

## II

(Muud kui seadusandlikud aktid)

## MÄÄRUSED

**KOMISJONI MÄÄRUS (EL) nr 709/2014,**

**20. juuni 2014,**

**millega muudetakse määrust (EÜ) nr 152/2009 seoses dioksiinide ja polüklooritud bifenuülide sisalduse määramisega**

**(EMPs kohaldatav tekst)**

EUROOPA KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

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 loomatervishoidu ja loomade heaolu käsitlevate eeskirjade täitmise kontrollimise tagamiseks, <sup>(1)</sup> eriti selle artikli 11 lõiget 4,

ning arvestades järgmist:

- (1) komisjoni määrus (EÜ) nr 152/2009 <sup>(2)</sup> hõlmab meetodeid polüklorodibenso-*p*-dioksiinide (PCDDd), polüklorodibensofuraanide (PCDFid) ja dioksiinitaaliste polüklooritud bifenuülide (PCBde) sisalduse ametlikuks kontrolliks söödas.
- (2) Tuleks sätestada nõuded sõeluuringumeetodite kohta, mida kasutatakse PCDD/Fide või dioksiinitaaliste PCBde märkimisväärse sisaldusega proovide kindlakstegemiseks (millega peamiselt saab kindlaks teha häiretaset ületavad proovid ja mille puhul on tagatud piirnorme ületavate proovide kindlakstegemine) ning millel on suur jõudlus. Võttes arvesse suurimat piirnormi, peaks selliste sõeluuringumeetodite valenegatiivsete tulemuste osa jääma alla 5 %.
- (3) Kui sõeluuringumeetoditega saadud tulemused ületavad künnist, tuleks alget proovi analüüsida sellise meetodiga, mille abil on võimalik teha kindlaks proovis sisalduvad PCDD/Fid ja dioksiinitaalised PCBd ning määrata nende sisaldus. Siin ja edaspidi nimetatakse selliseid meetodeid „kinnitavateks meetoditeks”. Tehnika areng on näidanud, et lisaks gaasikromatograafiale koos kõrglahutus-massispektromeetriaga (GC-HRMS) tuleks piirnormile vastavuse kontrollimise kinnitava meetodina lubada kasutada gaasikromatograafiat koos tandem-massispektromeetriaga (GC-MS/MS).
- (4) Praegu kehtivate eeskirjade kohaldamisel saadud kogemuste alusel on asjakohane muuta kehtivaid sätteid seoses kordusanalüüsides vajalikkusega, nõuetele vastavuse hindamisega kordusanalüüsides korral ning nõuetege seoses vastuvõetava erinevusega kahe analüüsi ülemise ja alumise tulemuse vahel.
- (5) Määrust (EÜ) nr 152/2009 tuleks seepärast vastavalt muuta.
- (6) Käesoleva määrusega ettenähtud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega,

<sup>(1)</sup> ELT L 165, 30.4.2004, lk 1.

<sup>(2)</sup> Komisjoni määrus (EÜ) nr 152/2009, 27. jaanuar 2009, milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid sööda ametlikuks kontrolliks (ELT L 54, 26.2.2009, lk 1).

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

*Artikkel 1*

Määruse (EÜ) nr 152/2009 V lisa B osa muudetakse käesoleva määruse lisa kohaselt.

*Artikkel 2*

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

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 20. juuni 2014

*Komisjoni nimel*  
*president*  
José Manuel BARROSO

---

## LISA

Määruse (EÜ) nr 152/2009 V lisa B osa „DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) JA PCBde SISALDUSE MÄÄRAMINE” asendatakse järgmisega:

„B. DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) JA PCBde SISALDUSE MÄÄRAMINE

## I PEATÜKK

**Proovivõtumeetodid ja analüüsitulemuste tõlgendamine****1. Eesmärk ja reguleerimisala**

Proovid polüklorodibenso-*p*-dioksiinide (PCDDd), polüklorodibensofuraanide (PCDFid), dioksiinitaaliste polüklooritud bifenüülide (PCBd) <sup>(1)</sup>\* ja mittedioksiinitaaliste PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks söödas võetakse I lisa kohaselt. Kohaldatakse I lisa punktis 5.1 sätestatud, söödas ühtlaselt jaotunud ainete või toodete kontrollimisega seotud kvantitatiivseid nõudeid. Selliselt võetud koondproove käsitatakse selle partii või osapartii esinduslike proovidena, millest need on võetud. Direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormidele vastavust kontrollitakse laboriproovides määratud sisalduste alusel.

Käesolevas B osas kohaldatakse komisjoni otsuse 2002/657/EÜ <sup>(2)</sup>\* I lisa esitatud mõisteid.

Lisaks osutatud mõistetele kasutatakse käesolevas B osas järgmisi mõisteid.

„Sõeluuringumeetodid” on meetodid selliste proovide väljaselgitamiseks, mille PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde sisaldus ületab piirnormi või häiretaseme. Need meetodid on kulutõhusad ja suure jõudlusega ning see suurendab võimalusi avastada uusi juhtumeid, mis kujutavad tarbijate jaoks suurt kokkupuute- ja terviseriski. Sõeluuringumeetodid peavad põhinema bioanalüütilistel või GC-MS meetoditel. Künnist ületavate proovide tulemused tuleb kontrollida täieliku kordusanalüüsiga esialgselt proovist, kasutades kinnitavat meetodit.

„Kinnitavad meetodid” on meetodid, mis annavad täielikku või täiendavat teavet PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde üheseks tuvastamiseks ja sisalduse kindlakstegemiseks piirnormile või vajaduse korral häiretasemele vastava sisalduse juures. Nende meetodite puhul kasutatakse gaasikromatograafiat koos kõrglahutus-massispektrometriaga (GC-HRMS) või gaasikromatograafiat koos tandem-massispektrometriaga (GC-MS/MS).

**2. Partii või osapartii vastavus piirnormile****2.1. Mittedioksiinitaaliste PCBde puhul**

Partii vastab piirnormile, kui analüüsitulemus ei ületa direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud mittedioksiinitaaliste PCBde sisalduse piirnormi, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Partii ei vasta piirnormile, kui kordusanalüüsiga <sup>(3)</sup>\* kinnitatud analüüsitulemuse ülemine tõke <sup>(4)</sup>\* ületab direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormi, võttes arvesse mõõtemääramatust. Nõuetele vastavuse hindamisel kasutatakse kahe analüüsi keskmist, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Mõõtemääramatust võetakse arvesse ühel järgmisel viisil:

- arvutatakse laiendatud mõõtemääramatus, kasutades kattefaktorit 2, mis tagab ligikaudu 95 % suuruse usaldusväärsuse. Partii või osapartii ei vasta nõuetele, kui mõõdetud väärtus, millest lahutatakse U, ületab piirnormi;
- vastavalt otsuse 2002/657/EÜ I lisa punktile 3.1.2.5 määratakse kindlaks otsustuspiir (CCa, *decision limit* [osutatud otsuse tõlkes „määramispiir“]). Partii või osapartii ei vasta nõuetele, kui mõõdetud väärtus võrdub CCa-ga või on sellest suurem.

Ametlikuks kontrolliks ette nähtud proovide analüüsitulemuste suhtes kohaldatakse lõikeid 1, 2 ja 3. Kaitse või võrdluse eesmärgil tehtud analüüside puhul kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.

## 2.2. PCDD/Fide ja dioksiinitaoliste PCBde puhul

Partii vastab piirnormidele, kui ühe analüüsi tulemus,

- mis on saadud sõeluuringumeetodiga, mille valenegatiivsete tulemuste määr on alla 5 %, näitab, et sisaldus ei ületa asjaomast direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud PCDDde/PCDFide piirnormi ega PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa piirnormi;
- mis on saadud kinnitava meetodiga, näitab, et sisaldus ei ületa asjaomast direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud PCDDde/PCDFide piirnormi ega PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa piirnormi, kui võetakse arvesse mõõtemääramatust.

Sõeluuringu puhul määratakse kindlaks künnis, mille alusel otsustatakse, kas proov vastab PCDDde/PCDFide jaoks kindlaks määratud piirnormile või PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa jaoks kindlaks määratud piirnormile.

Partii ei vasta piirnormile, kui kinnitava meetodiga saadud analüüsitulemuse ülemine tõke, <sup>(5)</sup>\* mida kinnitab kordusanalüüs, on mõõtemääramatust arvesse võttes kõrgem kui direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnorm <sup>(6)</sup>\*. Nõuetele vastavuse hindamisel kasutatakse kahe analüüsi keskmist, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Mõõtemääramatust võetakse arvesse ühel järgmisel viisil:

- arvutatakse laiendatud mõõtemääramatus, kasutades kattefaktorit 2, mis tagab ligikaudu 95 % suuruse usaldusväärsuse. Partii või osapartii ei vasta nõuetele, kui mõõdetud väärtus, millest lahutatakse U, ületab piirnormi. Kui PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisaldus määratakse eraldi, tuleb PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa hinnangulise laiendatud mõõtemääramatusena kasutada PCDDde/PCDFide analüüsitulemuse ja dioksiinitaoliste PCBde analüüsitulemuse laiendatud mõõtemääramatuste summat;
- vastavalt otsuse 2002/657/EÜ I lisa punktile 3.1.2.5 määratakse kindlaks otsustuspiir (CCa). Partii või osapartii ei vasta nõuetele, kui mõõdetud väärtus võrdub CCa-ga või on sellest suurem.

