32002L0069

L 209/5 IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ 6.8.2002

ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI 2002/69/KE tat-30 ta' Lulju 2002 li tistabbilixxi l-metodi għat-teħid ta' kampjuni u l-metodi ta' l-analiżi għall-kontroll uffiċjali tad-diossini u d-determinazzjoni ta' PCBs li jixbħu d-diossini fl-oġġetti ta' l-ikel

(Test b' rilevanza ŻEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 85/591/KEE tal-20 ta' Diċembru 1985 li tirrigwarda l-introduzzjoni ta' metodi Komunitarji għat-teħid tal-kampjuni u l-analiżi għall-monitoraġġ ta' l-oġġetti ta' l-ikel maħsuba għall-konsum mill-bniedem ([1]), u partikularment Artikoli 1 u 4 tagħha,

Billi:

(1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 466/2001 ([2]), kif l-aħħar emendat bir-Regolament (KE) Nru 563/2002 ([3]), u emendat bir-Regolament tal-Kunsill (KE) Nru 2375/2001 ([4]) jistabbilixxi l-limiti massimi għad-diossini u l-furani f'ċertu oġġetti ta' l-ikel.

(2) Id-Direttiva tal-Kunsill 89/397/KEE tal-14 ta' Ġunju 1989 dwar il-kontroll uffiċjali ta' oġġetti ta' l-ikel ([5]) tistabbilixxi l-prinċipji ġenerali għat-twettiq tal-kontrolli fuq l-oġġetti ta' l-ikel. Id-Direttiva tal-Kunsill 93/99/KEE tad-29 ta' Ottubru 1993 dwar is-suġġett ta' miżuri addizzjonali dwar il-kontroll uffiċjali ta' l-oġġetti ta' l-ikel ([6]) tintroduċi sistema ta' *standards* ta' kwalità għall-laboratorji inkarigati mill-Istati Membri bil-kontroll uffiċjali ta' l-oġġetti ta' l-ikel.

(3) Id-Direttiva 85/591/KEE stabbiliet kriterji ġenerali għall-metodi ta' kampjunar u l-analiżi. B'dana kollu, f'ċerti każi, huwa meħtieġ li jkunu stabbiliti aktar kriterji speċifiċi u jew ħtiġiet li magħhom il-metodi ta' l-analiżi għandhom ikunu konformi sabiex jassiguraw li l-laboratoriji jużaw il-metodi ta' l-analiżi b'livelli komparabbli ta' twettieq.

(4) Id-dispożizzjonijiet dwar l-ikkampjunar u l-metodi ta' l-analiżi ġew ippreparati fuq il-bażi tat-tagħrif preżenti u jistgħu jkunu adattati sabiex jieħdu konsiderazzjoni ta' l-avvanzi fit-tagħrif xjentifiku w teknoloġiku.

(5) Id-dispożizzjonijiet stabbiliti f'dinid-Direttiva jirrelataw biss mat-teħif ta kampjuni u l-analiżi ta' diossini u l-PCBs li jixbħu ddiossini għal-implimentazzjoni tar-Regolament (KE) Nru 466/2001 u ma jaffetwawx l-istrateġija tat-teħid ta' kampjuni, il-livell u l-frekwenza tat-teħid ta' kampjuni kif speċifikat f'Annessi III u IV tad-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE tad-29 ta' April 1996 dwar il-miżuri għall-monitoraġġ ta' ċerti sustanzi u r-residwi tagħhom f'bhejjem ħajjin u fi prodotti mill-bhejjem u li tirrevoka d-Direttivi 85/358/KEE u 86/469/KEE u d-Deċiżjonijiet 89/187/KEE u 91/664/KEE ([7]). Huma ma jaffettwawx il-kriterji mmirati għall-ikkampjunar kif stabbiliti fid-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 98/179/KE tat-23 ta' Frar 1998 li tistipula regoli dettaljati dawr it-teħid uffiċjali ta' kampjuni għas-sorveljar ta' ċerti sustanzi u r-residwi tagħhom f'bhejjem ħajjin u fi prodotti mill- ([8]).

(6) Konfront attiv għandu jintuża sabiex tkun akwistata informazzjoni komprensiva u li ta' min jorbot fuqha dwar il-presenza tal-PCBs li jixbħu d-diossini fl-oġġeti ta' l-ikel. Għalhekk għandhom jiġu stabbiliti l-ħtiġiet għal dak li jirrigwarda l-metodi ta' l-analiżi li għandhom jintużaw għad-determinazzjoni ta' PCB li jixbħu d-diossini fl-oġġetti ta' l-ikel.

(7) Metodu ta' *screening* b'validazzjoni li hija ppruvata, u li hija ġeneralment aċċettata u *throughput* għoli jista' jintuża sabiex jintgħażlu kampjuni b'livelli sinjifikanti ta' diossini. Il-livelli tad-diossini f'dawn il-kampjuni jenħtieġ li jkunu determinati b'metodu ta' l-analiżi ta' konferma. Għalhekk, huwa xieraq li jkunu stabbiliti ħtiġiet stretti għall-metodi ta' l-analiżi ta'konferma u l-ħtiġiet minimi għall-metodu ta' *screening*.

(8) Il-miżuri li hemm provvediment dwarhom f'din id-Direttiva huma bi qbil mal-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-katina ta' l-ikel u s-saħħa ta' l-annimali,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jassiguraw li l-ikkampjunar għall-kontroll uffiċjali tal-livelli tad-diossini u l-furani u d-determinazzjoni tal-livelli ta' PCBs li jixbħu d-diossini fl-oġġetti ta' l-ikel ikunu mwettaq skond il-metodi deskritti f'Anness I.

