

REGLUGERÐ

um (19.) breytingu á reglugerð nr. 340/2001 um eftirlit með fóðri.

1. gr.

Eftirfarandi ákvæði bætast við 12. viðauka í samræmi við tilskipanir framkvæmdastjórnarinnar 81/680/EBE, 2002/70/EB, 2005/6/EB og 2005/7/EB.

I. ALMENN ÁKVÆÐI UM GREININGARAÐFERÐIR FYRIR FÓÐUR

A. UNDIRBÚNINGUR SÝNIS FYRIR GREININGU

1. Tilgangur.

Aðferðir þær sem lýst er hér á eftir eiga við undirbúning lokasýna fyrir greiningu, sem send eru eftirlitsrannsóknarstofum að lokinni sýnatöku í samræmi við ákvæði 11. viðauka. Þessi sýni ber að undirbúa þannig að vegið magn, eins og tiltekið er í greiningaraðferðum, sé einsleitt og dæmigert fyrir lokasýnin.

2. Varúðarráðstafanir.

Við nauðsynlegar aðgerðir skal forðast, eins og unnt er, að sýnið mengist eða samsetning þess raskist. Mala skal sýnið, blanda því og sigta eins fljótt og auðið er til að útiloka það frá birtu og lofti eins og frekast er unnt. Ekki skal nota myllur eða kvarnir séu líkur á að sýnið hitni í þeim að ráði. Mælt er með að fóður sem sérstaklega er hætt við að hitna sé handmalað. Þess skal og gætt að tryggt sé að sjálfur búnaðurinn sé ekki mengunarvaldandi með tilliti til snefilefna.

Sé ógerlegt við undirbúning að koma í veg fyrir umtalsverðar breytingar á rakainnihaldi sýnisins, skal ákvarða rakainnihald áður en undirbúningur fer fram og eftir samkvæmt aðferðinni í I. hluta viðaukans við aðra tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 71/393/EBE frá 18. nóvember 1971 um greiningaraðferðir bandalagsins vegna opinbers eftirlits með fóðri¹, eins og henni var breytt með tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 73/47/EBE frá 5. desember 1972².

3. Vinnuaðferð.

Lokasýninu er blandað vandlega saman í vél eða á handvirkan máta. Sýninu er skipt í tvo jafna hluta (með fjórskiptingaraðferðinni þar sem við á). Annar hlutinn er hafður í hreinu, þurru og hentugu íláti með loftþéttum tappa og hinn hlutinn eða dæmigerður hluti hans, að minnsta kosti 100 g, undirbúinn eins og lýst er hér að aftan.

Fóður sem unnt er að mala beint.

Sýnið er allt sigtað í sigti þar sem þvermál möskva er 1 mm á hlið (í samræmi við leiðbeiningar Alþjóðlegu staðlastofnunarinnar – ISO R565), nema annað sé tekið fram í greiningaraðferðinni, og malað fyrst ef nauðsyn krefur. Forðast ber að mala of fínt.

¹ Stjtið. EB nr. L 279, 20.12.1971, bls. 7.

² Stjtið. EB nr. L 83, 30.3.1973, bls. 35.

Malaða sýninu er blandað saman og það sett í hreint, þurr og hentugt ílát með loftþéttum tappa. Rétt áður en það magn sem greina á er vegið er blandað saman á ný.

Fóður sem unnt er að mala eftir þurrkun.

Sýnið er þurrkað til að lækka rakainnihald þess í 8 – 12% í samræmi við undirbúningsþurrkunaraðferðina sem lýst er í 4.3 í rakaákvörðunaraðferðinni sem minnst er á í 2. lið hér að framan, nema annað sé tekið fram í greiningaraðferðinni. Síðan er haldið áfram eins og lýst er í 3.1.

Fljótandi eða háflfljótandi fóður.

Sýnið er sett í hreint, þurr og hentugt ílát með loftþéttum tappa. Rétt áður en greiningarmagnið er vegið er sýninu blandað vel saman.

Annað fóður.

Meðhöndla ber sýni sem ekki er hægt að undirbúa samkvæmt einni þeirra aðferða sem lýst er hér að framan samkvæmt aðferð þar sem tryggt er að vegið magn til greiningar sé einsleitt og dæmigert fyrir lokasýnið.

4. Geymsla sýna.

Sýni skal geyma við hitastig sem ekki veldur breytingu á samsetningu þeirra. Sýni sem ætluð eru til vítamíngreiningar eða greiningar efna sem einkum eru viðkvæm fyrir birtu ber að geyma í ílátum úr brúnu gleri.

B. ÁKVÆÐI UM HVARFEFNI OG BÚNAÐ SEM NOTAÐUR ER VIÐ GREININGU

1. Öll greiningarhvarfefni skulu standast hreinleikakröfur vegna greiningar (a.p.). Þegar snefilefni eru ákvörðuð skal ganga úr skugga um hreinleika hvarfefna með núllprófi. Unnt er að krefjast frekari hreinsunar hvarfefna, allt eftir niðurstöðum sem liggja fyrir.