Ametlikuks kontrolliks ette nähtud proovide analüüsitulemuste suhtes kohaldatakse lõikeid 1–4. Kaitse või võrdluse eesmärgil tehtud analüüside suhtes kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.

## 3. Direktiivi 2002/32/EÜ II lisas sätestatud häiretasemeid ületavad tulemused

Häiretasemeid kasutatakse proovide valimiseks juhul, kui on vaja kindlaks teha saasteallikas ning võtta meetmeid saaste vähendamiseks või kõrvaldamiseks. Sõeluuringumeetoditega tehakse kindlaks selliste proovide valimiseks sobivad künnised. Juhul, kui saasteallika kindlakstegemiseks ning saaste vähendamiseks või kõrvaldamiseks on vaja teha märkimisväärsed pingutusi, võib olla asjakohane teha häiretaseme ületamise kontrollimiseks kinnitava meetodiga kordusanalüüs, võttes arvesse mõõtemääramatust <sup>(7)</sup>\*.

### II PEATÜKK

#### **Proovi ettevalmistamine ja nõuded analüüsimeetoditele, mida kasutatakse dioksiinide (PCDD/PCDFide) ja dioksiinitaoliste pcbde sisalduse ametlikuks kontrolliks söödas**

##### 1. Kohaldamisala

Käesolevas peatükis sätestatud nõudeid kohaldatakse sööda analüüsimisel 2,3,7,8-asendatud polüklorodibenso-p-dioksiinide ja polüklorodibensofuraanide (PCDD/Fid) ning dioksiinitaoliste polüklooritud bifenüülide (dioksiinitaolised PCBd) sisalduse ametlikuks kontrolliks ja muudel regulatiivsetel eesmärkidel.

PCDD/Fide ja dioksiinitaoliste PCBde esinemist söödas võib kontrollida kahe eri liiki analüüsimeetodiga:

##### a) Sõeluuringumeetodid

Sõeluuringumeetodiga selgitatakse välja sellised proovid, mille PCDD/Fide ja dioksiinitaoliste PCBde sisaldus ületab piirnormi või häiretaseme. Sõeluuringumeetodid peaksid võimaldama kulutõhusalt töödelda suurt proovide hulka ning see suurendab võimalusi avastada uusi juhtumeid, mis kujutavad tarbijate jaoks suurt kokkupuute- ja terviseriski. Nende kasutamisel tuleks sihiks seada valenegatiivsete tulemuste vältimine. Need võivad hõlmata bioanalüütilisi ja GC-MS-meetodeid.

Sõeluuringumeetoditega võrreldakse analüüsitulemusi künnisega ning saadakse jaatav või eitav vastus piirnormi või häiretaseme võimaliku ületamise kohta. Piirnormile mittevastavuse kahtlusega proovides tuleb PCDD/Fide ning PCDD/Fide sisaldus ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse summa määrata/kinnitada kinnitava meetodi abil.

Lisaks sellele võib sõeluuringumeetoditega saada proovis leiduvate PCDD/Fide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse hinnangu. Bioanalüütiliste sõeluuringumeetodite puhul väljendatakse tulemus bioanalüütilistes ekvivalentides (BEQdes), füüsikalis-keemiliste GC-MS-meetodite puhul toksilisusekvivalentides (TEQ). Sõeluuringumeetoditega saadud numbriliste tulemustega saab näidata nõuetekohasust või nõuetele mittevastavuse kahtlust või häiretaseme ületamist ning anda hinnanguline näitajate vahemik kinnitavate meetoditega kontrollimisel. Need meetodid ei sobi tausttaseme ja söödaga saadavate annuste hindamiseks, sisalduse ajalise muutumise uurimiseks ning häiretaseme ja piirnormi ümberhindamiseks.

#### b) Kinnitavad meetodid

Kinnitavate meetoditega on võimalik üheselt määrata PCDD/Fisid ja dioksiinitaolisi PCBsid ning leida nende sisaldust proovis ning saada täielik teave analoogide kohta. Seega saab selliste meetoditega kontrollida piirnorme ja häiretasemeid, sealhulgas kinnitada sõeluuringumeetoditega saadud tulemusi. Lisaks võib tulemusi kasutada muudel eesmärkidel, nagu väikese taustsisalduse määramine sööda seires, ajaliste suundumuste jälgimine, kokkupuute hindamine ning andmebaasi loomine võimalikuks häiretasemete ja piirnormide ümberhindamiseks. Need meetodid on olulised ka analoogide kombinatsioonide kindlakstegemiseks, et tuvastada võimalik saasteallikas. Nende meetodite puhul kasutatakse GC-HRMSi. Piirnormile vastavuse või mittevastavuse kinnitamiseks võib kasutada ka GC-MS/MSi.

## 2. Taust

Toksilisusekvivalentides (TEQdes) väljendatud sisalduste arvutamiseks korrutatakse individuaalsete ainete sisaldused asjaomases proovis vastava toksilisuse ekvivalentfaktoriga (TEF) (vt peatüki I allmärkus (1)\*) ja liidetakse seejärel kokku, et saada TEQdes väljendatud dioksiinitaoliste ühendite üldsisaldus.

Käesolevas B osas tähendab üksikanaloogi sisalduse aktsepteeritav määramispiir väikseimat analüüdisisaldust, mida saab mõistliku statistilise usaldusväärsusega määrata ning mis vastab määramiskriteeriumidele, mis on sätestatud rahvusvaheliselt tunnustatud standardites, nagu standard EN 16215:2012 „Animal feed — Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC-HRMS and of indicator PCBs by GC-HRMS” (Loomasööt — dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse määramine gaasikromatograafia/kõrglahutus-massispektromeetria (GC-HRMS) abil ning indikaator-PCBde sisalduse määramine GC-HRMSi abil) ja/või EPA meetodid 1613 ja 1668 (läbivaadatud).

Üksikanaloogi sisalduse määramispiiri võib määratleda järgmiselt:

- a) selline prooviekstraktis leiduva analüüdi sisaldus, mis annab kahe mõõdetava iooni jaoks mõõtmistulemuse, mille puhul nõrgema töötlemata andmesignaali signaali ja müra suhe on 3: 1 või
- b) väikseima sisalduse punkt kaliibrimiskõveral, mille puhul saadakse vastuvõetav ( $\leq 30\%$ ) ja kooskõlaline (mõõdetud vähemalt proovide analüüsiseeria alguses ja lõpus) kõrvalekalle keskmisest suhtelisest tulemustegurist, mis on arvatud iga proovisarja kõikide kaliibrimiskõvera punktide järgi, kui tehnilistel põhjustel signaali ja müra suhte arvutus ei anna usaldusväärset tulemust. Määramispiiri LOQ arvutatakse väikseima sisalduse järgi, võttes arvesse sisestandardite saagist ja suhtelist proovikogust.

Bioanalüütilised sõeluuringumeetodid ei anna tulemusi analoogi tasemel, vaid näitavad (\*) üksnes TEQ väärtust, väljendatuna bioanalüütilistes ekvivalentides (BEQdes), millega võetakse arvesse asjaolu, et kõik prooviekstraktis leiduvad ühendid, mis analüüsis vastuse annavad, ei tarvitse vastata kõikidele TEQ-põhimõtte nõuetele.

Sõeluuringu- ja kinnitavaid meetodeid saab teatavas materjalis sisalduse kontrollimiseks kasutada vaid juhul, kui kõnealused meetodid on piisavalt tundlikud, et häiretasemele või piirnormile vastavat sisaldust usaldusväärselt kindlaks teha.

## 3. Kvaliteedi tagamise nõuded

- 3.1. Igas proovivõtu- ja analüüsi etapis tuleb võtta meetmed ristsaastumise vältimiseks.
- 3.2. Proove tuleb säilitada ja transportida säilitamiseks sobivates klaas-, alumiinium-, polüpropüleen- või polüetüleen-nõudes, mis ei mõjuta proovide PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisaldust. Paberitolmu jäägid tuleb proovinõust eemaldada.