([1]) ĠU L 372, tal-31.12.1985, p. 50.
([2]) ĠU L 77, tas-16.3.2001, p. 1.
([3]) ĠU L 86, tat-3.4.2002, p. 5.
([4]) ĠU L 321, tas-6.12.2001, p. 1.
([5]) ĠU L 186, tat-30.6.1989, p. 23.
([6]) ĠU L 290, ta' l-24.11.1993, p. 14.
([7]) ĠU L 125, tat-23.5.1996, p. 10.
([8]) ĠU L 65, tal-5.3.1998, p. 31.

Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom jassiguraw li l-prepamenti tal-kampjuni w tal-metodi ta' l-analiżi wżati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli tad-diossini u l-furani u d-determinazzjoni tal-livelli ta' PCBs li jixbħu d-diossini fl-oġġetti ta' l-ikel ikunu konformi mal-kriterji deskritti f'Anness II.

Artikolu 3

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti u d-dispożizzjonijiet amministrattivi meħtieġa sabiex ikunu konformi ma' din id-Direttiva mhux aktar tard mit-28 ta' Frar 2003. Huma għandhom jinfurmaw lill-Kummissjoni b'dan minnufih.

Meta l-Istati Membri jadottaw dawk id-dispożizzjonijiet, dawn għandu jkollhom referenza għal din id-Direttiva jew ikunu akkumpanjati minn tali referenza fl-okkażżjoni tal-pubblikazzjoni uffiċjali tagħhom. L-Istati membri għandhom jiddeterminaw kif għandha ssir din ir-referenza.

Artikolu 4

Din id-Direttiva għandha tidħol fis-seħħ fl-20 jum ta' wara l-pubblikazzjoni tagħha fil-*Ġurnal Uffiċjali tal-Komunitajiet Ewropej*.

Artikolu 5

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, it-30 ta' Lulju 2002.

Għall-Kummissjoni

David BYRNE

Membru tal-Kummissjoni

ANNESS I

METODI TA' L-IKKAMPJUNAR GĦALL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TAD-DIOSSINI (PCDD/PCDF) U D-DETERMINAZZJONI TA' PCBs LI JIXBĦU D-DIOSSINI F' ĊERTI OĠĠETTI TA' L-IKEL

1. Għan u skop

Kampjuni ntiżi għall-kontroll uffiċjali tal-livelli tal-kontenut tad-diossini (PCDD/PCDF), kif ukoll għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' PCB li jixbħu d-diossini ([1]) fl-oġġetti ta' l-ikel għandhom jinġabru skond il-metodi deskritti hawn taħt. Ġabriet ta' kampjuni akwistati totalment b'dan il-metodu jkunu meqjusa bħala rappreżentattivi tal-lottijiet jew sub-lottijiet li minnhom huma meħudha. Konformità mal-livelli massimi stabbiliti fir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 466/2001 li jistabbilixxi l-livelli tà Konformita' mal-livelli massimi li jinstabu f'regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 4662001 li jistabilixxi l-livelli massimi għall-ċerti kontaminanti fl-oġġetti ta' l-ikel għandhom ikun stabbiliti abbażi tal-livelli stabbiliti fil-kampjuni tal-laboratorju.

2. Definizzjonijiet

Lott: kwantità identifikabbli ta' ikel ikkunsinnjat f'waqt wieħed u ddeterminat mill-uffiċċjal li għandu karatteristiċi komuni, bħal ma huma l-oriġini, l-varietà, t-tip ta' l-ippakkjar, ta' minn jippakkja, l-konsenjattur jew il-marki. Fil-każ ta' ħut u prodotti tas-sajd, id-daqs tal-ħut ukoll għandu jkun komparabbli.

Sub-lott: parti stabbilita ta' lott akbar sabiex tapplika l-metodu tal-ikkampjunar fuq dik il-parti stabbilita. Kull sub-lott għandu jkun separat fiżikament u identifikabbli.

Kampjun inkrementali: kwantità ta'materjal meħuda minn post wieħed fil-lott jew fis-sub-lott.

Aggregazzjoni tal-kampjun: it-total aggregat tal-kampjuni inkrimentali kollha meħudha mill-lott jew mis-sub-lott.

Kampjun tal-laboratorju: parti/kwantità repreżentattiva tal-kampjun aggregat intiż għall-laboratorju.

([1]) It-Tabella WHO. TEF għall-studju ta' riskju uman ibbażat fuq il-konklużjonijiet tal-laqgħa tal-Organizazzjoni Dinjija tas-Saħħa fi Stokkolma, l-Isvezja,15-18 ta' Ġunju 1997 *(Van den Berg et al., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for humans and for Wildlife.Environmental Health Persectives, 106(12), 775).*

Congener	Valur TEF	Congener	Valur TEF
Dibenzo-p-diossini (PCDDs)		**PCBs li jixbħu lid-diossini Non-ortho PCB + Mono-ortho PCB's**	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PKEDD	1	**Non-ortho PCBs**	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0.0 001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	PCB 81	0.0 001
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	0.0 001		
Dibenzofurans (PCDF)		**Mono-ortho PCBs**	
2,3,7,8-TCDF	0.1	PCB 105	0.0 001
1,2,3,7,8-PKEDF	0.05	PCB 114	0.0 005
2,3,4,7,8-PKEDF	0.5	PCB 118	0.0 001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1	PCB 123	0.0 001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	PCB 156	0.0 005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1	PCB 157	0.0 005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1	PCB 167	0.00 001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01	PCB 189	0.0 001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01		
OCDF	0.0 001		

Taqsiriet użati: T = tetra; P = Penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = octa; CDD = chlorodibenzodioxinj; CDF = chlorodibenzofuranj; CB = chlorobiphenyl.

3. **Dispożizzjonijiet Ġenerali**

3.1. *Ħaddiema*

L-ikkampjunar għandu jitwettqu minn ħaddiema kwalifikati awtorizzati kif speċifikat mill-Istati Membri.