2. Gert er ráð fyrir að vatn sé ávallt notað þegar lausnir eru tilreiddar, þynnt er, skolað eða þvegið og þessa getið í greiningaraðferðinni án þess að bent sé á leysiefni eða þynni sem nota ber. Almenna reglan er að vatn sé afjónað eða eimað. Í ákveðnum tilfellum sem getið er um í greiningaraðferðinni skal hreinsa það á sérstakan hátt.

3. Einungis er getið um sérstök tæki og búnað eða tæki og búnað sem þarfnast sérstakrar meðhöndlunar í greiningaraðferðinni að því er varðar venjulegan tækjabúnað samanburðarrannsóknarstofu. Þau skulu vera hrein, einkum þegar ákvarða á efni í mjög litlum mæli.

C. BEITING GREININGARAÐFERÐAR OG FRAMLAGNING NIÐURSTAÐNA

1. Almenna reglan er að einstakri greiningaraðferð er komið á til að ákvarða hvert og eitt efni í fóðri. Sé um fleiri en eina aðferð að ræða skal tiltaka í greiningarskýrslu hvaða aðferð var notuð á samanburðarrannsóknarstofunni.

2. Niðurstöður í greiningarskýrslu skulu vera meðalgildi úr að minnsta kosti tveimur ákvörðunum sem gerðar eru á aðskildum hlutum sýnisins þar sem endurtekningarhæfni er viðunandi. Gefa skal niðurstöðuna til kynna á þann hátt sem mælt er fyrir um í greiningaraðferðinni með réttum fjölda marktækra tölustafa og leiðréttá ef nauðsyn krefur með tilliti til rakainnihalds lokasýnisins áður en undirbúningur hófst.

3. Að því er varðar óáskileg efni í skilningi 1. viðauka, þ.m.t. díoxín og PCB-efni sem líkjast díoxíni, skal litið svo á að afurð, sem er ætluð í fóður, sé ekki í samræmi við fastsett hámarksinnihald ef niðurstöður greiningarinnar teljast vera yfir hámarksinnihaldinu, að teknu tilliti til útvíkkaðrar mælióvissu og leiðréttingar fyrir endurheimt. Greindur styrkur, sem er leiðréttur fyrir endurheimt, er notaður til að meta samræmi við hámarksinnihald þegar útvíkkuð mælióvissa hefur verið dregin frá niðurstöðum greiningarinnar. Þessi aðferð á einungis við um tilvik þar sem greiningaraðferðin gerir kleift að meta mælióvissu og leiðréttingu fyrir endurheimt (t.d. ekki mögulegt þegar um smásjargreiningu er að ræða).

Skýra skal frá niðurstöðum greiningarinnar á eftirfarandi hátt (að svo miklu leyti sem greiningaraðferðin gerir kleift að meta mælióvissuna og endurheimtarhlutfallið):

a) leiðrétt eða óleiðrétt fyrir endurheimt og skal tilgreina þá aðferð, sem er notuð til að greina frá niðurstöðum, og hlutfall endurheimtar,

b) sem „x +/- U“, þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er útvíkkaða mælióvissan með þekjustuðulinn 2 sem gefur 95% öryggisstig.

D. SÉRÁKVÆÐI VARÐANDI DÍOXÍN OG PCB-EFNI SEM LÍKJAST DÍOXÍNI

1. Tilgangur og gildissvið.

Sýni, sem eru ætluð til opinbers eftirlits með magni díoxína (PCDD/PCDF), svo og til að ákvarða magn PCB-efna, sem líkjast díoxíni³, í fóðri, skulu tekin í samræmi við ákvæði tilskipunar 76/371/EBE. Meginkröfur í tengslum við eftirlit með efnunum eða afurðum, sem eru jafndreifð í öllu fóðrinu, eins og kveðið er á um í lið 5.A í viðaukanum við tilskipun 76/371/EBE, skal fullnægt. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueiningarnar eða framleiðsluhlutana sem þau eru tekin úr. Á grundvelli þess styrks sem finnst í rannsóknarsýnum skal skera úr um það hvort farið er að ákvæðum um hámarksgildi sem mælt er fyrir um í tilskipun Evrópuþingsins og ráðsins 2002/32/EB⁴.

2. Samræmi framleiðslueiningar eða framleiðsluhluta við forskriftir.

Framleiðslueiningin er samþykkt ef niðurstöður einnar efnagreiningar eru ekki hærri en viðkomandi hámarksgildi sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, að teknu tilliti til mælióvissu. Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við það hámarksgildi, sem mælt er fyrir um í tilskipun 2002/32/EB, ef niðurstöður efnagreiningarinnar, sem er staðfest með tvöfaldrum efnagreiningu og reiknuð sem meðaltal a.m.k. tveggja ákvarðana, eru án vafa hærri en hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu.

Hægt er að taka tillit til mælióvissu samkvæmt einni eftirfarandi aðferða:

– með því að reikna útvíkkaða mælióvissu og nota þekjustuðulinn 2 sem gefur u.þ.b. 95% öryggisstig,

– með því að setja ákvörðunarmörk (CC α) í samræmi við ákvörðun framkvæmdastjórnarinnar 2002/657/EB⁵ (liður 3.1.2.5 í viðaukanum – þegar um er að ræða efni með ákvarðað, leyfilegt hámarksgildi).