- 3.3. Proove tuleb säilitada ja transportida nii, et söödaproovi koostises ei toimuks muutusi.
- 3.4. Vajaduse korral iga laboriproov jahvatatakse (peenjahvatus) ja segatakse põhjalikult meetodil, mis tagab täielikult homogeense proovi (näiteks jahvatatakse proov nii peeneks, et see läheks läbi 1 mm suuruste avadega sõela). Kui proovi niiskusesisaldus on liiga suur, tuleb seda enne jahvatamist kuivatada.
- 3.5. Tähtis on kontrollida, et reaktiivid, klaasnõud ja seadmed ei mõjutaks TEQdes või BEQdes väljendatud tulemusi.
- 3.6. Tuleb teha tühikatse, mille puhul tehakse kõik analüüsijärgud ilma proovita.
- 3.7. Bioanalüütiliste meetodite puhul tuleb kontrollida, et ükski analüüsis kasutatav klaasnõu või lahusti ei sisaldaks ühendeid, mis segavad uuritavate ühendite avastamist töövahemikus. Klaasnõu tuleb loputada lahustiga või kuumutada temperatuuril, mis sobib PCDDde/PCDFide, dioksiinitaaliste ühendite ja segavate ühendite jääkide eemaldamiseks selle pinnalt.
- 3.8. Ekstraheeritava proovi suurus peab olema piisav, et see vastaks nõuetele, mida kohaldatakse piisavalt madala tööpiirkonna korral, sh piirnormile ja häiretasemele vastava sisalduse puhul.
- 3.9. Uuritavatest toodetest võetud proovide ettevalmistamiseks kasutatavate konkreetsete meetodite puhul tuleb järgida rahvusvaheliselt tunnustatud juhiseid.

#### 4. Nõuded laboritele

- 4.1. Vastavalt määrusele (EÜ) nr 882/2004 peavad laborid olema ISO juhendi 58 kohaselt tegutseva tunnustatud asutuse poolt akrediteeritud, millega tagatakse, et laborid kohaldatakse analüüsimisel kvaliteeditagamissüsteemi. Laborid tuleb akrediteerida standardi EN ISO/IEC 17025 kohaselt.
- 4.2. Labori pädevust tuleb tõendada pideva eduka osalemisega laboritevahelistes uuringutes, mida korraldatakse PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde sisalduse määramiseks asjakohastes söödämaterjalides ja sisaldusvahemikes.
- 4.3. Laborid, kes kasutavad proovide tavakontrolliks sõeluuringumeetodeid, peavad tegema nii kvaliteedi kontrollimisel kui ka saastekahtlusega proovide analüüsitulemuste kinnitamisel tihedat koostööd kinnitavat meetodit kasutavate laboritega.

#### 5. Dioksiinide (PCDD/PCDFid) ja dioksiinitaaliste PCBde analüüsi puhul esitatavad põhinõuded

##### 5.1. Väikese sisaldusega töövahemik ja määramispiirid

PCDD/PCDFide tuvastatavad kogused peavad mõne nimetatud ühendi äärmiselt suure toksilisuse tõttu olema femtogrammi ( $10^{-15}$  g) ülemises vahemikus. Enamiku PCBde analoogide puhul piisab nanogrammi täpsusega ( $10^{-9}$  g) määramispiirist. Toksilisemate dioksiinitaaliste PCBde analoogide (eriti orto-asendamata analoogide) sisalduse määramiseks peab töövahemiku alumine osa ulatuma pikogrammi ( $10^{-12}$  g) alumiste väärtusteni. Kõigi muude PCBde analoogide puhul piisab nanogrammi ( $10^{-9}$  g) täpsusega määramispiirist.

##### 5.2. Suur selektiivsus (spetsiifilisus)

- 5.2.1. PCDD/PCDFid ja dioksiinitaalisi PCBsid peab olema võimalik eristada paljudest muudest kaasa ekstraheeruvatest ja segada võivatest ühenditest, mille sisaldus võib vaatlusaluste analüütide sisaldusega võrreldes olla mitu suurusjärku suurem. GC-MS-meetodite puhul peab olema võimalik eristada eri analooge, näiteks toksilisi analooge (nt seitseteist 2,3,7,8-asendatud PCDD/PCDFi ning kaksteist dioksiinitaalset PCBd), muudest analoogidest.
- 5.2.2. Bioanalüütiliste meetoditega peab olema võimalik tuvastada uuritavaid ühendeid PCDD/PCDFide ja/või dioksiinitaaliste PCBde summana. Proove tuleb puhastada, et kõrvaldada ühendid, mis põhjustavad valepositiivseid tulemusi, ja ühendid, mis võivad tulemust vähendada, põhjustades valenegatiivseid tulemusi.

### 5.3. Suur mõõtetäpsus (tõesus ja kordustäpsus, bioanalüüsi näiline saagis)

5.3.1. GC-MS-meetodite puhul peab määramine andma pädeva hinnangu aine tegeliku sisalduse kohta proovis. Suur mõõtetäpsus on vajalik, et vältida analüüsitulemuse tagasilükkamist kindlaksmääratud TEQ väärtuse vähese usaldusväärsuse tõttu. Mõõtetäpsust väljendatakse tõesuse (sertifitseeritud aine analüüsimisel mõõdetud analüüdi sisalduse keskmise väärtuse ja selle sertifitseeritud väärtuse erinevus protsentides) ja kordustäpsusena ( $RSD_R$  on suhteline standardhälve, mis arvutatakse korratavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal).

5.3.2. Bioanalüütiliste meetoditega määratakse bioanalüüsi näiline saagis. „Bioanalüüsi näiline saagis” tähendab BEQ väärtust, mis arvutatakse 2,3,7,8-tetraklorodibenso-*p*-dioksiini (TCDD) või PCB 126 kaliibrimiskõvera alusel, mida korrigeeritakse tühiprooviga ja mis jagatakse seejärel TEQ väärtusega, mis on määratud kinnitava meetodi abil. Sellega püütakse korrigeerida selliseid tegureid nagu PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste ühendite kadu ekstraheerimisel ja puhastamisel, kaasa ekstraheeruvad ühendid, mis suurendavad või vähendavad tulemust (agonistlik ja antagonistlik mõju), kaliibrimiskõvera võimalik vigasus ning toksilisusefaktori (TEF) ja suhtelise potentsuse (REP) väärtuse erinevus. Bioanalüüsi näiline saagis arvutatakse sobivate etalonproovide alusel, milles esinduslike analoogide sisaldus ligikaudu vastab ainete sisalduse vahekorrale proovis ning on huvipakkuva sisalduse vahemikus.

### 5.4. Valideerimine piirnormi vahemikus ja üldised kvaliteedikontrolli meetmed

5.4.1. Labor tõendab valideerimismenetluse ja/või tavaanalüüsiga meetodi tulemuslikkust piirnormi vahemikus, nt 0,5-, 1- ja 2-kordsel piirnormi sisaldusel, kusjuures kordusanalüüsi variatsioonikordaja peab olema vastuvõetava suurusega.

5.4.2. Sisemiste kvaliteedikontrolli meetmetena tuleb teha regulaarseid tühi- ja rikastamiskatseid või analüüsida kontrollproove (võimaluse korral tuleb eelistada sertifitseeritud etalonaineid). Tühi- ja rikastamiskatsete ning kontrollproovide analüüsi kohta tuleb koostada kvaliteedikontrolli kaardid, mille alusel kontrollitakse, kas analüüsivate tulemuslikkus vastab nõuetele.

### 5.5. Määramispiir

5.5.1. Bioanalüütilise sõeluuringumeetodi puhul ei ole määramispiiri tingimata vaja kindlaks määrata, kuid tuleb tõendada, et meetodiga on võimalik eristada tühikatsel saavutatud väärtust ja künnist. BEQ väärtuse esitamise korral määratakse kindlaks teatamiskünnis, et tegeleda proovidega, mis annavad sellest künnisest madalamal tasemel tulemuse. Tuleb tõendada, et teatamiskünnis erineb menetluse tühiproovide väärtusest vähemalt kolm korda ja tulemus jääb töövahemikust allapoole. Seepärast arvutatakse see proovide alusel, mis sisaldavad sihtühendeid ligikaudu nõutud miinimumtasandil, mitte signaali-müra suhte või tühikatse põhjal.

5.5.2. Kinnitava meetodi puhul peab määramispiir (LOQ) olema ligikaudu üks viiendik piirnormist.

### 5.6. Analüüsikriteeriumid

Kinnitava või sõeluuringumeetodi abil usaldusväärsete tulemuste saamiseks peab TEQ ja BEQ väärtus, vastavalt piirnormi või häiretaseme vahemikus, vastama järgmistele kriteeriumidele, olenemata sellest, kas see määratakse kindlaks TEQ koguväärtusena (PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summana) või PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde kohta eraldi:

	Sõeluuring bioanalüütiliste või füüsikalis-keemiliste meetoditega	Kinnitavad meetodid
Valenegatiivsete tulemuste määr <sup>(1)</sup>	< 5 %	
Tõesus		- 20 % kuni + 20 %
Korratavus ( $RSD_r$ )	< 20 %	
Laborisisene korratavus ( $RSD_R$ )	< 25 %	< 15 %

<sup>(1)</sup> Piirnormide puhul.