3.2. *Materjal li għandu jkun ikkampjunat*

Kull lott, li għandu jkun eżaminat, għandu jittieħed kampjun minnu separatament.

3.3. *Prekawzjonijiet li għandhom jittieħdu*

Fil-kors tat-teħid tal-kampjun u l-preparazzjoni tal-kampjuni tal-laboratorju, għandhom jittieħdu l-prekawzjonijiet sabiex ikun evitat kull tibdil, li jaffettwa l-kontenut tad-diossini u l-PCB li jixbħu d-diossini, li jaffetwaw b'mod ħażin id-determinazzjoni analitika jew jgħamlu l-aggregazzjoni tal-kampjuni mhux rappreżentattiva.

3.4. *Kampjuni f'numru li dejjem jikber*

Sa fejn huwa possibbli, kampjuni f'numru li dejjem jikber għamdhom jittieħdu minn postijiet differenti mxerda ma tul il-lott jew is-sub-lott. Differenza minn din il-proċedura għandha tkun irrekordjata fir-rekord li hemm provediment dwaru fi 3.8.

3.5. *Preparazzjoni tal-kampjuni aggregati*

L-ikkampjunar aggregat għandu jsir bil-ġbir ma xulxin tal-kampjuni kollha f'numru li dejjem jikber. Għandu jkun għall-anqas ta' 1 kg sakemm dan ma jkunx prattikabbli, eż. meta pakkett wieħed jittieħed għall-ikkampjunar.

3.6. *Subdiviżjoni tal-kampjun aggregat f'kampjuni tal-laboratorju għall-infurzar, skopijiet ta' difża u arbitraġġ*

Il-kampjuni tal-laboratorju għall-inforzar, kummerċ (difiża) u skopijiet ta' arbitraġġ għandhom jittieħdu mill-kampjun omoġenizzat totali sakemm dan ma jkunx konfliġġenti mar-regolamenti dwar l-ikkampjunar tal-Istati Membri. Id-daqs tal-kampjuni tal-laboratorju għall-infurzar ikunu suffiċjenti sabiex jippermetti mill-inqas għall-analiżi doppja.

3.7. *L-ipakkjar u t-trasmissjoni ta' kampjuni aggregati u tal-laboratorju*

Kull wieħed mill-kampjuni aggregati u tal-laboratorju għandu jitpoġġa f'kontenitur nadif u inert li joffri protezzjoni adekwata minn kontaminazzjoni, minn telf ta' analiti permezz ta' l-assorbiment mill-ħitan interni tal-kontenitur u kontra l-ħsara fit-trasport. Il-prekawzjonijiet kollha neċessarji għandhom jittieħdu sabex jiġi evitat tibdil fil-kompożizzjoni tal-kampjuni aggregati u tal-laboratorju, li jista' jseħħ waqt it-trasport jew il-ħażna.

3.8. *Is-siġillar u l-ittikkettjar ta' kampjuni aggregati u tal-laboratorju*

Kull kampjun meħud għall-użu uffiċjali għandu ikun issiġillat fil-post minn fejn jinġabar il-kampjun u għandu jkun identifikat skond ir-regolament tal-Istati Membri. Għandu jinżamm rekord ta' kull kampjun, li jippermetti li kull lott jiġi identifikat b'mod preċiż u li jgħati d-data w l-post li fih ikun ittieħed il-kampjun flimkien ma' kwalunkwe informazzjoni addizzjonali li tista' tkun ta' għajnuna lill-analista.

4. **Pjanijiet ta' kif jittieħdu l-kampjuni**

Il-metodu applikat tal-ikkampjunar għandu jassigura li l-kampjun aggregat huwa rappreżentattiv għall-lott li għandu jiġi kontrollat.

Numru ta' kampjuni f'numru li dejjem jikber

Fil-każ ta' ħalib u żjut, li jkun fih distribuzzjoni omoġenja ta' kontaminanti in kwistjoni fil-lott speċifiku, huwa suffiċjenti li jittieħdu tlett kampjuni f'numru li dejjem jikber għal kull lott li jifforma parti mill-kampjun totali. Referenza għan numru tal-lott għandha tingħata. Għall-prodotti l-oħra, in- numru minimu ta' kampjuni f'numru li dejjem jikber li jistgħu jittieħdu mill-lott għandu ikun skond it-Tabella 1.

Il-kampjun aggregat li jorbot il-kampjuni f'numru li dejjem jikber kollha għandu ikun għall-anqas ta' 1 kg (ara l-punt 3.5). Il-kampjuni f'numru li dejjem jikber għandhom ikunu ta' piż simili. Il-piż tal-kampjun konsekuttiv għandu jkun ta' għall-anqas 100 grammi. Il-piż tal-kampjun konsekuttiv jiddependi fuq id-daqs tal-partiċelli fil-lott. Tluq minn din il-proċedura għandu jkun irrekordjata fir-rekord li hemm provediment dwaru taħt 3.8. Skond id-dispożizzjonijiet tad-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 97/747/KE tas-27 ta' Ottubru 1997 li tistabbilixxi l-livelli w l-rekwenzi tat-teħid ta' kampjuni li hemm provvediment dwarhom fid-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE għall-monitoraġġ ta' ċerti sustanzi u residwi taghhom f'ċerti prodotti mill-annimali [1], id-daqs tal-kampjun tal-bajd tat-tiġieġ huwa għall-anqas 12-il bajda (għal-lottijiet bil-massa kif ukoll għall-lottijiet li jikkonsistu f'pakketti ndividwali, ara t-Tabelli 1 u 2).

[1] ĠU L 303, tas-6.11.1997, p. 12.