Þessar túlkunarreglur gilda um niðurstöður efnagreiningar á sýnum sem tekin eru við opinbert eftirlit. Þær hafa ekki áhrif á rétt aðildarríkjanna til þess að beita innlendum reglum

³ Tafla yfir PCB-efni sem líkjast díoxíni.

⁴ Stjtið. EB L 140, 30.5.2002, bls. 10.

⁵ Stjtið. EB L 221, 17.8.2002, bls. 8.

um greiningar sem eru gerðar með tilliti til verslunarverndar eða úrskurðarmála, sbr. 18. gr. tilskipunar 95/53⁶.

Efnamyndir	TEF-gildi	Efnamyndir	TEF-gildi
Díbensó-p-díoxín („PCDD“)		OCDF	0,0001
2,3,7,8-TCDD	1	<i>PCB-efni, sem líkjast díoxíni:</i>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB-efni, önnur en ortó- PCB-efni + ein-ortó-PCB- efni	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB-efni, önnur en ortó- PCB-efni	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 126	0,1
OCDD	0,0001	PCB 169	0,01
Díbensófúrön („PCDF“)		Ein-ortó-PCB-efni	
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		

Skammstafanir: „T“ = tetra, „Pe“ = penta, „Hx“ = hexa, „Hp“ = hepta, „O“ = okta, „CDD“ = klórdíbensó-p-díoxín, „CDF“ = klórdíbensófúran, „CB“ = klórbífenýl.

II. UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG KRÖFUR VARÐANDI GREININGARAÐFERÐIR, SEM ERU NOTAÐAR VIÐ OPINBERT EFTIRLIT MEÐ MAGNI DÍOXÍNA (PCDD/PCDF), OG ÁKVÖRÐUN Á DÍOXÍNLÍKUM PCB-EFNUM Í TILTEKNU FÓÐRI

1. Markmið og gildissvið.

Þessar kröfur skulu gilda þegar fóðurefni og fóður eru efnagreind til að ákvarða díoxín (fjöklóruð díbensó-pdíoxín (PCDD) og fjöklóruð díbensófúrön (PCDF)) og díoxín-lík fjöklóruð bífenýl (PCB-efni).

Unnt er að fylgjast með magni díoxína í fódri með því að nota skimunaraðferð til að velja þau sýni þar sem magn díoxína og díoxínlíkra PCB-efna er minna en 30–40% undir eða yfir því styrkbili sem mælingar miðast við. Ákvarða eða staðfesta þarf magn díoxína í þessum sýnum, þar sem magnið er umtalsvert, með staðfestingargreiningu.

Skimunaraðferðir eru aðferðir sem eru notaðar til að greina magn díoxína og díoxínlíkra PCB-efna við eða yfir því styrkbili sem mælingar miðast við. Þessar aðferðir bjóða upp á mikil afköst og eru notaðar til þess að rannsaka mikinn fjölda sýna og greina þau frá sýnum

⁶ Stjttíð. EB L 265, 8.11.1995, bls. 17.

sem gætu gefið jákvæðar niðurstöður. Þær eru sérstaklega hannaðar þannig að þær eiga ekki að gefa rangar, neikvæðar niðurstöður.

Staðfestingaraðferðir eru aðferðir sem veita fullnaðar- eða viðbótarupplýsingar sem gera kleift að sanngreina og ákvarða magn díoxína og díoxínlíkra PCB-efna á ótvíræðan hátt á því styrkbili sem mælingar miðast við.

2. Bakgrunnur.

Þar eð sýni vegna umhverfisrannsókna og líffræðilegra rannsókna (þ.m.t. fôðurefna-/fôðursýni) innihalda að öllu jöfnu flókna blöndu mismunandi efnamynda díoxíns hefur hugtakið eiturjafngildisstuðull (Toxic Equivalence Factor – TEF) verið tekið upp til að auðvelda áhættumat. Eiturjafngildisstuðlar voru ákvarðaðir til að unnt væri að gefa upp styrk fyrir blöndu PCDD- og PCDF-efna sem eru með sethópa í 2,3,7,8-stöðu, og nýlega einnig fyrir tiltekin PCB-efni, sem eru með klór sem sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu og einortósetinn klór og búa yfir díoxínlíkri virkni sem mæla má sem eiturjafngildi (TEQ) fyrir 2,3,7,8-TCDD.

Styrkur einstakra efna í tilteknu sýni er margfaldaður með viðeigandi eiturjafngildisstuðli og síðan eru gildin lögð saman til að finna heildarstyrk díoxínlíkra efnasambanda sem er gefinn upp í eiturjafngildi.

Hugtakið „efri styrkleikamörk“ merkir að allar efnamyndir, sem hafa ekki verið magngreindar, teljast vega á móta þungt í eiturjafngildi og nemur magngreiningarmörkum þeirra.

Hugtakið „neðri styrkleikamörk“ merkir að hlutdeild allra efnamynda, sem hafa ekki verið magngreindar, í eiturjafngildi telst vera núll.

