

KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 1883/2006,**19. detsember 2006,****millega sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks teatavates toiduainetes****(EMPs kohaldatav tekst)**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse Euroopa Parlamendi ja nõukogu 29. aprilli 2004. aasta määrust (EÜ) nr 882/2004 ametlike kontrollide kohta, mida tehakse sööda- ja toidualaste õigusnormide ning loomateravishoidu ja loomade heaolu käsitlevate eeskirjade täitmise kontrollimise tagamiseks, ⁽¹⁾ eriti selle artikli 11 lõiget 4,

ning arvestades järgmist:

- (1) Komisjoni 19. detsembri 2006. aasta määrus (EÜ) nr 1881/2006, millega sätestatakse teatavate saasteainete piirnормid toiduainetes, ⁽²⁾ sätestab dioksiinide ja furaanide ning dioksiinide, furaanide ja dioksiinilaadsete PCBde summa piirnормid teatavates toiduainetes.
- (2) Komisjoni 30. juuli 2002. aasta direktiiviga 2002/69/EÜ, millega sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid dioksiinide sisalduse ametlikuks kontrolliks ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse kindlaksmääramiseks toiduainetes, ⁽³⁾ on kehtestatud proovivõtu- ja analüüsimeetodite erisätted, mida tuleb kohaldada ametliku kontrolli korral.
- (3) Direktiivi 2002/69/EÜ on vaja muuta uute dioksiinide, furaanide ja dioksiinilaadsete PCBde summa piirnормide kohaldamiseks. Selguse huvides on asjakohane asendada direktiiv 2002/69/EÜ käesoleva määrusega.
- (4) Käesolevas määruses ettenähtud sätted käsitlevad ainult dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde proovivõttu ja analüüsi määruse (EÜ) nr 1881/2006 rakendamiseks ega mõjuta nõukogu 29. aprilli 1996. aasta direktiivi 96/23/EÜ (millega nähakse ette teatavate ainete ja nende jääkide kontrollimise meetmed elusloomades ja

loomsetes toodetes ning tunnistatakse kehtetuks direktiivid 83/358/EMÜ ja 86/469/EMÜ ning otsused 89/187/EMÜ ja 91/664/EMÜ ⁽⁴⁾ III ja IV lisas täpsustatud proovivõtustrateegiat, proovivõtu mahtu ja sagedust. Need sätted ei mõjuta ka komisjoni 23. veebruari 1998. aasta otsuses 98/179/EÜ (millega kehtestatakse teatavate elusloomades ja loomsetes toodetes esinevate ainete ja ainejääkide seire üksikasjalikud ametliku proovide võtmise eeskirjad) ⁽⁵⁾ sätestatud proovivõtmise kriteeriume.

- (5) Märkimisväärse dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldusega proovide valikuks tuleks analüüsimisel kasutada tõestatud ja üldtunnustatult valideeritud ning suure jõudlusega sõelumismeetodit. Dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldus nendes proovides määratakse kinnitusemeetodiga. Seetõttu on asjakohane kehtestada ranged nõuded kinnitusemeetoditele ja miinimumnõuded sõelumismeetodile.
- (6) Väga suurte kalade puhul on vaja proovi võtmist täpsustada, et tagada ühtne käsitusviis ühenduses tervikuna.
- (7) Sama liiki ja samast piirkonnast pärinevates kalades võib dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldus olla sõltuvalt kalade suurusest või vanusest erinev. Lisaks sellele ei ole dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldus kala kõigis osades tingimata ühesugune. Seetõttu tuleb kalade puhul proovi võtmine ja ettevalmistamine täpsemalt määratleda, et tagada ühtne käsitusviis ühenduses tervikuna.
- (8) On ülimalt oluline, et analüüsi tulemuste kohta esitataks aruanne ja neid tõlgendatakse ühtemoodi, et tagada ühtne rakendamine ühenduses tervikuna.
- (9) Käesoleva määrusega ettenähtud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega,

⁽¹⁾ ELT L 165, 30.4.2004, lk 1. Määrust on muudetud komisjoni määrusega (EÜ) nr 776/2006 (ELT L 136, 24.5.2006, lk 3).

⁽²⁾ Vt käesoleva Euroopa Liidu Teataja lk 5.

⁽³⁾ EÜT L 209, 6.8.2002, lk 5. Direktiivi on viimati muudetud direktiiviga 2004/44/EÜ (ELT L 113, 20.4.2004, lk 17).

⁽⁴⁾ EÜT L 125, 23.5.1996, lk 10. Direktiivi muudeti viimati Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrusega (EÜ) nr 882/2004 (ELT L 165, 30.4.2004, lk 1).

⁽⁵⁾ EÜT L 65, 5.3.1998, lk 31. Otsust on muudetud 2003. aasta ühine-misaktiga.

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa 5. jaos loetletud toiduainete proovid dioksiinide, furaanide ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks võetakse vastavalt käesoleva määruse I lisas sätestatud meetoditele.

Artikkel 2

Määruse (EÜ) nr 1881/2006 lisa 5. jaos loetletud toiduainete proovid dioksiinide, furaanide ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks valmistatakse ette ja analüüsitakse vastavalt käesoleva määruse II lisas sätestatud meetoditele.

Artikkel 3

Käesolevaga tunnistatakse kehtetuks direktiiv 2002/69/EÜ. Viiteid kehtetukstunnistatud direktiivile käsitatakse viidetena käesolevale määrusele.