TABELLA 1

Numru Minimuu ta' kampjuni inkrimentali li għandhom jittieħdu mill-lott

Piż tal-lott (f' kg)	Numru minimu ta' kampjuni f'numru li dejjem jikber li għandhom jittieħdu
< 50	3
50 sa 500	5
< 500	10

jekk il-lott jikkonsisti f'pakketti individwali, allura n-numru ta' pakketti, li għandhom jittieħdu mill-kampjun aggregat, huwa mgħoti fit-Tabella 2.

TABELLA 2

Numbru ta' pakketti (kampjuni f'numru li dejjem jikber) li għandhom jittieħdu mill-kampjun totali jekk il-lott jikkonsisti f'pakketti individwali

Numru ta' pakketti jew unitajiet fil-lott	Numru ta' pakketti jew unitajiet li għandhom jittieħdu
1 sa 25	pakkett 1 jew unità
26 sa 100	ċirka 5 %, għall-inqas 2 pakketti jew unitajiet
> 100	ċirka 5 %, f' massimu ta' 10 pakketti jew unitajiet

5. **Konformità tal-lott jew tas-sub-lott ma' l-ispeċifikazzjoni**

Il-laboratorju ta' kontroll għandu janalizza l-kampjun tal-laboratorju għall-infurzar b'analiżi doppja fil-każ li r-riżultat ottenut ta' l-ewwel analiżi huwa anqas minn 20 % taħt jew iżjed mill-livell massimu, u jikkalkola l-medja tar-riżultati. Il-lott huwa aċċettabbli jekk ir-riżultat ta' l-ewwel analiżi huwa aktar minn 20 % taħt il-livell massimu jew, meta l-analiżi doppja hija meħtieġa, jekk il-medja hija konformi mal-livell massimu rispettiv skond ir-Regolament (KE) Nru 466/2001.

ANNESS II

PREPARAMENTI TA' KAMPJUNI U L-ĦTIĠIET GĦALL-METODI TA' L-ANALIŻI WŻATI FIL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TAD-DIOSSINI (PCDD/PCDF) U D-DETERMINAZZJONI TAL-PCB LI JIXBĦU D-DIOSSINI F' ĊERTI OĠĠETTI TA' L- IKEL

1. **L-Objettiv u l-qasam ta' l-applikazzjoni**

Dawn il-ħtiġiet għandhom jiġu applikati meta l-oġġett ta' l-ikel ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli tad-diossini (*polychlorinated dibenzo-p-dioxins* (PCDD) u *polychlorinated dibenzofurans* (PCDF)) u d-determinazzjoni tal-PCB li jixbħu d-diossini.

Il-monitoraġġ għall-presenza ta' diossini fl-oġġetti ta' l-ikel jista' jitwettaq permezz tal-istrateġija li tinvolwi metodu ta' selezzjoni sabiex jiġu magħżula dawk il-kampjuni b'livelli ta' diossini u l-PCB li jixbħu d-diossini li huma anqas minn 30-40 % taħt jew jeċċedu l-livell ta' l-interess. Il-konċentrazzjoni tad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli sinjifikanti jeħtieġu li jkunu ddeterminati/konfermati permezz ta' metodu ta' konferma.

Il-metodi ta' l-għażla huma metodi li jintużaw sabiex tinstab il-preżenza tad-diossini u l-PCB li jixbħu d-diossini fil-livell tal-interess. Dawn il-metodi għandhom il-kapaċità għall-ammont qawwi tal-ikkampjunar u huma wżati sabiex ikunu eżaminati numri kbar ta' kampjuni għall-pożittivi potenzjali. Huma ddisinnjati speċifikament sabiex jiġu evitati negattivi foloz.

Il-metodi ta' konferma huma l-metodi li jipprovdu informazzjoni sħiħa jew komplimentarja li tagħmilha possibbli li d-diossini u l-PCB li jixbħu d-diossini ikunu identifikati w ikkwantifikati mingħajr ekwivoku fil-livell ta' l-interess.

2. **Sfond**

Peress li l-kampjuni ambjentali u bioloġiċi (inklużi l-kampjuni ta' oġġetti ta' l-ikel) ġeneralment ikun fihom taħlitiet komplessivi ta' *dioxin congeners* differenti, il-kunċett ta' *Toxic Equivalency Factors (TEFs)* ġie żviluppat sabiex ikun iffaċilitat l-assessament tar-riskju. Dawn it- *TEFs* ġew stabbiliti sabiex jesprimu konċentrazzjonijiet ta' taħlitiet ta' *2,3,7,8- PCDDs* sostitwiti u PCDFs, u aktar reċenti, uħud mill- *non-ortho* u *mono-ortho chlorine substituted PCBs* li jipossjedu attività li tixbaħ id-dissoni f'ekwivalenti tossiċi (TEQs) ta' 2, 3, 7, 8-TCDD (ara Anness 1, il-postilla 1).

Il-konċentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun speċifiku huma mmultiplikati bit-TEF rispettiva tagħhom u sussegwentement magħduda sabiex tgħati l-konċentrazzjoni totali tal-komponenti li jixbħu d-diossini espressi bħala TEQs.

Il-kunċett ta' "*upperbound*" jeħtieġ l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull *congener* mhux kwantifikat għat-TEQ.

Il-kunċett ta' "*lowerbound*" jeħtieġ l-użu ta' żero għall-kontribuzzjoni ta' kull *congener* mhux kwantifikat għat-TEQ.

Il-kunċett ta' "*mediumbound*" jeħtieġ l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni li jikkalkula l-kontribuzzjoni ta' kull *congener* mhux kwantifikat għat-TEQ.