Hugtakið „miðlungsstyrkleikamörk“ merkir að hlutdeild allra efnamynda, sem hafa ekki verið magngreindar, í eiturjafngildi telst vera helmingur magngreiningarmarkna.

Einungis í þessari tilskipun er gengið út frá því að viðurkennd magngreiningarmörk einstakra efnamynda svari til styrks greiningarefnis í útdráttarlausn sýnis sem kallar fram mælissvörun fyrir tvær mismunandi jónir, sem eru til rannsóknar og þar sem hlutfall milli merkis og suðs er 3:1 fyrir það merki sem er síður næmt og sem uppfyllir grunnkröfur, um t.d. rástíma og hlutfall samsætna, í samræmi við ákvörðunaraðferðina sem er lýst í aðferð Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613, endurskoðun B.

3. Kröfur um gæðatryggingu sem uppfylla þarf við undirbúning sýnis.

Almennu ákvæðin um undirbúning sýna vegna greiningar, eins og mælt er fyrir um í viðaukanum við tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 81/680/EBE frá 30. júlí 1981 um breytingu á tilskipun 71/250/EBE, 71/393/EBE, 72/199/EBE, 73/46/EBE, 74/203/EBE, 75/84/EBE, 76/372/EBE og 78/633/EBE um að ákvarða greiningaraðferðir bandalagsins vegna opinbers eftirlits með fôðri⁷, gilda.

⁷ Stjtið. EB L 246, 29.8.1981, bls. 32.

Að auki skulu eftirfarandi kröfur uppfylltar:

- sýnin skulu geymd og flutt í gler-, ál-, pólyprópýlen- eða pólyetýlenílátum. Fjarlægja verður allan vott af pappírsryki úr sýnisílatinu. Hreinsa skal glervöru með leysiefnum sem rannsókuð hafa verið með tilliti til þess hvort í þeim séu díoxín,
- greining á núllsýni skal gerð með því að láta allt greiningarferlið fara fram þar sem sýninu einu er sleppt,
- þyngd þess sýnis, sem er notað við útdráttinn, verður að vera næg til þess að uppfylla kröfurnar að því er varðar næmi.

4. Kröfur á rannsóknarstofum.

- Sýna skal á rannsóknarstofum fram á útkomu aðferðar á því styrkbili sem mælingar miðast við, t.d. $0,5 \times$, $1 \times$ og $2 \times$ tiltekna styrkbilið með viðunandi fráviksstuðli við endurtekna efnagreiningu. Sjá nánar um viðmiðanir um samþykki í 5. lið.
- Magngreiningarmörk fyrir staðfestingaraðferð skulu vera u.þ.b. fimmtungur af þeim mörkum, sem tiltekin eru, til að tryggja að tillit sé tekið til viðunandi fráviksstuðla við það styrkbil sem mælingar miðast við.
- Það skal vera liður í innra gæðaeftirliti að fram fari regluleg greining blindsýna og athuganir á heimtum með viðbótum eða greining viðmiðunarsýna (einkum ef völ er á vottuðu viðmiðunarefni).
- Árangursrík þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum, þar sem frammi-staða rannsóknarstofa er metin, er vænlegust til þess að staðfesta hæfni í sértækum efnagreiningum. Árangursrík þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum, t.d. á jarðvegs- eða skólpsýnum, staðfestir þó ekki að hæfnin sé hin sama við efnagreiningar matvæla- eða fôðursýna þar sem mengunar gætir síður. Af þeim sökum er samfelld þátttaka í rannsóknum með öðrum rannsóknarstofum skyldubundin við ákvörðun á díoxínum og díoxínlíkum PCB-efnum í viðkomandi sýnagerð matvæla eða fôðurs sem mælt er í.
- Viðurkenndur aðili, sem starfar í samræmi við *ISO-leiðbeiningar 58*, skal faggilda rannsóknarstofur til að tryggja að þær búi yfir gæðatryggingu við efnagreiningar. Rannsóknarstofur skulu faggiltar samkvæmt staðlinum ISO/IEC/17025:1999.

5. Kröfur varðandi efnagreiningaraðferðir á díoxínum og díoxínlíkum PCB-efnum.

Grunnkröfur varðandi viðurkenningu á efnagreiningaraðferðum:

- *Mikið næmi og lág greiningarmörk.* Sökum þess hversu mjög eitruð sum þessara efnasambanda eru skal greinanlegt magn fyrir PCDD og PCDF vera af stærðargráðunni píkógrömm eiturjafngildis (10^{-12} g). Vitað er að PCB-efni eru í meira magni en PCDD og PCDF. Fyrir flestar efnamyndir PCB-efna nægir næmi sem er af stærðargráðunni nanógramm (10^{-9} g). Við mælingar á enn eitradri, díoxínlíkum efnamyndum PCB-efna (einkum þeim sem eru með sethóp í annarri stöðu en ortó-stöðu) skal hins vegar ná sama næmi og fyrir PCDD og PCDF.
- *Mikil valvísí (sérvirkni).* Nauðsynlegt er að greina PCDD, PCDF og díoxín-lík PCB-efni frá fjölmörgum öðrum efnasamböndum sem eru dregin út með þeim og hafa hugsanlega truflandi áhrif á efnasambönd sem eru í styrk sem getur verið margfalt meiri en greiniefnanna. Fyrir gasgreiningar-/massagreiningaraðferðir er nauðsynlegt að greina milli mismunandi efnamynda, svo sem milli eitradra efna (t.d. milli hinna sautján PCDD- og PCDF-efna með