## 5.7. Sõeluuringumeetodile esitatavad erinõuded

5.7.1. Sõeluuringuks võib kasutada nii GC-MSi meetodit kui ka bioanalüütilisi meetodeid. GC-MS-meetodite suhtes kohaldatakse punktis 6 sätestatud nõudeid. Rakupõhiste bioanalüütilistele meetoditele esitatavad erinõuded on sätestatud punktis 7.

5.7.2. Laborid, kes kasutavad proovide tavakontrolliks sõeluuringumeetodeid, peavad tegema tihedat koostööd kinnitavat meetodit kasutavate laboritega.

5.7.3. Tavaanalüüside käigus tuleb kontrollida sõeluuringumeetodi tulemuslikkust analüüsi kvaliteedi kontrollimise ja meetodi pideva valideerimise teel. Nõuetele vastavate tulemuste kontrollimiseks peab olema kehtestatud pidev kava.

### 5.7.4. Raku reaktsiooni võimaliku pärssumise ja tsütotoksilisuse kontroll

20 % prooviekstraktidest tuleb kontrollida tavapärase sõeluuringuga, lisades neile või jättes lisamata piirnormile või häiretasemele vastavas koguses 2,3,7,8-TCDDd, et kontrollida, kas prooviekstraktis esinevad segavad ained võivad reaktsiooni pärssida. Rikastatud proovis mõõdetud sisaldust võrreldakse rikastamata ekstrakti sisalduse ja rikastava aine sisalduse summaga. Kui mõõdetud sisaldus on arvatud (summaarsest) sisaldusest rohkem kui 25 % väiksem, viitab see signaali võimalikule pärssumisele ning asjaomast proovi tuleb analüüsida GC-HRMSi meetodil tehtava kinnitava analüüsiga. Tulemusi kontrollitakse kvaliteedikontrolli kaartide alusel.

### 5.7.5. Nõuetele vastavate proovide kvaliteedikontroll

Ligikaudu 2–10 % nõuetele vastavate proovide tulemustest tuleb olenevalt proovi materjalist ja labori kogemustest kinnitada GC-HRMS-meetodiga.

### 5.7.6. Valenegatiivsete tulemuste osa arvutamine kvaliteedikontrolli andmete põhjal

Määratakse, kui suur on valenegatiivsete tulemuste osa, mis on saadud alla- ja ülespoole piirnormi või häiretaset jäävate proovide sõeluuringul. Valenegatiivsete vastuste tegelik osa peab jääma alla 5 %. Kui proovimaterjali/-materjalide rühma kohta on olemas vähemalt 20 nõuetele vastava proovi kvaliteedikontrolliga kinnitatud tulemused, arvutatakse nende andmete põhjal valenegatiivsete tulemuste osa. Valenegatiivsete tulemuste osa hindamiseks vajaliku 20 tulemuse hulka võib arvata ka laboritevahelistes võrdluskatsetes või seoses saastamisjuhtumiga analüüsitud proovide tulemused, milles määratava aine sisaldus ületab piirnormi näiteks kaks korda. Proovid peavad hõlmama levinumaid analoogide kombinatsioone, mis pärinevad eri allikatest.

Kuigi sõeluuringu eelistatav eesmärk on teha kindlaks häiretaset ületavad proovid, lähtutakse valenegatiivsete tulemuste osa kindlaksmääramisel piirnormist, võttes arvesse kinnitava meetodi mõõtemääramatust.

5.7.7. Sõeluuringuga leitud nõuetele mittevastavuse kahtlusega proove tuleb alati kontrollida esialgse proovi täieliku kordusanalüüsiga, kasutades kinnitavat meetodit. Neid proove võib kasutada ka valepositiivsete tulemuste osa hindamiseks. Sõeluuringumeetodite puhul on valepositiivsete tulemuste osa selliste tulemuste osa, mis tunnustatakse kinnitava analüüsiga nõuetele vastavaks, kuigi varasemal sõeluuringul on proov osutunud nõuetele mittevastavuse kahtlusega prooviks. Sõeluuringumeetodi eeliste hindamisel tuleb valepositiivse tulemuse andnud proovide arvu võrrelda kontrollitud proovide koguarvuga. Saadud osa peab olema piisavalt väike, et sõeluuringumeetodit oleks mõtet kasutada.

5.7.8. Bioanalüütilised meetodid peavad vähemalt valideerimistingimustes näitama usaldusväärselt, milline on BEQdes arvutatud ja väljendatud TEQ väärtus.

Ka korratavuse tingimustes rakendatud bioanalüütiliste meetodite puhul peaks laborisisene RSD<sub>r</sub> olema tavaliselt väiksem kui korratavuse RSD<sub>R</sub>.

## 6. GC-MS-meetoditele esitatavad erinõuded, mida tuleb täita sõeluuringu või kinnitava analüüsi puhul

### 6.1. WHO-TEQ tulemuste ülemise tõkke ja alumise tõkke vaheline vastuvõetav erinevus

Ülemise ja alumise tõkke vaheline erinevus ei tohi piirnormi ja vajaduse korral häiretaseme ületamise kinnitamisel olla suurem kui 20 %.



## 6.2. Saagiste kontroll

- 6.2.1. Analüüsimetodi valideerimiseks tuleb analüüsi alguses, näiteks enne ekstraheerimist, lisada <sup>13</sup>C-märgistatud 2,3,7,8-klooritud PCDD/PCDFide sisestandardeid ja <sup>13</sup>C-märgistatud dioksiinitaoliste PCBde sisestandardeid. Iga tetra- kuni oktaklooritud PCDD/PCDFide homoloogilise rühma ning iga dioksiinitaolise PCBde homoloogilise rühma kohta tuleb lisada vähemalt üks analoog (alternatiivina võib lisada vähemalt ühe analoogi iga massispektromeetriliselt selekteeritud iooni registreerimisfunktsiooni kohta, mida kasutatakse PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse kontrolliks). Kinnitavate meetodite puhul tuleb kasutada kõiki seitsmeteist <sup>13</sup>C-märgistatud 2,3,7,8-asendatud PCDD/PCDFide sisestandardit ja kõiki kahteist <sup>13</sup>C-märgistatud dioksiinitaoliste PCBde sisestandardit.
- 6.2.2. Asjakohaseid kaliibrimislahuseid kasutades tuleb määrata suhtelised kaliibrimistegurid ka neile analoogidele, mille puhul ei lisata <sup>13</sup>C-märgistatud analoogi.
- 6.2.3. Taimse ja loomse sööda puhul, mille rasvasisaldus on alla 10 %, tuleb sisestandardid lisada enne ekstraheerimist. Kui loomse sööda rasvasisaldus on üle 10 %, lisatakse sisestandardid kas enne 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.
- 6.2.4. Enne GC-MSi analüüsi tuleb lisada 1 või 2 saagise (surrogaat)standardit.
- 6.2.5. Saagist tuleb kontrollida. Kinnitava meetodi puhul peab individuaalse sisestandardi saagis olema vahemikus 60–120 %. Individuaalsete analoogide, eriti mõne hepta- või oktaklooritud dibenso-*p*-dioksiini ja dibensofuraani puhul on lubatud väiksemad või suuremad saagised, kui nende panus TEQ väärtusesse ei ületa 10 % TEQ koguväärtusest (PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa alusel). GC-MS-sõeluuringumetodite puhul peab saagis olema vahemikus 30–140 %.

## 6.3. Segavate ainete eraldamine

- PCDD/PCDFid eraldatakse segavatest klooritud ühenditest, näiteks mittedioksiinitaolistest PCBdest ja klooritud difenüüleetritest, sobiva kromatograafilise meetodiga (eelistada tuleks florisil-, alumiiniumoksiid- ja/või süsinikkolonne).
- Isomeeride gaasikromatograafiline lahutus peab olema selline, et 1,2,3,4,7,8-HxCDFi ja 1,2,3,6,7,8-HxCDFi piikide kattuvus on alla 25 %.

## 6.4. Kaliibrimine standardkõveraga

Kaliibrimiskõvera vahemik peab hõlmama asjakohast piirnormi või häiretaseme sisaldusvahemikku.

## 6.5. Kinnitavate meetodite erikriteeriumid

- GC-HRMSi puhul:

HRMSi puhul peab lahutusvõime tüüpiliselt olema vähemalt 10 000 kogu massivahemiku jaoks 10 % oru korral.

Selliste täiendavate kindlakstegemise ja määramise kriteeriumide täitmine, nagu kirjeldatud rahvusvaheliselt tunnustatud standardites, nt EN 16215:2012 (Animal feed — Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC-HRMS and of indicator PCBs by GC-HRMS (Loomasööt — dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde määramine GC-HRMSiga ning indikaator-PCBde määramine GC-HRMSiga)) ja/või läbivaadatud EPA meetodid 1613 ja 1668.