3. **Ħtiġiet ta' l-assigurazzjoni tal-kwalità li għandhom ikunu mwettqa għall-preparazzjoni tal-kampjun**

— Miżuri għandhom jittieħdu sabiex tkun evitata l-*cross-contamination* f'kull stadju tal-proċedura tal-ikkampjunar u ta' l-analiżi.

— Il-kampjuni għandhom jiġu maħżuna w ittrasportati f'kontenituri tal-ħġieġ, ta' l-aluminju, tal-*polypropylene* jew tal-*polyethylene*. Traċċi ta' trab tal-karta għandhom jitneħħew mill-kontenitur tal-kampjun. Oġġetti tal-ħġieġ għandhom ikunu mlaħalħa b'solventi kontrollati preċedentement għall-preżenza tad-diossini.

— Il-ħażna u t-trasport tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li jżomm l-integrità tal-kampjun ta' l-oġġett ta' l-ikel.

— Sa fejn huwa relevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun mitħun fin u mħallat bl-użu ta' proċess li ġie muri li jakwista omoġenizzazzjoni kompluta (e.g. tħin sabiex jgħaddi minn ġo arbiel ta' 1 mm); il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel ma jiġu polverizzati jekk il-kontenut umdu ikunu għoli wisq.

— Wettaq analiżi fil-bjank billi twettaq il-proċedura analitika kollha w tħalli barra biss il-kampjun.

— Il-piż tal-kampjun wżat għall-estrazzjoni għandu jkun suffiċjenti sabiex jissodissfa l-ħtiġiet għal dak li jirrigwarda s-sensittività.

— Hemm ħafna proċeduri speċifiċi sodisfaċenti għall-preparazzjoni tal-kampjun, li jistgħu jintużaw għall-prodotti li jkunu kkunsidrati. Il-proċeduri għandhom ikunu vvalidati skond il-linji ta' gwida aċċettati internazzjonalment.

4. **Ħtiġiet għall-Laboratorji**

— Il-laboratorji għandhom juru t-twettieq ta' metodu fil-medda tal-livell ta' l-interess, e.g.. 0,5 ×, 1 × u 2 × il-livell ta' l-interess b'koeffiċjenti aċċettabli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta. Għal detalliji ta' kriterji ta' l-aċċettazzjoni, ara l-punt 5.

— Limitu ta' kwantifikazzjoni għall-metodu ta' konferma għandu jkun fil-medda ta' ċirka kwint tal-livell ta' l-interess, sabiex ikunu assigurati l-koeffiċjenti aċċettabli li l-varjazzjonijiet huma sodisfatti fil-medda tal-livell ta' l-interess.

— Kontrolli regolari fil-bjank w esperimenti ta' instigar jew analiżi tal-kontroll tal-kampjuni (preferibbilment, jekk disponibbli, materjal ta' referenza ċċertifikata) għandhom jitwettqu bħala miżuri ta' kontoll tal-kwalità interna.

— Parteċipazzjoni b'suċċess fi studji inter-laboratorji li jeżaminaw il-profiċjenza tal-laboratorju huwa l-aħjar meżż biex tkun ippruvata l-kompetenza fl-analiżi speċifika. B'dana kollu l-parteċipazzjoni b'suċċess fi studji inter-laboratorji għal, e.g. kampjuni tal-ħamrija jew tad-drenaġġ, mhux neċessarjament jipprova l-kompetenza wkoll fil-qasam tal-kampjuni ta' l-ikel jew ta' l-għalf ta' l-annimali, li jippreżentaw livelli aktar baxxi ta' kontaminazzjoni. Għalhekk, il-parteċipazzjoni kontinwa fi studji inter-laboratorji għad-determinazzjoni ta' diossini u l-PCB li jixbħu d-diossini fil-matriċi rilevanti ta' l-għalf/ikel hija obbligatorja.

— Bi qbil mad-dispożizzjonijiet tad-Direttiva 93/99/KEE, laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skond l-*ISO Guide 58* sabiex jassigura li huma jkunu qiegħdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati skond l-*istandard* ISO/IKE/17025:1999.

5. **Ħtiġiet li għandhom ikunu sodisfatti għall-proċedura analitika għal diossini u PCB li jixbħu d-diossini**

Ħtiġiet bażiċi għall-aċċettazzjoni tal-proċeduri analitiċi:

— *Il-limiti ta' sensittività għolja u baxxa għat-tfitxija tal-PCDDs u l-PCDFs.* Il-kwanitiajiet li jistgħu jinstabu għandhom ikunu fil-medda *picogram* TEQ (10^{-2} g) minħabba t-tossiċità estrema ta' xi uħud minn dawn il-komponenti. PCBs huma magħrufa li jiġu f'livelli għola mill-*PCDDs* u l-*PCDFs*. Għall-maġġoranza tal-PCB *congeners* ta' sensittività fil-medda tan-nanogram (10^{-9} g) hija diġa suffiċjenti. B'dana kollu, għall-qies ta' PCB *congeners* li jixbħu d-diossi ta' tossiċità għolja (partikularment *non-ortho substituted congeners*), l-istess sensittività għandha tkun milħuqa għall-*PCDDs* u l-*PCDFs*.

— *Selettività għolja (speċifiċita).* Distinzjoni hija meħtieġa għall-*PCDDs*, *PCDFs* u *PCB* li jixbħu d-diossini minn numru kbir ta' *coextracted* u komponenti oħra li possibbilment jinterfieru li huma preżenti f'konċentrazzjonijiet sa' numru kbar ta' ordnijiet ta' kobor għola minn dawk ta' l-analiti ta' l-interess. Għall-metodi ta' kromatografija/massa tal-gass *spectrometry* (GC/MS), differenza fost il-varji *congeners* hija neċessarja, bħalma hija bejn it-tossiċità (e.g. is-sbatax-il 2,3,7,8-substituted PCDDs u PCDFs u PCB li jixbħu d-diossini) u *congeners* oħrajn. *Bioassays* għandhom ikunu jistgħu jistabilixxu l-valuri TEQ selettivament bħala s-somma ta' PCDDs, PCDFs u PCB li jixbħu d-diossini.