Artikkel 4

Käesolev määrus jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Käesolevat määrust kohaldatakse alates 1. märtsist 2007.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 19. detsember 2006

Komisjoni nimel
komisjoni liige
Markos KYPRIANOU

I LISA

PROOVIVÕTUMEETODID DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) JA DIOKSIINILAADSETE PCBde SISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIKS TEATAVATES TOIDUAINETES

1. RAKENDUSALA

Dioksiinide (PCDD/PCDF) ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks ettenähtud proovid toiduainetest võetakse vastavalt käesolevas lisas kirjeldatud meetoditele. Selliselt saadud lähteproove käsitletakse esinduslikena asjaomasele partiile või osapartiile. Vastavust komisjoni määruses (EÜ) nr 1881/2006 (millega sätestatakse teatavate saasteainete piirnormid toiduainetes) sätestatud piirnormidele kontrollitakse laboriproovides määratud sisalduste alusel.

2. MÕISTED

Partii – eristatav toidukogus, mis on samal ajal tarnitud ning mille puhul ametnik on kindlaks määranud järgmised ühised omadused: päritolu, sort, pakkimisviis, pakkija, saatja või märgistused. Kala ja kalandustoodete puhul peab olema võrreldav ka kalade suurus. Kui kalade suurus ja/või kaal ei ole saadetise piires võrreldav, võib saadetist siiski käsitleda partiina, kuid kohaldada tuleb proovivõtu erimenetlust.

Osapartii – teatav suure partii osa, mille puhul kohaldatakse proovivõtumeetodit. Iga osapartii peab olema füüsiliselt eraldatud ja kindlakstehtav.

Valim – partii või osapartii ühest kohast võetud proovikogus.

Lähteproov – kõikide partiist või osapartiist võetud valimite koguhulk.

Laboriproov – labori jaoks ettenähtud lähteproovist eraldatud esinduslik kogus/osa.

3. ÜLDSÄTTED

3.1. Töötajad

Proove võtab liikmesriigi määratud volitatud isik.

3.2. Materjal, millest proovid võetakse

Igast uuritavast partiist või osapartiist võetakse proovid eraldi.

3.3. Ettevaatusabinõud

Proovide võtmise ja ettevalmistamise käigus võetakse tarvitusele ettevaatusabinõud, et vältida muutusi, mis võivad mõjutada dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldust, analüüsitulemusi või muuta lähteproovi esinduslikkust.

3.4. Valimid

Võimaluse korral võetakse valimid kogu partii või osapartii erinevatest kohtadest. Kõrvalekaldumine sellisest reeglist tuleb märkida käesoleva lisa punktis 3.8 ettenähtud protokollis.

3.5. Lähteproovi ettevalmistamine

Lähteproov saadakse valimite kokkusegamise teel. Lähteproovi mass peab olema vähemalt 1 kg, välja arvatud juhul, kui see ei ole otstarbekas, näiteks kui prooviks on üksikpakend.

3.6. Paralleelproovid

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide eeskirjades kajastatud toidukäitlejate õigustega, võetakse homogeniseeritud lähteproovist paralleelproovid, mis on ette nähtud eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks. Laboriproovid eeskirjade täitmise tagamiseks peavad olema piisavalt suured, et võimaldada kordusanalüüsi.

3.7. Proovide pakkimine ja vedu

Iga proov asetatakse puhtasse inertses materjalist nõusse, et vältida analüüdi adsorptsiooni proovinõu seintele ning kaitsta proovi saastumise ja veo ajal tekkida võivate vigastuste eest. Veo või säilitamise ajal proovi koostise tekkida võiva muutuse vältimiseks võetakse tarvitusele kõik vajalikud ettevaatusabinõud.

3.8. Proovide pitseerimine ja märgistamine

Iga ametlikuks kasutamiseks võetud proov pitseeritakse proovivõtukohas ja märgistatakse vastavalt liikmesriikide eeskirjadele.

Iga proovivõtu kohta tuleb täita protokoll, mis võimaldab iga partiid üheselt kindlaks teha. Protokoll märgitakse proovivõtu aeg ja koht ning muu lisateave, mis võib analüüsijale abiks olla.

4. PROOVIVÕTUKAVAD

Kohaldatav proovivõtumeetod peab tagama, et lähteproov on kontrollitava (osa)partii suhtes esinduslik.

4.1. Partiide jaotamine osapartiideks

Suured partiid jaotatakse osapartiideks tingimusel, et osapartiid on võimalik füüsiliselt eraldada. Suurte müügipakendita turustatavate toodete partiide puhul (nt taimeõlid) järgitakse tabelit 1. Teiste toodete puhul järgitakse tabelit 2. Võttes arvesse, et partii mass ei ole alati osapartiide massi täiskordne, võib osapartii mass ületada ettenähtud massi kuni 20 %.

Tabel 1

Müügipakendita partiidena kaubeldavate toodete jaotamine osapartiideks

Partii mass (tonnides)	Osapartiide mass või arv
$\geq 1\,500$	500 tonni
> 300 ja $< 1\,500$	3 osapartiid
≥ 50 ja ≤ 300	100 tonni
< 50	—

Tabel 2

Teiste toodete partiide jaotamine osapartiideks

Partii mass (tonnides)	Osapartiide mass või arv
≥ 15	15–30 tonni
< 15	—

4.2. Valimite arv

Kõikidest valimitest saadud lähteproovi mass on vähemalt 1 kg (vt käesoleva lisa punkt 3.5).