- GC-MS/MSi puhul:

tuleb jälgida vähemalt 2 spetsiifilist eellasiooni, millest kummalgi on vastav spetsiifiline ülemineku-järglasioon kõikide märgistatud ja märgistamata analüütide jaoks analüüsitavas vahemikus;

valitud ülemineku-järglasioonide suhteliste signaalitugevuste suurim lubatud hälve võib olla ± 15 % võrreldes arvutatud või mõõdetud väärtustega (kaliibrimisstandardite keskmine), identsetes MS/MSi tingimustes, eelkõige põrkeenergia ja põrkegaasi rõhu osas, iga analüüdi ülemineku puhul;

iga kvadrupooli lahutusvõime peab olema võrdne ühikmassilahutusvõimega või sellest parem (ühikmassilahutusvõime: lahutusvõime, mis on piisav kahe ühe massiühiku kaugusel asuva piigi eristamiseks), et minimeerida uuritavate analüütide võimalikke häireid.

Selliste täiendavate kriteeriumide täitmine, nagu kirjeldatud rahvusvaheliselt tunnustatud standardites, nt EN 16215:2012 (Animal feed — Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC-HRMS and of indicator PCBs by GC-HRMS (Loomasööt — dioksiinide ja dioksiinilaoliste PCBde määramine GC-HRMSiga ning indikaator-PCBde määramine GC-HRMSiga)) ja/või läbivaadatud EPA meetodid 1613 ja 1668, välja arvatud kohustus kasutada GC-HRMSi.

## 7. Bioanalüütiliste meetodite esitatavad erinõuded

Bioanalüütilised meetodid on bioloogiliste põhimõtetele tuginevad meetodid, nagu rakupõhine, retseptor- ja immuunanalüüs. Käesolevas punktis 7 sätestatakse bioanalüütiliste meetodite üldnõuded.

Sõeluuringumeetodiga liigitatakse proov põhimõtteliselt nõuetele vastavaks või nõuetele mittevastavuse kahtlusega prooviks. Selleks võrreldakse arvatud BEQ väärtust künnisega (vt punkt 7.3). Künnisest allapoole jäävad proovid tunnistatakse nõuetele vastavaks, künnisega võrdsed või seda ületavad proovid loetakse mittevastavuse kahtlusega proovideks ning neid tuleb analüüsida kinnitava meetodiga. Praktikas võib kõige sobivamaks künniseks olla BEQ väärtus, mis vastab 2/3 piirnormist, eeldusel, et on tagatud valenegatiivsete tulemuste osa jäämine alla 5 % ja vastuvõetav valepositiivsete tulemuste osa. Kui PCDD/Fide piirnorm ning PCDD/Fide ja dioksiinilaoliste PCBde summa piirnorm on erinevad, on proovide nõuetele vastavuse kontrollimiseks ilma fraktsioneerimise või PCDD/Fide jaoks asjakohaseid bioanalüüsi künniseid. Häiretaset ületavate proovide kontrollimisel on sobivaks künniseks asjakohane protsent vastavatest häiretasemetest.

Lisaks võidakse teatud bioanalüütiliste meetodite puhul määrata töövahemikku jäävatele ja teatamiskünnise ületavatele proovidele BEQdes väljendatud soovituslik sisaldus (vt punktid 7.1.1 ja 7.1.6).

### 7.1. Analüüsitulemuse hindamine

#### 7.1.1. Üldnõuded

- Kui sisaldusi arvutatakse TCDD kaliibrimiskõvera alusel, iseloomustab kõvera alumise ja ülemise osa väärtusi suur varieeruvus (variatsioonikordaja CV suur väärtus). Töövahemik on ala, kus CV on väiksem kui 15 %. Töövahemiku alumine piir (teatamiskünnis) peab olema oluliselt (vähemalt kolm korda) suurem tühikats tulemusest. Töövahemiku ülemine piir esitatakse tavaliselt EC<sub>70</sub> väärtusena (70 % suurimast toimet avaldavast sisaldusest), kuid see on väiksem, kui CV on selles vahemikus suurem kui 15 %. Töövahemik määratakse valideerimise käigus. Ka künnised (punkt 7.3) peavad kindlalt jääma töövahemikku.
- Standardlahuseid ja prooviekstrakte analüüsitakse vähemalt kaks korda. Kordusanalüüsi korral annab analüüsitav standardlahus või kontrollekstrakt, mida analüüsitakse 4–6 üle plaadi jaotatud pesas, tulemuse või sisalduse (võimalik ainult töövahemikus), mis põhineb CV-l, mis on väiksem kui 15 %.

#### 7.1.2. Kaliibrimine

##### 7.1.2.1. Kaliibrimine standardkõveraga

- Proovide dioksiinisaldust tuleb hinnata võrreldes analüüsitulemust TCDD (või PCB 126 või PCDD/PCDFi/dioksiinilaolise PCB standardsegu) kaliibrimiskõveraga, millest arvutatakse ekstrakti ja seejärel proovi BEQ väärtus.
- Kaliibrimiskõver peab hõlmama 8–12 sisaldust (vähemalt kahe paralleelmõõtmisega), nii et kõvera alumises osas (töövahemikus) oleks piisavalt sisaldusi. Erilist tähelepanu tuleb pöörata regressioonikõvera kvaliteedile töövahemikus. Mittelineaarse regressiooni korral ei ole R<sup>2</sup> väärtusest regressiooni kvaliteedi hindamisel eriti või üldse abi. Paremm regressioonikõver kõvera töövahemikus saavutatakse arvutatud ja mõõdetud sisalduste vahede minimeerimisega (nt ruuthälvete summa minimeerimisega).
- Seejärel tuleb korrigeerida proovi ekstrakti hinnangulist dioksiinisaldust uuritava materjali/lahusti tühikats alusel arvatud BEQ väärtuse põhjal (et võtta arvesse kasutatud lahustites ja kemikaalides esinevaid lisandeid) ning näilise saagise põhjal (arvutatakse sellise sobiva etalonproovi BEQ väärtuse alusel, mille esinduslik analoogikombinatsioon vastab umbkaudu piirnormile või häiretasemele). Saagise korrigeerimiseks peab näiline saagis alati olema nõutavas vahemikus (vt punkt 7.1.4). Saagise korrigeerimiseks kasutatavad etalonproovid peavad vastama punktis 7.2 sätestatud nõuetele.

#### 7.1.2.2. Kaliibrimine etalonproovide abil

Teise võimalusena võib kasutada vähemalt nelja etalonproovi alusel koostatud kaliibrimiskõverat (vt punkt 7.2.4: üks uuritava materjali tühikitse ning kolm etalonproovi sisaldusega, mis võrdub 0,5-, 1,0- ja 2,0-kordse piirnormi või häiretaseme sisaldusega), mille puhul ei ole vaja arvestada tühikitse ja saagise parandit. Sellisel juhul võib otse nende proovide alusel arvutada analüüsitulemuse, mis vastab 2/3 piirnormist (vt punkt 7.3), ja kasutada seda künnisena. Häiretaset ületavate proovide kontrollimisel on sobivaks künniseks asjakohane protsent sellistest häiretasemetest.

#### 7.1.3. PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde eraldi määramine

Ekstraktid võib jaotada PCDD/PCDFisid ja dioksiinitaolisi PCBsid sisaldavateks osadeks, mis võimaldab eraldi kindlaks määrata PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde TEQ väärtused (BEQdes). Dioksiinitaolisi PCBsid sisaldava osa analüüsimise tulemuste hindamiseks tuleks eelistatavalt kasutada standardiga PCB 126 saadud kaliibrimiskõverat.

#### 7.1.4. Bioanalüüsi näilised saagised

Bioanalüüsi näiline saagis arvutatakse sobivate etalonproovide alusel, mille esinduslik analoogide kombinatsioon vastab ligikaudu piirnormile või häiretasemele ja seda väljendatakse BEQ väärtuse protsendina TEQ väärtusest. Olenevalt analüüsi liigist ja kasutatud TEFist (\*) võib dioksiinitaoliste PCBde TEF- ja REP-kordajate erinevuse tõttu dioksiinitaoliste PCBde näiline saagis olla PCDD/PCDFide näilise saagisega võrreldes väike. Seepärast peab PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse eraldi määramisel bioanalüüsi näiline saagis olema järgmine: dioksiinitaoliste PCBde puhul 20–60 % ja PCDD/PCDFide puhul 50–130 % (vahemik kehtib TCDD kaliibrimiskõvera kasutamisel). Dioksiinitaoliste PCBde osa PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summas võib eri proovimaterjalide ja proovide puhul olla erinev; need vahemikud kajastuvad PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa bioanalüüsi näilises saagises, mis peab olema 30–130 %. Kui PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde TEFide väärtusi Euroopa Liidu õiguses oluliselt muudetakse, tuleb need vahemikud läbi vaadata.