sethópa í 2,3,7,8-stöðu og díoxínlíkra PCB-efna) og annarra efnamynda. Unnt skal vera að ákvarða eiturjafngildi með lífgreiningu hvort sem er sem summu PCDD- eða PCDF-efna eða díoxín-líkra PCB-efna.

– *Mikil nákvæmni (réttleiki og samkvæmni).* Ákvörðunin skal veita fullnægjandi og áreiðanlegt mat á raunverulegum styrk í sýni. Mikil nákvæmni (mælinákvæmni: hversu vel niðurstöðum ber saman við mælingar og raunveruleg eða tilgreind mæligildi) er nauðsynleg til að komast megi hjá því að þurfa að hafna niðurstöðum á efnagreiningu sýnis á grundvelli þess að mat á eiturjafngildi er óáreiðanlegt. Nákvæmni er gefin upp sem réttleiki (munurinn á mældu meðalgildi fyrir greiniefni í vottuðu efni og staðfestu gildi fyrir það, gefinn upp sem hundraðshluti þessa gildis) og samkvæmni (samkvæmni er venjulega reiknuð sem staðalfrávik, þ.m.t. endurtekningarnákvæmni og samanburðarnákvæmni, og gefur til kynna hve gott samræmi er milli niðurstaðna sem fást þegar tilraunin er endurtekin mörgum sinnum með sömu aðferð við skilyrði sem kveðið er á um).

Skimunaraðferðir eru t.d. lífgreiningar og gas- og massagreiningar; staðfestingaraðferðir eru gasgreining og massagreining, hvorar tveggju með mikilli upplausn (HRGC/HRMS). Eftirfarandi viðmiðanir skulu uppfylltar að því er varðar heildareiturjafngildi:

	Skimunaraðferðir	Staðfestingaraðferðir
Rangar, neikvæðar niðurstöður	< 1%	
Réttleiki		– 20% til + 20%
Frávíksstuðull	< 30%	< 15%

6. Sérkröfur varðandi gas- og massagreiningaraðferðir sem uppfylla verður í tengslum við skimun og staðfestingu.

– Bæta verður við ^{13}C -merktum, innri PCDD/F-stöðlum með klórsethópi í 2,3,7,8-stöðu (og ^{13}C -merktum, innri stöðlum með díoxínlíkum PCB-efnum, ef ákvarða skal díoxínlík PCB-efni) strax í upphafi efnagreiningarinnar, þ.e. áður en útdráttur fer fram, til að fullgilda greiningarferlið. Viðbót a.m.k. einnar efnamyndar þarf að koma til fyrir hvern tetra- til oktaklóraðan, samsvarandi hóp PCDD/F-efna (og a.m.k. einnar efnamyndar fyrir hvern samsvarandi hóp díoxínlíkra PCB-efna, ef ákvarða skal díoxínlík PCB-efni. Að öðrum kosti skal bæta við a.m.k. einni efnamynd fyrir hvert jónmassaval sem er notað við greiningu á PCDD/F-efnum og díoxínlíkum PCB-efnum). Allra best er þó, einkum þegar um staðfestingaraðferðir er að ræða, að nota alla 17 ^{13}C -merktu innri staðlana með ethóp í 2,3,7,8-stöðu og alla 12 ^{13}C -merktu, innri díoxínlíku PCB-staðlana (ef ákvarða skal díoxínlík PCB-efni).

Einnig skal ákvarða svörunarstuðla fyrir þær efnamyndir þar sem engu ^{13}C -merktu, hliðstæðu efni er bætt við með því að nota viðeigandi kvörðunarlausnir.

– Fyrir fóður bæði úr jurta- og dýraríkinu, sem inniheldur minna en 10% fitu, verður að bæta við innri staðlinum áður en útdráttur fer fram. Fyrir fóður úr dýraríkinu, sem inniheldur meira en 10% fitu, má bæta innri stöðlunum við annaðhvort áður eða eftir að fita hefur verið dregin út. Skilvirkni útdráttarins skal staðfest á viðeigandi hátt eftir því á hvaða stigi innri stöðlum er bætt við og eftir því hvort niðurstöðurnar eru gefnar upp á grundvelli afurðar eða fitu.

– Fyrir gas- eða massagreiningu verður að bæta við einum eða tveimur heimtarstöðlum (staðgöngustöðlum).