Partiist või osapartiist võetavate valimite miinimumarv on esitatud tabelites 3 ja 4.

Müügipakendita turustatavate vedelate toodete puhul segatakse partii või osapartii vahetult enne proovivõtmist kas käsitsi või mehaaniliselt võimalikult põhjalikult läbi, jälgides et see ei mõjuta toote kvaliteeti. Sellisel juhul eeldatakse, et saasteainete jaotus on asjaomases partiis või osapartiis ühtlane. Seetõttu piisab, kui partiist või osapartiist võetakse lähteprooviks kolm valimit.

Valimid peavad olema ühesuguse massiga. Ühe valimi mass peab olema vähemalt 100 g.

Kõrvalekaldumine sellest reeglist tuleb märkida käesoleva lisa punktis 3.8 ettenähtud protokollis. Vastavalt komisjoni 27. oktoobri 1997. aasta otsuse 97/747/EÜ (millega määratakse kindlaks nõukogu direktiiviga 96/23/EÜ ettenähtud proovide võtmise mahud ja sagedused teatavate loomsetes toodetes esinevate ainete ja ainejääkide seireks) ⁽¹⁾ sätetele, on kanamunade puhul lähteproovi suurus vähemalt 12 muna (andmed müügipakendita ja üksikutest pakenditest koosnevate partiide kohta on esitatud tabelites 3 ja 4).

⁽¹⁾ EÜT L 303, 6.11.1997, lk 12.

Tabel 3

Partiist või osapartiist võetavate valimite miinimumarv

Partii/osapartii mass või maht (kg või liiter)	Võetavate valimite miinimumarv
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Kui partii või osapartii koosneb üksikutest pakenditest või ühikutest, on lähteproovi saamiseks võetavate pakendite või ühikute arv esitatud tabelis 4.

Tabel 4

Lähteproovi moodustamiseks võetavate pakendite või ühikute (valimite) arv, kui partii või osapartii koosneb üksikutest pakenditest või ühikutest

Pakendite või ühikute arv partiis/osapartiis	Võetavate pakendite või ühikute arv
1–25	vähemalt 1 pakend või ühik
26–100	ligikaudu 5 %, kuid vähemalt kaks pakendit või ühikut
> 100	ligikaudu 5 %, kuid mitte rohkem kui kümme pakendit või ühikut

4.3. Erinõuded proovivõtmise kohta võrreldava suuruse ja kaaluga terveid kalu sisaldavatest partiidest

Kalad on võrreldava suuruse ja kaaluga, kui suuruse ja kaalu erinevus ei ületa ligikaudu 50 %.

Partiist võetavate valimite arv on toodud tabelis 3. Kõikidest valimitest saadav lähteproovi mass on vähemalt 1 kg (vt punkt 3.5).

— Kui uuritav partii sisaldab väikseid kalu (üksikute kalade kaal on alla 1 kg), võetakse lähteprooviks terveid kalu. Kui selliselt saadud lähteproovi mass ületab 3 kg, võib valimi võtta kala keskmisest osast, kusjuures iga valimi mass on vähemalt 100 g. Üldkogust, mille suhtes kohaldatakse piirnormi, kasutatakse proovi homogeniseerimiseks.

Kala keskmine osa on see, kus asub raskuskese. See asub enamasti rinnauime kohal (kui kalal on rinnauim) või lõpuseava ja päraku vahelise tüki keskel.

— Kui uuritav partii sisaldab suuremaid kalu (üksikute kalade kaal on üle 1 kg), võetakse valim kala keskmisest osast. Iga valimi mass on vähemalt 100 g.

Vahepealse suurusega kalade puhul (kaaluga umbes 1–6 kg) võetakse valim kala keskmisest osast selgroost kõhuni ulatuvast tükist.

Väga suurte kalade puhul (kaaluga üle 6 kg) võetakse valim parempoolsest (eestvaates) külgmisest seljalihasest kala keskmises osas. Kui valimi võtmine kala keskmisest osast põhjustaks olulist majanduslikku kahju, siis peetakse piisavaks kolme vähemalt 350 grammise valimi võtmist, olenemata partii suurusest või teise võimalusena võib valimiks võtta kala sabaosa ja peaosala lähedalt võrdses osas lihmassi, mida loetakse terve kala dioksiinisalduse suhtes esinduslikuks.

4.4. Proovide võtmine erineva suuruse ja kaaluga terveid kalu sisaldavatest partiidest

- Proovide võtmisel kohaldatakse punkti 4.3 sätteid.
- Kui teatud suurus- või kaaluklass/-kategooria on ülekaalus (ligikaudu 80 % või rohkem partiist), võetakse proov ülekaalus olevasse suurus- või kaaluklassi/-kategooriasse kuuluvatelt kaladelt. Seda proovi loetakse esinduslikuks kogu partii suhtes.
- Kui ükski suurus- või kaaluklass/-kategooria ei ole ülekaalus, tuleb tagada, et proovi jaoks valitud kalad on partii suhtes esinduslikud. Erijuhised sellisteks juhtumiteks on esitatud juhenddokumendis proovide võtmiseks erineva suuruse ja/või kaaluga terveid kalu sisaldavatest partiidest (*"Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight"*).⁽¹⁾

4.5. Proovide võtmine jaemüügi etapil

Jaemüügi etapil tuleb võimaluse korral toiduainetest proove võtta käesoleva vastavalt lisa punktis 4.2 esitatud sätetele.