— *Preċiżjoni għolja (veraċità w preċiżjoni).* Id-determinazzjoni għandha tipprovdi estimi validi tal-konċentrazzjoni vera f'kampjun. Preċiżjoni għolja (preċiżjoni tal-qies: il-viċinanzi tal-ftehim bejn ir-riżultat tal-qies b'valur veru jew assenjat tal-qies) huwa neċessarju sabiex jiġu evitati rifjuti ta' riżultati ta' l-analiżi tal-kampjun abbażi tad-dipendabbilità baxxa ta' l-istima tat- TEQ. Preċiżjoni hija espressa bħala veraċità (differenza bejn il-medja tal-valur ikkalkulat għall-analiti f'materjal iċċertifikat u l-valuri ċċertifikati tiegħu, espressi bħala persentaġġ ta' dawn il-valuri) u l-preċiżjoni (il-preċiżjoni hija normalament ikkalkolata bħala devjazzjoni *standard* inkluza kemm tista' tiġi ripetuta w riprodotta, u tindika l-viċinanzi tal-ftehim bejn ir-riżultati akwistati billi jiġu applikati ħafna drabi l-proċeduri esperimentali taħt il-kondizzjonijiet preskritti).

Il-metodi ta' l-analiżi jistgħu jinkludu l-*bioassays* u l-metodi GC/MS; metodi ta' konferma huma l-metodi ta' riżoluzzjoni għolja tal-kromatografija/riżoluzzjoni għolja tal-gass b'metodi ta' spektrometrija (HRGC/HRMS). Il-kriterji li ġejjin għandhom ikunu sodisfatti fuq valur totali TEQ:

	Metodi ta' l-analiżi	Metodi ta' konferma
Rata negattiva falza	< 1 %	
Veraċità		-20 % sa + 20 %
CV	< 30 %	< 15 %

6. **Ħtiġiet speċifiċi għall-metodi GC/MS li għandhom ikunu konformi magħhom għall-finijiet ta' tnaħsir jew konferma**

— Żieda ta' ^{13}C-labelled 2,3,7,8-chlorine standards PCDD/F sostitwiti nternament (u ta' ^{13}C-labelled internal dioxin-like PCB standards, jekk PCB li jixbħu d-diossini għandhom jiġu determinati) għandhom jitwettqu fil-bidu nett jew fil-bidu tal-metodu analitiku e.g. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun ivvalidata l-proċedura analitika. Għall-anqas *congener* wieħed għal kull grupp *tetra* jew *octa-chlorinated homologous* għall-PCDD/F (u għall-anqas *congener* wieħed għal kull grupp *homologous* għall-PCB li jixbħu d-diossini, jekk PCB li jixbħu d-diossini għandhom ikunu ddeterminati) għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, għall-anqas *congener* wieħed għal kull massa spektrometrika tal-funzjoni ta' rekordjar ta' joni magħżula użati għall-monitoraġġ ta' PCDD/F u PCB li jixbħu d-diossini). Hemm preferenza ċara, ċertament fil-każ tal-metodi konfirmatorji, li jużaw il-17 ^{13}C-labelled 2,3,7,8-substituted internal PCDD/F standards kollha w it-12 ^{13}C-labelled internal dioxin-like PCB standard (jekk PCB li jixbħu d-diossini għandhom ikunu ddeterminati) kollha.

Fatturi ta' rispons relattiv għandhom ikunu ddeterminati wkoll għal dawk il-*congeners* li għalihom l-ebda ^{13}C-labelled analogi ma huwa miżjud bl-użu ta' soluzzjonijiet xierqa ta' kalibrazzjoni.

— Għall-oġġetti ta' l-ikel ta' l-oriġini tal-pjanti w ta' l-oġġetti ta' ikel ta' l-oriġini ta' l-annimali li jkun fihom anqas minn 10 % ta' xaħam, iż-żieda ta' *standards* interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Għall-oġġetti ta' l-ikel ta' l-oriġini ta' l-annimali li jkun fihom aktar minn 10 % xaħam, l-*istandards* interni jistgħu jiġu magħduda qabel l-estrazzjoni jew wara l-estrazzjoni tax-xaħam. Validazzjoni xierqa ta' l-effiċjenza ta' l-estrazzjoni għandha titwettaq, skond l-istadju li fih *standards* interni huma introdotti u skond jekk ir-riżultati humiex irrappurtati abbażi tal-prodott jew tax-xaħam.

— Qabel l-analiżi GC/MS, l-irkupru 1 jew 2 (*surrogate*) stanIdard(s) għandhom ikunu miżjuda.

— Kontroll ta' l-irkupru huwa neċessarju. Għall-metodi ta' konferma, l-irkupri tal-*istandards* individwali nterni għandhom ikunu fil-medda ta' 60 % sa 120 %. L-irkupri aktar baxxi jew għola għall-*congeners* individwali, partikularment għal xi *hepta*- w *octa-chlorinated dibenzodioxins* u *dibenzofurans*, huma aċċettabbli jekk il-kontribuzzjoni tagħhom għall-valur tat-TEQ ma jeċċedix il-10 % tal-valur totali TEQ (bażat fuq PCDD/F biss). Għall-metodi tad-determinazzjoni, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' 30 % sa 140 %.

— Separazzjoni tad-diossini minn komponenti li jfixklu l-klorinati bħal ma huma PCB u *chlorinated diphenylethers* għandhom jitwettqu permezz ta' teknika kromatografika xierqa (preferibbilment bil-*florisil*, alumina w/jew kolonna tal-karbonju).