– Nauðsynlegt er að fylgjast með heimt. Að því er varðar staðfestingaraðferðir skulu heimtur einstakra, innri staðla vera á bilinu 60 til 120%. Heimtur fyrir einstakar efnamyndir mega bæði vera minni eða meiri, einkum þegar um er að ræða tiltekin hepta- og oktaflóruð díbensódíoxín og díbensófúrön, með því skilyrði að hlutdeild þeirra í eiturjafngildi fari ekki yfir 10% af heildareiturjafngildinu (eingöngu á grundvelli PCDD/F-efna). Að því er varðar skimunaraðferðir skulu heimtur vera á bilinu 30 til 140%.

– Aðgreining díoxína frá klóruðum efnasamböndum, sem hafa truflandi áhrif, svo sem PCB-efnum og klóruðum dífenýletrum, skal eiga sér stað með heppilegum skiljunaraðferðum (helst á flórísíls-, súrál- og/eða kolefnissúlu).

– Aðgreining myndbrigða með gasgreiningu getur nægt (< 25% af fjarlægð milli toppa 1,2,3,4,7,8-HxCDF og 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

– Ákvörðun skal fara fram samkvæmt aðferð Umhverfisstofnunar Bandaríkjanna (EPA) nr. 1613, endurskoðun B: *Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS* eða annarri aðferð sem uppfyllir samsvarandi kröfur.

– Mismunurinn á efri og neðri styrkleikamörkum skal ekki vera meiri en 20% fyrir fôður þar sem díoxínmengunin er á því bili sem hámarksgildin segja til um eða yfir þeim. Fyrir fôður þar sem mengun er langt undir hámarksviðmiðunargildinu getur mismunurinn verið á bilinu 25 til 40%.

7. Aðferðir við skimunargreiningu.

7.1. Inngangur.

Nota má mismunandi tilhögun við greiningu þegar skimunaraðferð er beitt: hreina skimun eða magnákvörðun.

Hrein skimun.

Svörun sýnanna er borin saman við svörun viðmiðunarsýnis á því styrkbili sem mælingar miðast við. Sýni þar sem svörun er minni en hjá viðmiðunarsýninu teljast neikvæð en ef svörun er meiri er líklegt að sýnin séu jákvæð. Kröfur:

- í hverri prófunarröð skal vera bæði núll- og viðmiðunarsýni og þau skulu dregin út og prófuð samtímis við eins skilyrði. Svörun fyrir viðmiðunarsýnið skal greinilega vera meiri en fyrir núllsýnið,
- bæta skal við viðmiðunarsýnum sem eru $0,5 \times$ og $2 \times$ styrkbilið sem mælingarnar miðast við til að sýna fram á að prófunin standist kröfur á því styrkbili sem mælingar miðast við vegna eftirlits á viðkomandi styrkbili,
- við prófun á öðrum sviðum skal sýna fram á að viðmiðunarsýnið eða -sýnin séu heppileg, einkum með því að nota einnig sýni sem sýnt er fram á með gas- eða massagreiningu með mikilli upplausn (HRGC/HRMS) að hafi eiturjafngildi sem sé á móta og í viðmiðunarsýninu eða nota núllsýni þar sem samsvarandi magni staðals er bætt við,
- þar eð ekki er unnt að nota innri staðla í lífgreiningum varðar það miklu að prófanir verði gerðar á endurtekningarnákvæmni svo að fá megi upplýsingar um fráviksstuðulinn í einni prófunarsyrpu. Fráviksstuðullinn skal vera undir 30%,
- þegar um lífgreiningar er að ræða skal skilgreina markefnasambönd, hugsanleg, truflandi áhrif og viðunandi hámarksviðmiðunargildi fyrir núllsýni.

Magnbundin rannsókn.

Fyrir magnbundna rannsókn þarf röð staðalþynninga, tvö- eða þrefalda hreinsun og mælingu, svo og núllsýnis- og heimtarprófanir. Niðurstöðurnar má gefa upp sem eiturjafngildi og er þá gert ráð fyrir því að efnasamböndin, sem skapa merkið, svari til meginreglunnar um eiturjafngildi (TEQ principle). Þetta er gerlegt með því að nota TCDD (staðalblöndu díoxíns og fúrans) til að fá fram kvörðunarferil þannig að reikna megi eiturjafngildi í útdrættinum og þá jafnframt í sýninu. Síðan er leiðrétt fyrir eiturjafngildið í núllsýni (til að taka tillit til óhreininda í leysiefnum og íðefnum sem notuð eru) og heimtur (reiknaðar út frá eitur-efnajafngildi í gæðaeftirlitssýni kringum það styrkbil sem mælingar miðast við). Mikilvægt er að gera sér grein fyrir því að hluti þess sem tapast við heimtur getur stafað af áhrifum vegna mismunandi sýnagerðar og/eða munar á gildum fyrir eiturjafngildisstuðla í lífgreiningum og opinberum gildum fyrir eiturjafngildisstuðla sem Alþjóðaheilbrigðismálastofnunin setur.

7.2. Kröfur varðandi skimunargreiningu.

– Við skimun er heimilt að nota gas- og massagreiningaraðferðir og lífgreiningu. Fyrir gas- og massagreiningaraðferðirnar ber að miða við kröfurnar sem mælt er fyrir um í 6. lið. Mælt er fyrir um sérstakar kröfur varðandi lífgreiningu sem gerð er á frumum, í lið 7.3 og fyrir lífgreiningu, sem gerð er á greiningarsetti, í lið 7.4.