Juhul, kui see ei ole võimalik, võib jaemüügi etapil kasutada alternatiivseid proovivõtumeetodeid tingimusel, et need tagavad uuritava partii või osapartii suhtes piisava esinduslikkuse.

5. PARTII VÕI OSAPARTII NÕUETEKOHASUSE HINDAMINE

Partii loetakse nõuetekohaseks, kui üksikanalüüsi tulemus mõõtemääramatust arvestades ei ületa määruises (EÜ) nr 1881/2006 ettenähtud dioksiinide ning dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde summa piirnormi.

Partii ei vasta määruises (EÜ) nr 1881/2001 sätestatud piirnormile, kui nn ülemtõkke⁽²⁾ analüüsitulemus, mida on kinnitanud kordusproovi analüüs,⁽³⁾ mõõtemääramatust arvestades piirnormi kahtluseta ületab.

Mõõtemääramatust võib arvestada ühel järgmistest viisidest:

- Arvutatakse laiendmääramatus, mis annab 95 % usaldusvääruse, kui kasutatakse kattetegurit väärtusega 2. Partii või osapartii ei loeta nõuetekohaseks, kui mõõdetud väärtus, millest lahutatakse U, ületab lubatud normi. Dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde eraldi määramise korral tuleb dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde summa puhul kasutada dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde eraldiseisvate analüüsitude tulemusena saadud hinnangulise laiendmääramatuse summat.
- Määratakse otsustuspiir (CC_α) vastavalt komisjoni 12. augusti 2002. aasta otsuse 2002/657/EÜ (millega rakendatakse nõukogu direktiivi 96/23/EÜ analüüsimeetodite tulemuslikkuse ja tulemuste tõlgendamise osas)⁽⁴⁾ sätetele (lisa punkt 3.1.2.5. – ained, mille kohta on kehtestatud lubatud piirnormid). Partii või osapartii ei ole nõuetekohane, kui mõõdetud väärtus võrdub CC_α-ga või on sellest suurem.

Käesolevaid tõlgenduseeskirju kohaldatakse ametlikuks kontrolliks ette nähtud proovide analüüsitude suhtes. Kaubanduse kaitse ja võrdlemise eesmärgil tehtud analüüsitude suhtes kohaldatakse liikmesriikide eeskirju.

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

⁽²⁾ Ülemtõkke põhimõtte kohaselt vastab toksilisuse ekvivalendi (TEQ) arvutamisel iga kvantifitseerimata analoogi väärtus määramispiiri väärtusele.

Alamtõkke põhimõtte kohaselt vastab TEQ arvutamisel iga kvantifitseerimata analoogi väärtus nullile.

Vaheväärtuse põhimõtte kohaselt vastab TEQ arvutamisel iga kvantifitseerimata analoogi väärtus poolele määramispiiri väärtusele.

⁽³⁾ Kordusproov on vajalik, et välistada sisemise ristasaastumise ja juhusliku proovide segunemise võimalus Mõõtemääramatust arvesse võttes kasutatakse esimest analüüsi nõuetele vastavusehindamiseks.

Juhul, kui analüüsi käigus on toimunud dioksiiniga saastumine, võidakse kinnituseks läbi viia teine analüüs juhul, kui analüüsiks võetud proovide puhul on suudetud kindlaks teha, et need on seotud dioksiiniga saastumise juhtumiga.

⁽⁴⁾ EÜT L 221, 17.8.2002, lk 8. Otsust on muudetud otsusega 2004/25/EÜ (ELT L 6, 10.1.2004, lk 38).

II LISA

PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE JA NÕUDED ANALÜÜSIMEETODITELE, MIDA KASUTATAKSE DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) JA DIOKSIINIILAADSETE PCBde SISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIKS TEATAVATES TOIDUAINETES

1. RAKENDUSALA

Käesolevas lisas sätestatud nõudeid kohaldatakse toiduainete analüüsimisel dioksiinide (polükloreeritud dibenso-*p*-dioksiinid (PCDD) ja polükloreeritud dibensofuraanide (PCDF)) ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks.

Dioksiinide esinemist toiduainetes saab kontrollida viisil, mis hõlmab sõelumismeetodit, millega valitakse need proovid, milles dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisaldus ületab piirnormi või on sellest vähem kui 25 % madalam. Dioksiinide sisaldus ning dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde summa nendes proovides tuleb kindlaks määrata/kinnitada kinnitusmeetodi abil.

Sõelumismeetodeid kasutatakse dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse tuvastamiseks huvipakkuval kontsentratsioonil. Need meetodid peavad olema suure jõudlusega ja neid kasutatakse suuremast hulgast proovidest potentsiaalselt positiivsete proovide väljavalimiseks. Need meetodid tuleb välja töötada selliselt, et välistada valenegatiivseid tulemusi.

Kinnitusmeetodid annavad täielikku või lisateavet dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde üheseks identifitseerimiseks ja kvantifitseerimiseks huvipakkuval kontsentratsioonil.