#### 7.1.5. Saagiste kontroll puhastamisel

Valideerimisel kontrollitakse ühendite kadu puhastamisel. Analoogide seguga rikastatud tühiproov (paralleelkatsete arv  $n$  on vähemalt 3) puhastatakse ning saagist ja varieeruvust kontrollitakse kinnitava meetodiga. Saagis peab olema vahemikus 60–120 %, eelkõige selliste analoogide puhul, mis moodustavad eri segude TEQ väärtusest rohkem kui 10 %.

#### 7.1.6. Teatamiskünnis

BEQ väärtustest teatamisel tuleb teatamiskünnis kindlaks määrata tüüpiliste analoogide kombinatsioonidega asjakohasest materjalist proovide alusel, mitte standardite kaliibrimiskõvera alusel, kuna kõvera alumises osas on täpsus väike. Ekstraheerimise ja puhastamise mõju tuleb arvesse võtta. Teatamiskünnis peab olema tühikitse väärtusest oluliselt (vähemalt kolm korda) suurem.

### 7.2. Etalonproovide kasutamine

#### 7.2.1. Etalonproovid peavad esindama uuritava proovi materjali, analoogide kombinatsioone ja PCDD/PCDFide ning dioksiinitaoliste PCBde sisaldusi vahemikus, mis vastab piirnormile või häiretasemele.

#### 7.2.2. Igas katseseerias tuleb kasutada tühikatsset, eelistatavalt uuritava proovi materjaliga tühikatsset ja piirnormi või häiretaseme sisaldusega etalonproovi. Neid proove tuleb ekstraheerida ja analüüsida samal ajal ja samades tingimustes. Etalonproovi dioksiinisisaldus peab olema selgelt suurem tühiproovi dioksiinisisaldusest, mis tõendab, et analüüs on tehtud õigesti. Neid proove võib kasutada tühikatsset ja saagist arvestava parandi tegemisel.

#### 7.2.3. Saagiseparandi tegemiseks valitud etalonproovid peavad olema analüüsitava proovi suhtes representatiivsed, st analoogide kombinatsioonid ei tohi põhjustada sisalduse alahindamist.

#### 7.2.4. Et tõendada analüüsi nõuetekohast tulemuslikkust huvipakkuvas sisalduste vahemikus piirnormi või häiretaseme kontrollimiseks, võib lisaks kasutada näiteks etalonproove sisaldusega, mis võrdub 0,5- ja 2-kordse piirnormile või häiretasemele vastava sisaldusega. Üheskoos võib neid proove kasutada analüüsitava proovide BEQ väärtuste arvutamiseks (vt punkt 7.1.2.2).

## 7.3. Künniste leidmine

Tuleb teha kindlaks BEQdes väljendatud bioanalüütiliste tulemuste ja TEQ väärtustes väljendatud kinnitava meetodi tulemuste vaheline sõltuvus (nt asjakohase proovimaterjaliga tehtud kaliibrimiskatsetega, milles kasutatakse etalonproove, mille rikastustasemed on 0, 0,5-, 1- ja 2-kordne piirnorm ja mida korratakse igal tasemel 6 korda ( $n = 24$ )). Selle sõltuvuse alusel saab hinnata (tühiproovi ja saagise) parandid, kuid neid tuleb kontrollida punkti 7.2.2 kohaselt.

Künnised tuleb leida selleks, et otsustada, kas proov vastab piirnormile, või vajaduse korral häiretaseme kontrollimiseks, kusjuures asjaomased piirnormid või häiretasemed on kehtestatud kas PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde jaoks või PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa jaoks. Künnis on bioanalüüsi tulemuste (mida on parandatud tühikatse ja saagise arvestamiseks) jaotuse *alumine* piir, mis vastab 95 % usaldusväärsusega kinnitava meetodi otsustuspiirile (eeldades, et valenegatiivsete tulemuste osa on < 5 % ja RSDR < 25 %). Kinnitava meetodi otsustuspiir on piirnorm, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Praktikas võib künnise (BEQdes) arvutada, kasutades üht punktides 7.3.1, 7.3.2 ja 7.3.3 sätestatud lähenemismoodust. (vt joonis 1).

7.3.1. Künnise määramine 95 % usaldusvahemiku *alumise* piiri kasutamise kinnitava meetodi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiiri puhul:

$$\text{künnis} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - S_{y,x} \cdot t_{\alpha, f = m - 2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

kus:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  on BEQ, mis vastab kinnitava meetodi otsustuspiirile ja on piirnorm, mille puhul on arvesse võetud mõõtemääramatus

$S_{y,x}$  on jääkstandardhälve

$t_{\alpha, f = m - 2}$  on Studenti tegur ( $\alpha = 5\%$ ,  $f =$  vabadusastmete arv, ühepoolse piiranguga);

$m$  on kaliibrimispunktide koguarv (indeks  $j$ )

$n$  on korduste arv igal tasemel

$x_i$  on proovi sisaldus (TEQdes) kaliibrimispunktis  $i$ , nagu määratud kinnitava meetodiga;

$\bar{x}$  on kõikide kaliibrimisproovide keskmine sisaldus (TEQdes);

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2$  ruutude summa muutuja,  $i$  — kaliibrimispunkti  $i$  indeks;

7.3.2. Künnis arvutatakse kinnitava meetodi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiirile vastava saastega proovide korduval analüüsimisel ( $n \geq 6$ ) saadud (tühikatse ja saagise arvestamiseks parandatud) bioanalüütiliste tulemuste põhjal; see on jaotuse *alumine* piir vastava keskmise BEQ väärtuse korral:

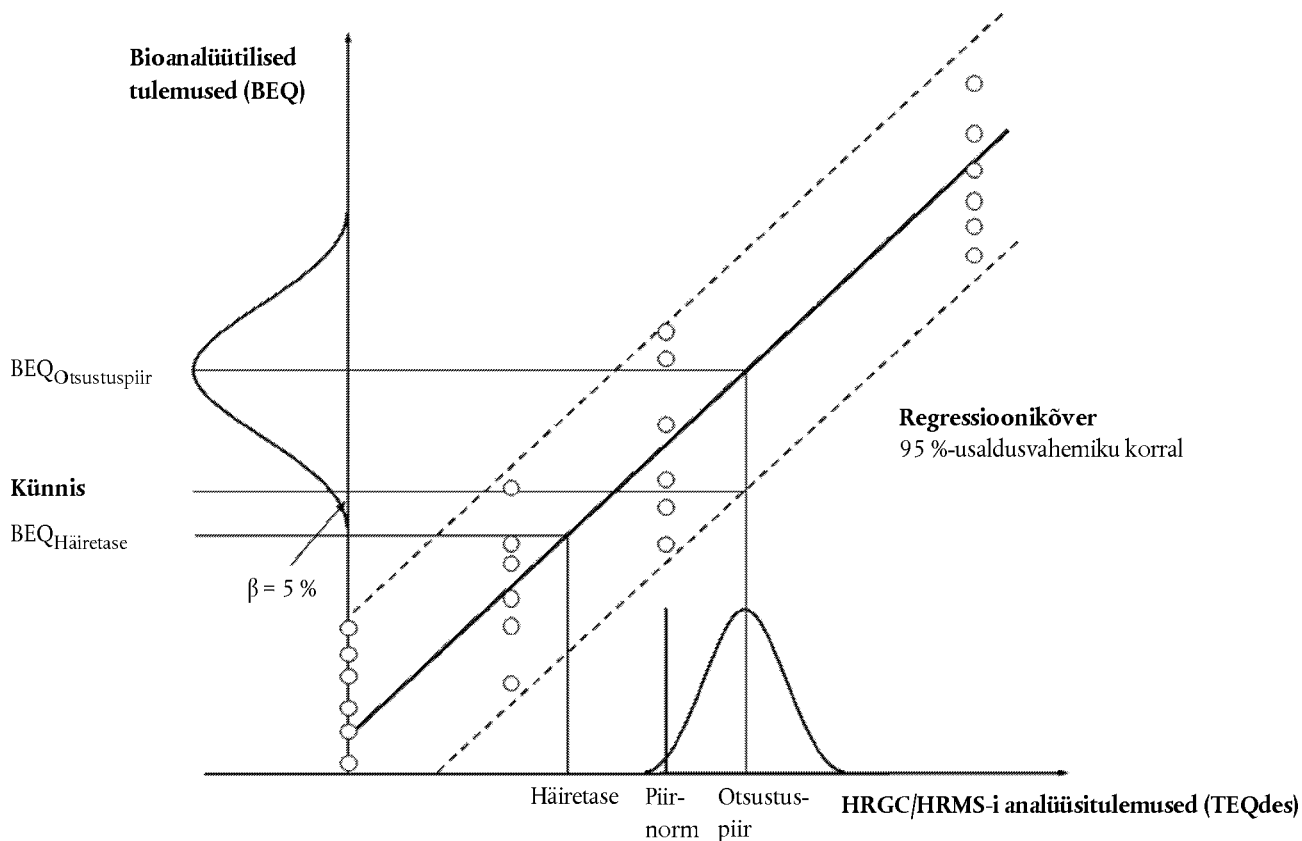
$$\text{künnis} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

ning

$\text{SD}_R$  on bioanalüüsi tulemuste standardhälve  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$  korral, mõõdetuna laborisiseses korratavuse tingimustes.

