tijdsinterval moet een TCDD-referentieconcentratie (ongeveer driemaal de bepaalbaarheidsgrens) op een kwaliteitscontroleformulier worden gebruikt. Een andere mogelijkheid is de relatieve respons van een referentiemonster ten opzichte van de TCDD-ijklijn, aangezien de respons van de cellen van tal van factoren kan afhangen.
- Voor elk soort referentiemateriaal moeten kwaliteitscontrolekaarten worden bijgehouden en gecontroleerd om na te gaan of het resultaat in overeenstemming is met de aangegeven richtsnoeren.
- Met name voor kwantitatieve berekeningen moet de inductie van de gebruikte monsterverduunning in het lineaire gebied van de ijkcurve liggen. Monsters die boven het lineaire gebied van de ijkcurve liggen, moeten worden verdund en opnieuw worden gemeten. Daarom moeten er telkens ten minste drie verdunningen worden gemeten.
- De standaardafwijking mag voor een triplobepaling bij elke monsterverduunning niet meer zijn dan 15 % en bij drie onafhankelijke experimenten niet meer dan 30 %.
- De aantoonbaarheidsgrens kan worden gesteld op driemaal de standaardafwijking van de oplosmiddelblanco of het achtergrondniveau. Een andere mogelijkheid is hiervoor de concentratie te nemen die in de ijkcurve van de testdag overeenkomt met een respons die boven de achtergrond ligt (een inductie van vijfmaal de respons van de oplosmiddelblanco). De bepaalbaarheidsgrens kan worden gesteld op vijf- tot zesmaal de standaardafwijking van de oplosmiddelblanco of het achtergrondniveau; ook kan hiervoor de concentratie worden genomen die in de ijkcurve van de testdag overeenkomt met een respons die boven de achtergrond ligt (een inductie van tienmaal de respons van de oplosmiddelblanco).

#### 7.4. Specifieke voorschriften voor bioassays op basis van kits

- Er dient voor te worden gezorgd dat de bioassays op basis van kits gevoelig en betrouwbaar genoeg zijn om te worden gebruikt bij levensmiddelen.
- De aanwijzingen van de fabrikant voor de monstervoorbereiding en de analyses moeten worden opgevolgd.
- Testkits waarvan de houdbaarheidsdatum is verstreken, mogen niet worden gebruikt.
- Materiaal of componenten die bedoeld zijn voor andere kits, mogen niet worden gebruikt.
- De testkits moeten worden opgeslagen binnen het aangegeven temperatuurbereik en worden gebruikt bij de aangegeven gebruikstemperatuur.
- De aantoonbaarheidsgrens voor een immunoassay wordt bepaald als de som van het gemiddelde en driemaal de standaardafwijking, verkregen uit tien herhaalde blancoanalyses, gedeeld door de helling van de lineaire regressievergelijking.
- In het laboratorium moeten proeven worden uitgevoerd op referentiestandaarden om na te gaan of de respons van de standaard in de test in een aanvaardbaar bereik ligt.

#### 8. RAPPORTAGE VAN DE RESULTATEN

Voor zover de gebruikte analyseprocedure dit toelaat, moeten de analyseresultaten de concentratieniveaus van de afzonderlijke PCDD/F- en pcb-congeneren bevatten en worden gerapporteerd als „ondergrens”, „bovengrens” en „middelwaarde” teneinde voldoende details te verstrekken om de resultaten al naar de gestelde eisen te kunnen interpreteren.

Het verslag moet ook het vetgehalte van het monster en de voor vetextractie gehanteerde methode omvatten.

De terugvindingspercentages van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld ingeval de terugvindingspercentages buiten het in punt 6 aangegeven bereik liggen, wanneer het maximumniveau wordt overschreden en in andere gevallen op verzoek.

Daar de meetonzekerheid bij de beslissing of het monster aan de eisen voldoet, in aanmerking moet worden genomen, moet deze parameter ook ter beschikking worden gesteld. Derhalve dienen de analyseresultaten te worden vermeld als „ $x \pm U$ ”, waarbij  $x$  het analyseresultaat is en  $U$  de uitgebreide meetonzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen. Bij een afzonderlijke bepaling van dioxinen en dioxineachtige pcb's moet de som van de geschatte uitgebreide onzekerheid van de afzonderlijke analyseresultaten van dioxinen en dioxineachtige pcb's worden gebruikt voor de som van dioxinen en dioxineachtige pcb's.

Als de meetonzekerheid door de toepassing van CC $\alpha$  (zie deel 5 van bijlage I) in aanmerking wordt genomen, dient deze parameter te worden aangegeven.

De resultaten worden in dezelfde eenheden en met (minimaal) hetzelfde aantal significante cijfers weergegeven als de in Verordening (EG) nr. 1881/2006 vastgestelde maximumgehalten.

## Aanhangsel bij bijlage II

Tabel TEF's van de WHO voor de beoordeling van de risico's voor de mens, gebaseerd op de conclusies van de bijeenkomst van de Wereldgezondheidsorganisatie in Stockholm, Zweden, 15-18 juni 1997 (Van den Berg e.a., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775)

Congeneer	TEF-waarde	Congeneer	TEF-waarde
<b>Dibenzo-p-dioxinen (PCDD's)</b>		<b>„Dioxineachtige” pcb's: non-ortho-pcb's + mono-ortho-pcb's</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Non-ortho-pcb's</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	0,0001
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		
<b>Dibenzofuranen (PCDF's)</b>		<i>Mono-ortho-pcb's</i>	
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		

Gebruikte afkortingen: „T” = tetra; „Pe” = penta; „Hx” = hexa; „Hp” = hepta; „O” = octa; „CDD” = chloordibenzodioxine; „CDF” = chloordibenzofuran; „CB” = chloorbifenyl.