2. TAUST

Üksikute ainete sisaldus proovis korrutatakse vastava toksilise ekvivalentfaktoriga (TEF) (mille töötas välja Maailma Terviseorganisatsioon ja mis on loetletud käesoleva lisa liites) ja liidetakse seejärel kokku, et saada toksilise ekvivalentides (TEQ) väljendatud dioksiinilaadsete ühendite üldsisaldus.

Käesoleva määruse kohaldamisel on üksiku analoogi vastuvõetav konkreetne määramispiir uuritava aine sisaldus sellises prooviekstraktis, mis tekitab seadmes kahe erinevaiooni signaali, mida jälgitakse signaali/müra suhtega 3:1 nõrgema signaali puhul, ning mis vastab põhitingimustele, näiteks viibeag ja isotoopsuhe vastavalt EPA-meetodi 1613 versioonis B kirjeldatud määramismeetodile.

3. KVALITEEDINÕUDED PROOVIDE ETTEVALMISTAMISEL

- Igas proovivõtu ja analüüsi etapis tuleb võtta tarvitusele meetmed ristsaastumise vältimiseks
- Proove tuleb säilitada ja vedada klaas-, alumiinium-, polüpropüleen- või polüetüleenõudes. Paberitolmu jäägid tuleb proovinõult eemaldada. Klaasnõu tuleb loputada lahusega, mille dioksiinivaba koostise kohta on välja antud tunnistus või mida on dioksiinide sisalduse suhtes eelnevalt kontrollitud.
- Proovide säilitamine ja vedu tuleb korraldada nii, et toiduproovi koostises muutusi ei toimu.
- Vajaduse korral laboriproov jahvatatakse ja segatakse meetodil, mis tagab homogeense proovi saamise (näiteks jahvatatakse proov nii peeneks, et prooviosakesed mahuksid läbi 1 mm avadega sõela); kui proovide niiskusesisaldus on suur, tuleb neid enne jahvatamist kuivatada.
- Tehakse tühikats, mille puhul läbitakse kõik analüüsi etapid ilma proovita.
- Ekstraheeritava proovi mass peab olema piisav, et olla vastavuses mõõtetundlikkuse nõuetega.
- Meetodid, mida kasutatakse uuritavate proovide analüüsiks ettevalmistamiseks, peavad olema valideeritud vastavalt rahvusvaheliselt tunnustatud juhiste.

— Kaladelt tuleb nahk eemaldada, sest piinormi kohaldatakse nahata lihmassi suhtes. Kõik lihmassi ja rasvkoe jäägid tuleb naha sisepeinnalt siiski hoolikalt ja täielikult maha kraapida ning analüüsitava proovi hulka lisada.

4. NÕUDED LABORITELE

— Labor peab näitama meetodi suutlikkust huvipakkuval kontsentratsioonil, näiteks 0,5-, 1- ja 2-kordsel huvipakkuval kontsentratsioonil koos nõuetekohase variatsioonikoefitsiendiga korduvalanalüüside puhul. Nõuetekohase kriteeriume käsitlevad üksikasjad on esitatud punktis 5.

— Kinnitusmeetodi määramispiir peab olema ligikaudu 1/5 huvipakkuvast kontsentratsioonist.

— Sisemise kvaliteeditagamise meetmena tuleb regulaarselt teha tühikateid ja lisamiskatseid või kontrollproovide analüüsimist (võimaluse korral tuleb eelistada sertifitseeritud etalonaineid).

— Labori pädevust tuleb tõendada pideva eduka osalemisega laboritevahelistes uuringutes, mida korraldatakse dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde sisalduse kindlaksmääramiseks asjaomastes sööda/toidu põhianetes.

— Vastavalt määrusele (EÜ) nr 882/2004 peavad laborid olema ISO juhendi 58 kohaselt tegutseva tunnustatud asutuse poolt akrediteeritud tagamaks, et nad kohaldavad analüüsimisel kvaliteeditagamissüsteemi. Laborid akrediteeritakse EN ISO/IEC 17025 standardi kohaselt.

5. DIOKSIINIDE JA DIOKSIINILAADSETE PCBDE ANALÜÜSIMEETODITELE ESITATAVAD NÕUDED

Analüüsimeetoditele esitatavad põhinõuded:

— *Suur mõõtetundlikkus ja madal avastamispiir.* PCDD ja PCDFi puhul peavad avastatavad kogused nimetatud ühendite äärmiselt suure toksilisuse tõttu jääma vahemikku TEQ pikogrammi (10^{-12} g). Teadaolevalt on PCBde sisaldus kõrgem kui PCDDde ja PCDFide sisaldus. Enamiku PCBde analoogide puhul piisab mõõtetundlikkusest vahemikus (10^{-9} g) nanogrammi. Toksilisemate dioksiinilaadsete PCBde analoogide (eriti *m*- ja *p*-asendatud analoogide) puhul tuleb saavutada samasugune mõõtetundlikkus nagu PCDDde ja PCDFide puhul.

— *Kõrge selektiivsus (spetsiifilisus).* PCDDsid, PCDFe ja dioksiinilaadseid PCBsid peab olema võimalik eristada teistest võimalikest kaasaekstraheeruvatest segavatest ühenditest, mille sisaldus võib analüüsitava ühendite sisaldusega võrreldes olla mitmekordne. Gaaskromatograafia/mass-spektromeetria (GC/MS) meetoditega peab olema võimalik eristada eri analooge, näiteks toksilisi analooge (nt seitseteist 2,3,7,8-asendatud PCDDd ja PCDFi ning dioksiinilaadset PCBd) teistest analoogidest. Biotestidega peab olema võimalik kindlaks määrata TEQ-väärtusi valikuliselt PCDDde, PCDFide ja dioksiinilaadsete PCBde summana.