- 7.3.3. Kännise arvutamine bioanalüütiliste tulemuste keskvaärtusena (BEQdes, parandatud tühikatse ja saagise arvestamiseks) 2/3 piirnormi või häiretaseme ulatuses saastatud proovide mitmekordse analüüsimise ( $n \geq 6$ ) alusel (põhineb tähelepanekul, et kõnealune tase vastab umbkaudu punkti 7.3.1 või 7.3.2 alusel kindlaks määratud künnisele):

Joonis 1



Joonis 1. Känniste arvutamine 95 % usaldusnivoo korral eeldusel, et valenegatiivsete tulemuste osa  $< 5\%$  ja  $RSD_R < 25\%$ :

1. 95 % usaldusvahemiku alumise piiri kasutamisega kinnitava meetodi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiiri puhul;
2. kinnitava meetodi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiirile vastava saastega proovide korduva analüüsimise ( $n \geq 6$ ) alusel saadud tulemuste jaotuse (joonisel kellukesekujuline kõver) alumise piiri järgi sellekohase keskmise BEQ väärtuse juures.

#### 7.3.4. Kännistele kehtestatud piirangud

BEQ-põhised künnised, mis on arvutatud valideerimise käigus saadud  $RSD_R$  alusel, kasutades piiratud arvu proove erinevate materjalide ning analoogide kombinatsiooniga, võivad olla kõrgemad kui TEQ-põhised piirnormile või häiretasemele vastavad sisaldused, kuna valideerimisel saavutatakse suurem kordustäpsus kui tavalu-korras (kus tuleb kontrollida võimalike analoogikombinatsioonide tundmatut spektrit). Sellisel juhul võetakse künnise arvutamisel aluseks kas  $RSD_R = 25\%$  või eelistatakse sisaldust 2/3 piirnormist või häiretasemest.

#### 7.4. Tulemuslikkuse näitajad

- 7.4.1. Bioanalüütiliste meetodite puhul ei ole võimalik kasutada sisestandardide, seepärast on väga tähtis teha katseseeriasise ja katseseeriavahelise standardhälbe kohta andmete saamiseks korduvuskatsed. Korduvus peab olema alla 20 %, laborisisene korratavus alla 25 %. See peab põhinema arvutatud BEQ väärtustel pärast tühikatse- ja saagiseparandi arvessevõtmist.
- 7.4.2. Valideerimise käigus tõendatakse, et analüüs võimaldab eristada tühiproovi ja künnisele vastavat sisaldust, mis võimaldab kindlaks teha proovid, milles asjaomane künnis on ületatud (vt punkt 7.1.2).
- 7.4.3. Määratakse kindlaks uuritavad ühendid, võimalikud segavad tegurid ja tühikatse suurimad lubatud väärtused.

- 7.4.4. Ühe prooviekstrakti kolmekordsel määramisel saadud tulemuse (võimalik üksnes töövahemikus) alusel arvatud standardhälve ei tohi analüüsitulemuses või sisalduses ületada 15 %.
- 7.4.5. Bioanalüütilise meetodi tulemuslikkuse hindamiseks kindlal ajavahemikul kasutatakse etalonproovi(de) (tühikatse ning piirnormile ja häiretasemele vastav sisaldus) korrigeerimata tulemusi, mis on väljendatud BEQdes.
- 7.4.6. Määramismeetodi tühikatsete ja iga tüüpi etalonproovide kohta tuleb koostada kvaliteedikontrolli kaardid ja kontrollida, kas analüüsi tulemuslikkus vastab nõuetele; eelkõige on nõutav teatava miinimumerinevuse olemasolu määramismeetodi tühikatsete ja töövahemiku alumise piiri vahel ning etalonproovide puhul on nõutav laborisisene korratavus. Määramismeetodi tühikatseteid tuleb põhjalikult kontrollida, et vältida valenegatiivsete tulemuste saamist pärast lahutamist.
- 7.4.7. Kinnitava meetodiga saadud nõuetele mittevastavuse kahtlusega proovide ja 2–10 % nõuetekohaste proovide (vähemalt 20 proovi iga uuritava materjali kohta) tulemused tuleb koondada ning kasutada sõeluuringumeetodi tulemuslikkuse ja BEQ ning TEQ suhte hindamiseks. Neid andmeid võib kasutada tavaproovide suhtes kohaldatavate künniste ümberhindamiseks valideeritud proovimaterjalide jaoks.
- 7.4.8. Meetodi tulemuslikkust võib tõendada ka laboritevahelistes võrdluskatsetes osalemisega. Võrdluskatsete käigus analüüsitud proovid hõlmavad nt kuni kahekordse piirnormini ulatuvat sisalduste vahemikku ja nende tulemusi võib kasutada valenegatiivsete tulemuste määra hindamisel, kui labor suudab tõendada oma suutlikkust. Proovid peavad hõlmama levinumaid analoogide kombinatsioone, mis pärinevad eri allikatest.
- 7.4.9. Saastamisjuhtumite korral võidakse künnised ümber hinnata, võttes arvesse konkreetset materjali ja asjaomase juhtumi puhul esinevaid analoogide kombinatsioone.

## 8. Tulemuste esitamine

### 8.1. Kinnitavad meetodid

- 8.1.1. Selleks et tulemuste aruanne sisaldaks võimalikult palju andmeid ja võimaldaks tulemuste tõlgendamist erinõuete kohaselt, peavad analüüsitulemused, kui kasutatud analüüsimeetod seda võimaldab, hõlmama individuaalsete PCDD/PCDFi ja PCB analoogide sisaldust ning olema esitatud alumise ja ülemise tõkke ning vaheväärtusena.
- 8.1.2. Aruandes esitatakse PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde ekstraheerimiseks kasutatud meetod.
- 8.1.3. Üksikute sisestandardite saagised tuleb esitada juhul, kui need jäävad väljapoole punktis 6.2.5 nimetatud vahemikku ja kui on ületatud piirnorm (sellisel juhul ühe korduskatse saagised) või kui nõutakse neist teatamist.
- 8.1.4. Kuna proovi nõuetele vastavuse hindamisel tuleb arvesse võtta mõõtemääramatust, tuleb esitada ka see näitaja. Analüüsitulemused tuleb seega esitada kujul  $x \pm U$ , kus  $x$  on analüüsitulemus ja  $U$  on laiendatud mõõtemääramatus, kusjuures arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, mis annab usaldusnivoo ligikaudu 95 %. Kui PCDD/PCDFid ja dioksiinitaalised PCBd määratakse eraldi, tuleb PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde summa kohta kasutada PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde eraldi analüüsitulemuste hinnanguliste laiendatud mõõtemääramatuste summat.
- 8.1.5. Kui mõõtemääramatust võetakse arvesse CCa kaudu (nagu on kirjeldatud käesoleva osa B I peatüki punktis 2.2), tuleb see näitaja esitada.
- 8.1.6. Tulemused tuleb esitada samades ühikutes ja vähemalt sama tüvenumbrite arvuga nagu on esitatud direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormid.

### 8.2. Bioanalüütilised sõeluuringumeetodid

- 8.2.1. Sõeluuringu tulemus esitatakse järgmisel kujul: nõuetele vastav või nõuetele mittevastavuse kahtlusega („kahtlane”).
- 8.2.2. Lisaks sellele võib PCDDde/PCDFide ja/või dioksiinitaaliste PCBde sisalduse esitada BEQdes, mitte TEQdes.
- 8.2.3. Allapoole teatamispiiri jääva tulemusega proovi kohta märgitakse „allpool teatamispiiri”.

- 8.2.4. Aruandes tuleb iga proovimaterjali tüübi kohta esitada piirnorm või häiretase, mille hindamine põhineb.
- 8.2.5. Aruandes esitatakse kasutatud analüüsi liik, peamised analüüsimise põhimõtted ja kaliibrimise viis.
- 8.2.6. Aruandes esitatakse PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde ekstraheerimiseks kasutatud meetod.
- 8.2.7. Mittevastavuse kahtlusega proovide puhul tuleb aruandesse lisada märkus võetavate meetmete kohta. Suurema sisaldusega proovides tuleb PCDD/Fide sisaldus ning PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde summa määrata ja kinnitada kinnitava meetodi abil.

### III PEATÜKK

#### **Proovide ettevalmistamine ja nõuded analüüsimeetoditele, mida kasutatakse mittedioksiinitaaliste PCBde (PCB nr 28, 52, 101, 138, 153, 180) sisalduse ametlikuks kontrolliks**

##### 1. Kohaldamisala

Käesolevas lisas sätestatud nõudeid kohaldatakse sööda analüüsimisel mittedioksiinitaaliste polüklooritud bifenüülid (mittedioksiinitaaliste PCBde) sisalduse ametlikuks kontrollimiseks ja muudel regulatiivsetel eesmärkidel.