– Upplýsingar um fjölda rangra, jákvæðra og rangra, neikvæðra niðurstaðna úr stóru mengi sýna, sem eru undir og yfir hámarksviðmiðunargildinu eða aðgerðarmarki, eru nauðsynlegar til samanburðar við eiturjafngildið sem ákvarðað er með staðfestingargreiningu. Hlutfall raunverulegra, rangra, neikvæðra niðurstaðna skal vera minna en 1%. Hlutfall rangra, jákvæðra sýna skal vera nægilega lítið til að skimun sé hagkvæm.

– Jákvæðar niðurstöður skulu ávallt staðfestar með staðfestingargreiningu (HRGC/HRMS). Að auki skulu sýni sem spanna vítt bil eiturjafngildis staðfest með HRGC/HRMS (u.þ.b. 2–10% af neikvæðu sýnunum). Upplýsingar varðandi samsvörun milli niðurstaðna úr lífgreiningu og HRGC/HRMS skulu gerðar aðgengilegar.

7.3. Sérstakar kröfur varðandi lífgreiningu sem gerð er á frumum.

– Þegar lífgreining er gerð verður að keyra hverja prófun með mismunandi viðmiðunarstyrk af TCDD eða blöndu díoxíns og fúrans (svörunarferill fyrir fullan skammt þar sem $R2 > 0,95$). Hvað skimun varðar væri hins vegar hægt að nota útvíkkaðan feril fyrir lítinn styrk til að greina sýni með vægum styrk.

– Viðmiðunarstyrkur fyrir TCDD (sem samsvarar u.þ.b. þreföldum magngreiningarmörkum) á gæðaeftirlitsblaði skal notaður fyrir niðurstöðuna úr lífgreiningu á föstu tímabili. Annar kostur gæti verið hlutfallsleg svörun viðmiðunarsýnis í samanburði við kvörðunarlínuna fyrir TCDD þar sem svörun frumnanna getur verið háð mörgum þáttum.

– Gera skal gæðaeftirlitsskipurit fyrir hverja gerð viðmiðunarefnis og yfirfara það til að tryggja að niðurstaðan sé í samræmi við leiðbeiningarnar sem tilgreindar eru.

– Við magnbundna útreikninga er einkum mikilvægt að aðleiðsla á þynningu sýnisins sé innan línulega hluta svörunarferilsins. Þynna verður sýni sem fara yfir línulega hluta svörunarferilsins og prófa þau aftur. Því er ráðlagt að prófa a.m.k. þrjár eða fleiri þynningar í einu.

– Hundradshluti staðalfráviksins skal ekki vera yfir 15% í þrefaldri ákvörðun fyrir hverja þynningu sýnisins og ekki yfir 30% í þremur sjálfstæðum tilraunum.

– Heimilt er að setja greiningarmörk sem eru þrefalt staðalfrávikðið fyrir núllsýnisleysinn eða bakgrunnssvörunina.

Önnur aðferð er að beita svörun sem er ofar en bakgrunnurinn (aðleiðslustuðull sem er fimmfaldur núllsýnisleysir) sem er reiknaður út frá kvörðunarferli dagsins. Heimilt er að setja magngreiningarmörk sem eru fimm- eða sexfalt staðalfrávik núllsýnisleysisins eða bakgrunnssvörunarinnar eða beita svörun sem er greinilega ofar en bakgrunnurinn (aðleiðslustuðull tífoldur núllsýnisleysir) reiknað út frá kvörðunarferli dagsins.

7.4. Sérkröfur varðandi lífgreiningu sem gerð er með greiningarsetti.⁸

1. Fylgja verður leiðbeiningum framleiðanda um undirbúning sýnis og greiningu.
2. Ekki skal nota prófunarsett eftir fyrningardagsetningu þeirra.
3. Ekki skal nota efni eða íhluti sem eru hannaðir til notkunar með öðrum settum.
5. Prófunarsett skulu geymd við hita, sem er innan þess bils sem tilgreint er, og notuð við þann hita sem tilgreindur er.

– Greiningarmörk fyrir ónæmisgreiningu eru ákvörðuð sem summa meðaltals og þrefalds staðalfráviks sem byggist á 10 endurteknum greiningum á núllsýninu og síðan er deilt í með hallagildi línulegu aðhvarfsjöfnunnar.

– Viðmiðunarstaðlar skulu notaðir við prófanir á rannsóknarstofu til að tryggja að svörunin við staðlinum sé innan viðunandi marka.

⁸ Ekki hafa verið færðar sönnur á að lífgreining með greiningarsettum, sem fást á almennum markaði, sé nægilega næm og áreiðanleg til að unnt sé að nota þau við skimun á matvæla- og fóðursýnum þar sem gengið er úr skugga um hvort díoxín séu í sýnunum í þeim styrk sem kröfur miðast við.