— *Suur mõõtetäpsus (tõesus ja kordustäpsus).* Määramine peab andma pädeva hinnangu proovis esineva aine tegeliku sisalduse kohta. Suur mõõtetäpsus (mõõtetäpsus – mõõtmise tulemuse ja mõõtmise tegeliku või talle omistatud väärtuse lähedusaste) on vajalik, et vältida analüüsitulemuse tagasilükkamist TEQ-väärtuse vähese usaldusväärsuse tõttu. Mõõtetäpsust väljendatakse tõesuse (sertifitseeritud aine analüüsimisel mõõdetud analüüdi keskmise väärtuse ja selle sertifitseeritud väärtuse erinevus väljendatuna protsentides) ja kordustäpsusena (RSD_R suhteline standardhälve, mis arvutatakse korratavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal).

Sõelumismeetodid võivad hõlmata bioteste ja GC/MS-meetodeid; kinnitusmeetoditeks on kõrglahutuvusega gaaskromatograafia ja mass-spektromeetria (HRGC/HRMS) meetodid. TEQ üldväärtuse puhul tuleb järgida järgmisi kriteeriume:

	Sõelumismeetodid	Kinnitusmeetodid
Valenegatiivsete määr	< 1 %	
Tõesus		– 20 % kuni + 20 %
Kordustäpsus (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. SÕELUMIS- VÕI KINNITUSMEETODINA KASUTATAVATELE GC/MS-MEETODITELE ESITATAVAD ERINÕUDED

- Analüüsimetodi valideerimiseks tuleb analüüsimise alguses, näiteks enne ekstraheerimist, lisada ^{13}C -märgistatud 2,3,7,8-kloorasendatud PCDD/F-ide sisestandardide ja ^{13}C -märgistatud dioksiinilaadsete PCBde sisestandardide. Iga tetra- kuni oktakloreeritud PCDD/F-i homoloogilise rühma kohta ning iga dioksiinilaadse PCB homoloogilise rühma kohta tuleb lisada vähemalt üks analoog (alternatiivse võimalusena võib lisada vähemalt ühe analoogi iga mass-spektromeetriliselt selekteeritud iooni registreerimisfunktsiooni kohta, mida kasutatakse PCDD/F-ide ja dioksiinilaadsete PCBde kontrolliks). Meetodite, eriti kinnitusmeetodite puhul, eelistatakse kasutada kõiki seitsmeteist ^{13}C -märgistatud 2,3,7,8-asendatud PCDD/F-ide sisestandardit ja dioksiinilaadsete PCBde määramiseks kõiki kahteist ^{13}C -märgistatud dioksiinilaadsete PCBde sisestandardit.

Suhtelised kalibreerimistegurid tuleb asjakohaseid kalibreerimislahuseid kasutades määrata ka sellistele analoogidele, mille puhul ei lisata ^{13}C -märgistatud analoogi.

- Taimse ja loomse toidu puhul, mille rasvasisaldus on väiksem kui 10 %, tuleb sisestandardid lisada enne ekstraheerimist. Kui loomse toidu rasvasisaldus on suurem kui 10 %, võib sisestandardid lisada kas enne ekstraheerimist või pärast rasva ekstraheerimist. Ekstraheerimise tõhusus tuleb valideerida sobival viisil olenevalt sellest, millisel analüüsi etapil sisestandardid lisatakse ja kas analüüsitulemused esitatakse toote või rasva kohta.
- Enne GC/MS-analüüsi tuleb lisada 1 või 2 surrogaatsaagist.
- Saagist tuleb kontrollida. Kinnitusmeetodite puhul peavad üksikute sisestandardite saagised olema vahemikus 60–120 %. Üksikute analoogide, eriti mõnede hepta- ja oktakloreeritud dibensodioksiinide ja dibensofuraanide puhul on madalamad või kõrgemad saagised vastuvõetavad üksnes tingimusel, et nende osa TEQ-väärtuses ei ületa 10 % TEQ-üldväärtusest (PCDD/F-ide ja dioksiinilaadsete PCBde summa alusel). Sõelumismetodite puhul peavad saagised olema vahemikus 30–140 %.
- Dioksiinid tuleb eraldada segavatest kloreeritud ühenditest, näiteks mittedioksiinilaadsetest PCBdest ja kloreeritud difenüüleestritest, sobiva kromatograafilise meetodiga (eelistada tuleks florisil-, alumiiniumoksiid- või süsinikkolonne).
- Isomeeride gaaskromatograafiline lahutatavus peab olema küllaldane (1,2,3,4,7,8-HxCDFi ja 1,2,3,6,7,8-HxCDFi piikide kattuvus on alla 25 %).
- Määramiseks kasutatakse EPA-meetodi 1613 versiooni B (*Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRC/HRMS*) või muud samaväärsete suutlikkusnäitajatega meetodit.
- Toiduainete puhul, mille dioksiinisaldus on ligikaudu 1 pg WHO-TEQ/g rasva kohta (PCDD/F-i ja dioksiinilaadsete PCBde summa alusel), ei tohi ülem- ja alamtõkke vahe ületada 20 %. Sama nõuet kohaldatakse ka vahese rasvasisaldusega toiduainete suhtes, mille dioksiinisaldus on ligikaudu 1 pg WHO-TEQ/g toote kohta. Madalamate sisalduste puhul, näiteks 0,5 pg WHO-TEQ/g tootes, võib ülem- ja alamtõkke vahe olla vahemikus 25–40 %.