— Separazzjoni kromatografika tal-gass permezz ta' iżomeri għandha tkun suffiċjenti (< 25 % *peak* li l-massimu tiegħu jkun bejn 1,2,3,4,7,8 HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Id-determinazzjoni għandha titwettaq skond il-metodu EPA 1613 reviżjoni B: *Tetra*- sa *octa*-klorinati diossini u l-furani permezz ta' iżotopi maħlula HRGC/HRMS jew ieħor bi kriterji ekwivalenti tat-twettieq.

— Id-differenza bejn il-livell{?INS ID=22} "*upperbound*" u l-livell "*lowerbound*" m'għandhiex teċċedi 20 % għall-oġġetti ta' l-ikel b'kontaminazzjoni ta' diossini ta' ċirka 1 pg WHO-TEQ/g xaħam (ibbażat fuq PCDD/PCDF biss). Għall-oġġetti ta' l-ikel b'kontenut baxx ta' xaħam, l-istess ħtiġiet għall-livelli ta' kontaminazzjoni ta' ċirka 1 pg WHO-TEQ/g tal-prodott għandu jiġi applikat. Għal livelli aktar baxxi ta' kontaminazzjoni, per eżempju 0,50 pg WHO-TEQ/g tal-prodott, id-differenza bejn livell "*upperbound*" u "*lowerbound*" għandha tkun fil-medda ta' 25 sa 40 %.

7. **Metodi ta' screening**

7.1. *Introduzzjoni*

Konfronti analitiċi differenti jistgħu jitwettqu bl-użu ta' metodu tad-determinazzjoni: resqien ta' determinazzjoni pura u resqien kwantitattiv.

Approċċ għall-*iscreening*

Ir-rispons tal-kampjuni huwa mqabbel ma' dak ta' kampjun ta' referenza fil-livell ta' l-interess. Kampjuni b' rispons ta' anqas mir-referenza huma ddikjarati negattivi, dawk b'rispons ogħla huma ssuspettati li huma pożittivi.Ħtiġiet:

— Kampjun(i) vojta u ta' referenza għandhom ikunu nklużi f'kull serje ta' test, li huwa estratt u ttestjat taħt l-istess kondizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri rispons ċar elevat imqabbel ma' dak vojt.

— Kampjuni żejda ta' referenza 0,5 × u 2 × il-livell ta' l-interess għandhom ikunu nklużi sabiex juru t-twettiq korrett tat- test fil-medda ta' l-interess għall-kontroll tal-livell ta' l-interess.

— Meta jiġu ttestjati matriċi oħra, l-adekwatezza tal-kampjun(i) ta' referenza għandha tiġi murija, preferibbilment billi jiġu nklużi kampjuni murija permezz ta' HRGC/HRMS li jkun fihom livell TEQ ta' madwar il-kampjun ta' referenza jew vojt imheġġeġ fuq dan il-livell.

— Peress li l-ebda *standards* interni ma' jistgħu jintużaw f' *bioassays*, testijiet f' repetiżżjoni huma mportanti ħafna sabiex tiġi akwistata nformazzjoni fuq id-devjazzjoni *standard* f'serje wieħed ta' test. Il-koeffiċjenti tal-varjazzjoni għandha tkun anqas minn 30 %.

— Għall-*bioassays*, il-komponenti mmirati, interferenzi possibbli w l-livelli massimi tolerabbli vojta għandhom ikunu definiti.

Approċċ Kwantitattiv

L-approċċ kwantitattiv jeħtieġ serje ta' tidwib *standard*, tindif u qies duplikat jew triplikat kif ukoll kontrolli vojta w ta' rkupru. Ir-riżultat jista' jkun espress bħala TEQ, u b'hekk jassumi l-komponenti responsabbli għas-sinjal korrispondenti għall-prinċipju TEQ. Dan jista' jitwettaq bl-użu ta' TCDD (jew taħlita *standard* diossini/furani) sabiex tiġi prodotta kurva ta' kalibrazzjoni ħalli tikkalkola l-livell TEQ tal-level fl-estratt u b'hekk fil-kampjun. Dan huwa sussegwentement ikkoreġut għall-livell TEQ kalkulat għall-kampjun vojt (sabiex ikopri l-impuritajiet minn solventi u l-kimika wżati), u rkupru (ikkalkolat mil-livell TEQ f'kampjun ta' kontoll ta' kwalità mal-livell ta' l-interess). Huwa essenzjali li wieħed jinnota li parti mit-telf ta' l-irkupri apparenti jista' jkun kawża ta' effetti tal-matriċi u/jew tad-differenzi bejn il-valuri TEF fil-*bioassays* u l-valuri uffiċjali TEF stabbilit mill-WHO.

7.2. *Ħtiġiet għall-metodi ta' analiżi wżati għad-determinazzjoni*

— Il-metodi ta' l-analiżi GC/MS u l-*bioassays* jistgħu jintużaw għad-determinazzjoni. Għall-metodi GC/MS, għandhom jintużaw il-ħtiġiet kif ipprovduti fil-punt 6. Għal kull *bioassays* ibbażati fuq ċelloli, ħtiġiet speċifiċi huma pprovduti fil-punt 7.3 u għall-*kit-based bioassays* fil-punt 7.4.

— L-informazzjoni dwar in-numru ta' riżultati foloz-pożittivi u foloz-negattivi ta' sett kbir ta' kampuni anqas u aktar mill-livell massimu jew livell ta' l-azzjoni huwa neċessarju, ikkomparat mal-kontenut TEQ kif stabbilit minn metodu ta' konferma ta' l-analiżi. Rati attwali foloz negattivi għandhom ikunu taħt il-1 %. Ir-rata ta' kampjuni foloz-pożittivi għandha tkun baxxa biżżejjed sabiex tagħmel l-użu ta' l-għodda tad-determinazzjoni vantaġġuża.