8. Skýrslur um niðurstöður.

Að því marki, sem greiningaraðferðin leyfir, skal styrkur einstakra PCDD/F-efna og PCB-efnamynda koma fram í greiningarniðurstöðum sem neðri styrkleikamörk, efri styrkleikamörk og miðlungsstyrkleikamörk í því skyni að sem mest af upplýsingum sé að finna í skýrslunni um niðurstöður þannig að unnt sé að túlka niðurstöðurnar samkvæmt sérstökum kröfum.

Í skýrslunni skal einnig koma fram fituefnainnihald sýnisins sem og aðferðin sem er notuð við útdrátt fituefnanna.

Gera skal grein fyrir tölum um heimtur einstakra innri staðla ef heimturnar eru utan þess bils sem um getur í 6. lið, ef þær eru hærri en hámarksviðmiðunargildið, svo og ef eftir því er leitað.

2. gr.

Með hliðsjón af tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 2005/8/EB er B hluta 1. viðauka II. kafla breytt sem hér segir:

1. Í 2. dálki 2. línu, Blý, bætist eftirfarandi neðanmálgrein við á eftir orðinu grænfóðri: „(*) grænfóður tekur til afurða, sem ætlaðar eru í fóður, svo sem heys, votheys, grass o.s.frv.“
2. 3. lína, Flúor, breytist sem hér segir:
 - a) 1. og 2. neðanmálgrein falli brott.
 - b) Í stað orðanna „Steinefnablöndur fyrir nautgripi, sauðfé og geitfé – 2000⁽¹⁾“ og „Annar fóðurbætir – 125⁽²⁾“ komi orðin „Fóðurbætir sem inniheldur ≤ 4% fosfór – 500“ og „Fóðurbætir sem inniheldur > 4% fosfór – 125 fyrir hvert 1% af fosfór“.
3. Í stað 4. línu, Kvikasilfur, komi eftirfarandi:

Óæskileg efni	Afurðir sem ætlaðar eru í fóður	Hámarksinnihald í mg/kg (milljónarhlutar) fyrir fóður með 12% rakainnihaldi
(1)	(2)	(3)
„4. Kvikasilfur	Fóðurefni, að undanskildu:	0,1
	– fóðri sem fellur til við vinnslu fisks eða annarra sjávardýra	0,5
	– kalsíumkarbónati	0,3
	Heilfóður, að undanskildu:	0,1
	– heilfóðri fyrir hunda og ketti	0,4
	Fóðurbætir, að undanskildum:	0,2“
	– fóðurbæti fyrir hunda og ketti	

3. gr.

Með hliðsjón af tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 2004/116/EB fellur afurðaflokkur 1.2.1. Ger ræktað í fôðurefnablöndu úr dýra- og jurtaríkinu niður og í staðinn kemur:

Heiti afurðaflokks	Heiti afurða	Efnafræðileg tákun afurðar eða örverutegund	Fôðurefnablanda (forskrift ef við á)	Einkenni á samsetningu afurða	Dýrategund	Sér-ákvæði
1.2.1. Ger ræktað í fôðurefnablöndu úr dýra- og jurtaríkinu	Allt ger:	<i>Saccharomyces cerevisiae</i> , <i>Saccharomyces carlsbergiensis</i> , <i>Kluyveromyces lactis</i> , <i>Kluyveromyces fragilis</i>	Melassi, eimingarleifar, korn og afurðir sem innihalda sterkju, ávaxtasafi, mysa, mjólkursýra, vatnsrofið matjurtatréni		Allar dýrategundir	
	1. úr örverum og fôðurefnablöndum sem eru tilgreindar í 3. og 4. dálki		<i>Candida guilliermondii</i>	Melassi, eimingarleifar, korn og afurðir sem innihalda sterkju, ávaxtasafi, mysa, mjólkursýra, vatnsrofið matjurtatréni	Purrefni að lágmarki 16%	Eldissvín
	2. þar sem frumum hefur verið eytt					

4. gr.

Á grundvelli ákvörðunar sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 94/2005, frá 8. júlí 2005, skal tilskipun framkvæmdastjórnar Evrópusambandsins nr. 2004/116, öðlast gildi hér á landi með þeim breytingum og viðbótum sem leiðir af I. viðauka EES-samningsins og öðrum ákvæðum hans.

Á grundvelli ákvörðunar sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 108/2005, frá 30. september 2005, skulu tilskipanir framkvæmdastjórnar Evrópusambandsins nr. 2005/6 og 2005/7 öðlast gildi hér á landi með þeim breytingum og viðbótum sem leiðir af I. viðauka EES-samningsins og öðrum ákvæðum hans.

Á grundvelli ákvörðunar sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 109/2005, frá 30. september 2005, skal tilskipun framkvæmdastjórnar Evrópusambandsins nr. 2005/8, öðlast gildi hér á landi með þeim breytingum og viðbótum sem leiðir af I. viðauka EES-samningsins og öðrum ákvæðum hans.

Reglugerð þessi er sett samkvæmt heimild í 7. gr. laga nr. 22/1994 um eftirlit með fôðri, áburði og sáðvöru og tekur þegar gildi.

Landbúnaðarráðuneytinu, 19. maí 2006.

F. h. r.

Guðmundur B. Helgason.

Sigríður Stefánsdóttir.