7. SÕELUMISMEETODID

7.1. Sissejuhatus

Sõelumismetodit võib kasutada erinevate analüüsides puhul: ainult sõelumine või kvantitatiivne analüüs.

Sõelumine

Võrreldakse uuritava proovi ja huvipakkuva kontsentratsiooniga standardproovi analüüsimisel saadud tulemusi. Kui teatud prooviga saadud tulemus vastab standardprooviga võrreldes väiksemale sisaldusele, loetakse see proov negatiivseks, suuremale sisaldusele vastava tulemuse puhul loetakse proov positiivseks. Nõuded:

- Iga katseseeria puhul tuleb kasutada nii null- kui ka standardproovi/standardproove, mis ekstraheeritakse ja analüüsitakse samal ajal ja samadel tingimustel. Standardproovi näit peab olema selgelt suurem nullproovi näidust.
- Huvipakkuval kontsentratsioonil meetodi nõuetekohase toimimise näitamiseks tuleb lisaks eelnimetatule kasutada 0,5- ja 2kordsele huvipakkuvale kontsentratsioonile vastavaid standardproove.

- Teisi põhiaineid analüüsid tuleb näidata standardproovi(de) sobivust, võttes selleks eelistatavalt proove, mille HRGC/HRMS abil määratud TEQ-väärtus on lähedane standardproovi väärtusele või vastavale nullkatsele.
- Biotestide puhul ei ole võimalik kasutada sisestandarddeid, mistõttu on väga tähtis ühe katseseeria standardhälbe kohta andmete saamiseks teha korduskatsed. Variatsioonikoefitsient peab olema alla 30 %.
- Biotestide puhul tuleb kindlaks määrata sihtühendid, võimalikud segavad mõjurid ja suurim lubatud tühikatsese tase.

Kvantitatiivne analüüs

Kvantitatiivne analüüs eeldab standardlahjenduste seeriaid, kahe- või kolmekordset puhastamist ning mõõtmise, tühikatsese ja saagise kontrolli. Tulemust võib väljendada TEQ-väärtusena, eeldades, et signaali andvad ühendid vastavad TEQ-põhimõttele. Seda on võimalik demonstreerida kasutades TCDDd (või dioksiin/furaan/dioksiinilaadse PCB standardsegu) kalibreerimiskõvera saamiseks, mille põhjal arvutatakse TEQ-väärtus ekstraktis ja selle kaudu ka proovis. Tulemust parandatakse tühikatsese jaoks arvutatud TEQ-väärtuse (et võtta arvesse kasutatud lahustite ja kemikaalide saasteaineid) ja saagisega (arvutatakse umbes huvipakkuvale kontsentratsioonile vastava kvaliteedikontrolliproovi TEQ-väärtusest). On oluline märkida, et osa saagisekaost võib tuleneda põhiaine mõjust ja/või erinevustest biotestide TEF-väärtuste ja WHO kehtestatud ametlike TEF-väärtuste vahel.

7.2. Nõuded sõelumismetoditele

- Sõelumismetoditena võib kasutada GC/MS-metodeid ja bioteste. GC/MS-metodite puhul kasutatavad nõuded on sätestatud punktis 6. Rakupõhiste biotestide erinõuded on sätestatud käesoleva lisa punktis 7.3 ja komplekteeritud biotestide erinõuded käesoleva lisa punktis 7.4.
- Vajalikud on andmed valepositiivsete ja valenegatiivsete tulemuste arvu kohta suure proovide hulga korral, mis jäävad alla- ja ülespoole piirnõrmi või häiretaset, võrreldes kinnitusmetoditega määratud TEQ-väärtusega. Tegelik valenegatiivsete tulemuste määr peab olema alla 1 %. Et sõelumismetodi kasutamisest oleks kasu, peab valepositiivsete tulemuste määr olema piisavalt madal.
- Positiivsed tulemused tuleb alati kinnitusmetodiga (HRGC/HRMS) üle kontrollida. Lisaks sellele tuleb suure TEQ-väärtusega proovid (ligikaudu 2–10 % negatiivsete proovide arvust) kinnitada HRGC/HRMSiga. Andmed biotesti ja HRGC/HRMSi tulemuste kokkulangevuse kohta peavad olema kättesaadavad.