— Ir-riżultati pożittivi dejjem għandhom ikunu kkonfermati permezz tal-metodi ta' l-analiżi ta' konferma ta' l-analiżi (HRGC/HRMS). Minn barra dan, kampjuni minn medda wiesa ta' TEQ għandhom ikunu ikkonfermati minn HRGC/HRMS (ċirka 2 % sa 10 % tal- kampjuni negattivi). L-informazzjoni fuq korrispondenza bejn il-*bioassay* u r-riżultati HRGC/HRMS għandhom ikunu disponibbli.

7.3. *Ħtiġiet speċifiċi għall-bioassays bażati fuq ċelloli*

— Meta jitwettaq il-*bioassay*, kull test li jseħħ jeħtieġ serje ta' konċentrazzjonijiet ta' referenza ta' TCDD jew taħlita diossini/furani (kurva doża-rispons kompluta b' Rz > 0,95). B'dana kollu, għall-fini tad-determinazzjoni jistgħu jintużaw *low level curve* estiżi għall-analiżi tal-kampjuni ta' livell baxx.

— Il-konċentrazzjoni ta' referenza TCDD (ċirka 3 x limitu ta' kwantifikazzjoni) fuq folja ta' kontroll ta' kwalità għandha tintuża għar-riżultat tal-*bioassay* fuq perjodu kostanti ta' żmien. Alternattiva tista' tkun rispons relattiv tal-kampjun ta' referenza imqabbel mal-linja tal-kalibrazzjoni TCDD peress li r-rispons taċ-ċelloli jista' jiddependi fuq ħafna fatturi.

— Grafika tal-kontroll tal-kwalità (QC) għal kull tip ta' materjal ta' referenza għandha tkun irrekordjata u vverifikata sabiex tassigura li r-riżultat huwa skond l-linji gwida stipulati.

— Partikularment għall-kalkoli kwantitattivi, l-konklużjoni tal-kampjun ta' trattib użati għandhom ikunu fil-porzjoni linejari tal-kurva tar-rispons. Kampjuni fuq il-porzjoni linejari tal-kurva tar-rispons għandhom ikunu mrattba u ttestjati mill-ġdid. Għalhekk, tlieta jew aktar trattibiet f' ħin wieħed huma rrakkomandati li jiġu ttestjati.

— Id-devjazzjoni *standard* ta' persentaġġ m'għandiex tkun aktar minn 15 % f'determinazzjoni triplikata għal kull kampjun imrattab u mhux aktar minn 30 % bejn tlett esperimenti indipendenti.

— Il-limitu ta' sejbien jista' jiġi stabbilit bħala 3 × id-devjazzjoni *standard* tas-solventi vojta jew tar-rispons tal-isfond. Konfront ieħor huwa billi jiġu applikati rispons li huwa aktar mill-isfond (fattur ta' l-induzzjoni 5 x s-solvent vojt) ikkalkulata mill-kurva tal-kalibrazzjoni tal-ġurnata. Il-limitu tal-kwantifikazzjoni jista' jkun stabbilit bħala 5 × sa 6 × id-devjazzjoni *standard* tas-solvent vojt jew tar-rispons tal-isfond jew sabiex jiġi applikat rispons li huwa aktar mill-isfond (fattur ta' l-induzzjoni 10 × is-solvent vojt) ikkalkulat mill-kurva tal-kalibrazzjoni tal-ġurnata.

7.4. *Ħtiġiet speċifiċi għall-kit-based bioassays* (1)

— L-istruzzjonijiet tal-produttur għall-preparazzjoni tal-kampjun u l-analiżi għandhom ikunu segwiti.

— *Test kits* m'għandhomx jintużaw wara d-data tal-iskadenza.

— Il-materjali jew il-komponenti ddisinnjati għall-użu ma' *kits* oħra mgħandhomx jintużaw.

— *Test kits* għandhom jinżammu f'medda speċifikata ta' temperatura ta' ħażna u wżati f'temperatura speċifikata ta' l-użu.

— Il-limitu ta' sejbien għall-*immunoassays* huwa stabbilit bħala 3 X id-devjazzjoni *standard*, ibbażat fuq 10 analiżi ta' replika tal-bjank, għandu jiġi diviż mis-*slope value tal-linear regression equation*.

— L-*istandards* ta' referenza għandhom jintużaw għall-testijiet fil-laboratorju sabiex jassiguraw li r-rispons għall-*istandard* jaqa fil-medda aċċettabbli.

8. **Rappurtar tar-riżultat**

Sa fejn il-proċedura analitika wżata tagħmilha possibbli, ir-riżultati analitiċi għandhom ikun fihom il-livelli tal-PCDD/F u PCB *congeners* individwali w jkunu rapportati bħala "*lowerbound*", "*upperbound*" u "*mediumbound*" sabiex jinkludu massimu ta' l-informazzjoni fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk jgħamlu possibbli l-interpretazzjoni tar-riżultati skond il-ħtiġiet speċifiċi.

Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-kontenut tal-lipidi tal-kampjun kif ukoll tal-metodu wżat għall-estrazzjoni tal-lipidi.

L-irkupru tal-*istandards* interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri huma barra mill-medda msemmija fil-punt 6, f' każ li l-livell massimu huwa eċċedut u f'każijiet oħra fuq talba.

(1) L-ebda evidenza ma' ġiet ippreżentata għall-kit-based bioassays disponibbli kummerċjalment li għandhom sensitività suffiċjenti u dipendibilità sabiex jintużaw għad-determinazzjoni tal-preżenza tad-diossini fil-livelli meħtieġa f'kampjuni ta' l-ikel u ta' l-għalf.