7.3. Raku biotestide erinõuded

- Biotesti tegemiseks on iga testi puhul vajalik TCDD või dioksiini/furaani/dioksiinilaadse PCB segu standardkontsentratsioonide seeria (mis annab täieliku kalibreerimiskõvera (doosi ja toime kõver), mille puhul $R^2 > 0,95$). Madalate sisaldustega proovide analüüsimise puhul võib sõelumisel siiski kasutada madalale sisaldustele vastavat laiendatud kalibreerimiskõverat.
- Biotesti tulemuste kontrolliks kindla ajavahemiku järel tuleb kasutada kvaliteedikontrollikaardile märgitud TCDD standardkontsentratsiooni (ligikaudu kolmekordne määramispiir). Alternatiivseks võimaluseks on standardprooviga TCDD kalibreerimiskõvera suhtes saadud tulemus, sest rakkude reaktsioon võib sõltuda paljudest teguritest.
- Iga tüüpi etalonainete kohta tuleb koostada kvaliteedikontrolli kaardid ja neid kontrollida, et teha kindlaks, kas tulemused vastavad antud juhistelet.
- Eelkõige tuleb kvantitatiivsete arvutuste tegemisel kasutada proovi lahjendusi kalibreerimiskõvera lineaarse osa piires. Kalibreerimiskõvera lineaarsest osast välja jäävad proovid tuleb lahjendada ja uuesti analüüsida. Seetõttu on soovitatav analüüsida korraga vähemalt kolme lahjendust.
- Standardhälbe ei tohi ületada 15 % proovi ühe lahjenduse kolmekordsel määramisel ja 30 % kolme iseseisva katse puhul.
- Avastamispiiriks võib seada tühikatsese või fooninäidu kolmekordse standardhälbe. Alternatiivse võimalusena võib kasutada foonist tugevamat reaktsiooni (induktsioonifaktoriks on lahusti tühikatsese viiekordne tase), mis arvutatakse päeva kalibreerimiskõveralt. Määramispiiriks võib seada lahustiga tehtud tühikatsese või fooninäidu viie- kuni kuuekordse standardhälbe või kasutada foonist tugevamat reaktsiooni (Induktsioonifaktoriks on lahusti tühikatsese kümnekordne tase), mis arvutatakse päeva kalibreerimiskõveralt.

7.4. Komplekteeritud biotesti erinõuded

- Tuleb tagada, et komplekteeritud biotestid oleksid toidu analüüsimiseks piisavalt tundlikud ja usaldusväärsed.
- Tuleb järgida valmistaja juhtnööre proovide ettevalmistamise ja analüüsimise kohta.
- Pärast kasutusaja lõppu ei tohi testikomplekte kasutada.
- Teiste komplektidega kasutamiseks ettenähtud materjale või komponente ei tohi kasutada.
- Testikomplekte tuleb säilitada kindlaksmääratud säilitustemperatuuril ja kasutada kindlaksmääratud kasutustemperatuuril.
- Immunoanalüüsi avastamiskiir on tühikase 10 kordusanalüüsi kolmekordne standardhälve, mis jagatakse lineaarse regressiooni võrrandi tõusu väärtusega.
- Laboritestides tuleb kasutada etalonaineid, tagamaks et vastavus standardile oleks vastuvõetavates piirides.

8. ANALÜÜSITULEMUSTE ESITAMINE

Selleks, et tulemuste aruanne sisaldaks võimalikult palju andmeid ja võimaldaks tulemuste tõlgendamist erinõuete kohaselt, peavad analüüsitulemused – kui kasutatud analüüsimeetod seda võimaldab – hõlmama üksikute PCDD/F- ja PCB-analoogide sisaldust ning olema esitatud alam- ja ülemtõkke ning vaheväärtuse põhimõttel.

Aruandesse tuleb märkida ka proovi l rasvasisaldus ja rasva ekstraheerimiseks kasutatud meetod.

Üksikute sisestandardite saagised esitatakse juhul, kui need jäävad punktis 6 nimetatud ulatusest välja või kui nad ületavad piirnõormi. Muudel juhtudel esitatakse need taotluse korral.

Kuna proovi nõuetelevastavuse hindamisel tuleb arvestada mõõtemääramatust, tuleb esitada ka see näitaja. Seega esitatakse analüüsitulemus järgmisel kujul: $x \pm U$, kus x on analüüsitulemus ja U on laiendmääramatus, mille arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, mis annab usaldusväärsuse tasemeks ligikaudu 95 %. Dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde eraldi määramise korral tuleb dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde summa jaoks kasutada dioksiinide ja dioksiinilaadsete PCBde eraldiseisvate analüüside tulemusena saadud hinnangulise laiendmääramatuse summat.

Kui mõõtemääramatust võetakse arvesse CCa kohaldamisega (nagu on kirjeldatud I lisa punktis 5), tuleb see näitaja esitada.

Tulemused tuleb esitada samades ühikutes ja (vähemalt) sama täpsusega nagu määruses (EÜ) nr 1881/2006 sätestatud piirnõormid.

II Lisa liide

Inimeste terviseriskide hindamisel kasutatavad Maailma Terviseorganisatsiooni TEF-väärtused, mis põhinevad Rootsist Stockholmis 15.–18. juunini 1997 toimunud Maailma Terviseorganisatsiooni istungi otsustel (Van den Berg et al., 1998, Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775)

Analoog	TEFi väärtus	Analoog	TEFi väärtus
Dibenso-p-dioksiinid (PCDDd)		Dioksiinilaadsed PCBd, m- ja p- ning mono-ortoasendatud PCBd	
2,3,7,8-TCDD	1	<i>non-orto PCBd</i>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	<i>Mono-orto PCBd</i>	
OCDD	0,0001	PCB 105	0,0001
Dibensofuraanid (PCDFd)		PCB 114	0,0005
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 123	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 156	0,0005
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Kasutatud lühendid: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = okta; CDD = klorodibensodioksiin; CDF = klorodibensofuraan; CB = klorobifenüül.