##### 2. Kasutatavad määramismeetodid

Gaasikromatograafia koos elektronhaarde detekteerimisega (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS/MS, GC-HRMS või sama-äärsed meetodid.

##### 3. Vaatlusaluste analüütide määramine ja kinnitamine

3.1. Suhteline retentsiooniaeg vastavalt sisestandarditele või etalonstandarditele (lubatud hälve +/- 0,25 %).

3.2. Tuleb kinnitada kõigi kuue indikaator-PCB (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 ja PCB 180) gaasikromatograafiline eraldamine segavatest ainetest, eelkõige koos elueeruvatest PCBdest, ennekõike kui proovides leiduvad sisaldused on kehtiva piirnormi piires ning kui tuleb kinnitada nõuetele mittevastavust.

[Sageli koos elueeruvad analoogid on nt PCB 28/31, PCB 52/69 ja PCB 138/163/164. GC-MS-meetodi puhul tuleb arvesse võtta ka tugevamalt klooritud analoogide fragmentide võimalikku segavat mõju.]

##### 3.3. Nõuded GC-MSi meetoditele:

tuleb kontrollida vähemalt järgmist:

- HRMSi puhul kaht konkreetset iooni;
- LRMSi puhul kaht konkreetset iooni, mille puhul  $m/z > 200$ , või kolme konkreetset iooni, mille puhul  $m/z > 100$ ;
- MS-MSi puhul 1 eellasiooni ja 2 järglasiooni.

Valitud massiosade isotoopkoguste suhte suurimad lubatud hälbed:

valitud massifragmentide isotoopkoguste suhte suhteline hälve teoreetilisest isotoopide kogusest või uuritava iooni (kõige levinum kontrollitav ioon) ja iseloomuliku iooni (iseloomulike ionide) kaliibrimisstandardist:

Iseloomuliku iooni (iseloomulike ionide) suhteline intensiivsus, võrreldes sihtiooniga	GC-EI-MS (suhteline hälve)	GC-CI-MS, GC-MS <sup>n</sup> (suhteline hälve)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % — 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % — 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % <sup>(1)</sup>	± 50 % <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Ei soovitata kasutada iseloomulikke ioone, mille suhteline intensiivsus on väiksem kui 10 % võrreldes uuritava iooniga, kuna on olemas piisav arv massifragmente, mille suhteline intensiivsus on üle 10 %.

#### 3.4. Nõuded GC-ECD meetoditele:

tolerantsi ületavaid tulemusi tuleb kinnitada kahe GC-kolonniga, millel on eri polaarsusega statsionaarne faas.

#### 4. Meetodi tulemuslikkuse tõendamine

Meetodi tulemuslikkus valideeritakse piirnormile vastava sisalduse vahemikus (0,5- kuni 2-kordse piirnormi sisalduse korral); tõendatakse, et korduvanalüüsi variatsioonikordaja on vastuvõetav (vt vahetäpsuse nõuded, punkt 9).

#### 5. Määramispiir

Tühikatsed väärtused ei tohi ületada 30 % piirnormile vastavast saastetasemest (<sup>10</sup>)\*.

#### 6. Kvaliteedikontroll

Korrapärased tühikatsed, rikastatud proovide analüüs, kvaliteedikontrolli proovid, osalemine asjaomaste materjalide laboritevahelistes uuringutes.

#### 7. Saagiste kontroll

7.1. Kasutatakse sobivaid sisestandardeid, mille füüsikalise-keemilised omadused on võrreldavad vaatlusaluste analüütide omadega.

7.2. Sisestandardite lisamine:

lisamine toodetele (enne ekstraheerimist ja puhastamist);

7.3. Nõuded meetoditele, mille puhul kasutatakse kõiki kuut isotoopmärgistatud indikaator-PCB analoogi:

- tulemusesse viiakse sisse sisestandardite saagiseid arvestav parand;
- isotoopmärgistatud sisestandardi saagis peab olema 50–120 %;
- individuaalsetel analoogidel, mille osatähtsus kuue indikaator-PCB summas on alla 10 %, võivad olla suuremad või väiksemad saagised.

7.4. Nõuded meetoditele, mille puhul ei kasutata kõiki kuut isotoopmärgistatud sisestandardit või kasutatakse muid sisestandardeid:

- iga proovi sisestandardi(te) saagise kontroll;
- sisestandardi(te) saagis peab olema 60–120 %;
- tulemusesse viiakse sisse sisestandardite saagiseid arvestav parand.

7.5. Märgistamata analoogide saagiseid kontrollitakse rikastatud proovide või kvaliteedikontrolli proovidega, mille sisaldused on piirnormi sisaldusvahemikus. Selliste analoogide aktsepteeritavad saagised on 70–120 %.

#### 8. Nõuded laboritele

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

#### 9. Tulemuslikkuse näitajad: kuue piirnormi sisaldusele vastava indikaator-PCB summa suhtes kohaldatavad kriteeriumid

Tõesus	– 30 kuni +30 %
Vahetäpsus (RSD %)	≤ 20 %
Ülemise ja alumise tõkke erinevus	≤ 20 %



## 10. Tulemuste esitamine

- 10.1. Selleks et tulemuste aruanne sisaldaks võimalikult palju andmeid ja võimaldaks tulemuste tõlgendamist erinõuete kohaselt, peavad analüüsitulemused, kui kasutatud analüüsimetod seda võimaldab, hõlmama üksikute PCB-analoogide sisaldust ning olema esitatud alumise ja ülemise tõkke ning vaheväärtusena.
- 10.2. Aruandesse tuleb märkida PCBde ja lipiidide ekstraheerimiseks kasutatud meetod.
- 10.3. Üksikute sisestandardite saagised tuleb esitada juhul, kui need jäävad väljapoole punktis 7 nimetatud vahemikku ja kui on ületatud piirnormi või nõutakse neist teatamist.
- 10.4. Kuna proovi nõuetele vastavuse hindamisel tuleb arvestada mõõtemääramatust, tuleb esitada ka see näitaja. Analüüsitulemused tuleb seega esitada kujul  $x \pm U$ , kus  $x$  on analüüsitulemus ja  $U$  on laiendatud mõõtemääramatus, kusjuures arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, mis annab usaldusnivoo ligikaudu 95 %.
- 10.5. Kui mõõtemääramatust võetakse arvesse CCa kaudu (nagu on kirjeldatud I peatüki punktis 2.1), tuleb see näitaja esitada.
- 10.6. Tulemused tuleb esitada samades ühikutes ja vähemalt sama tüvenumbrite arvuga nagu on esitatud direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormid.

(<sup>1</sup>)\* Dioksiinide, furaanide ja dioksiinitaaliste PCBde toksilisusfaktorite (TEF) tabel

Inimeste tervist ähvardavate ohtude hindamisel kasutatavad Maailma Terviseorganisatsiooni (WHO) toksilisusfaktorid, mis põhinevad 2005. aasta juunis Genfis toimunud Maailma Terviseorganisatsiooni (WHO) rahvusvahelise kemikaaliohutuse programmi (IPCS) ekspertide kohtumise järeldustel (Martin van den Berg et al., „The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds”, Toxicological Sciences 93(2), 223–241 (2006)).

Analoog	TEFi väärtus	Analoog	TEFi väärtus	
<b>Poliüklorodibenso-p-dioksiinid (PCDDd) ja poliüklorodibensofuraanid (PCDFid)</b>		<b>Dioksiinitaalised PCBd: orto-asendamata PCBd + mono-ortoasendatud-PCBd</b>		
2,3,7,8-TCDF	1	<b>Orto-asendamata PCBd</b>		
1,2,3,7,8-PeCDD	1			
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1		PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1		PCB 81	0,0003
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	0,03
OCDD	0,0003	<b>Mono-orto-asendatud-PCBd</b>		
2,3,7,8-TCDF	0,1		PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03		PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3		PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1		PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1		PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1		PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1		PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01			
OCDF	0,0003			

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

- (<sup>2</sup>)\* Komisjoni otsus 2002/657/EÜ, 14. august 2002, millega rakendatakse nõukogu direktiivi 96/23/EÜ analüüsi-meetodite tulemuslikkuse ja tulemuste tõlgendamise osas (EÜT L 221, 17.8.2002, lk 8).
- (<sup>3</sup>)\* Ülemise tõkke põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus määramispiiri väärtu-sele. Alumise tõkke põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus nullile. Vaheväärtu-tuse põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus poolele määramispiiri väärtu-sest.
- (<sup>4</sup>)\* Üldiselt kohaldatakse kordusanalüüsi suhtes II lisa C peatüki punktis 3 sätestatud nõudeid. Kinnitavate meeto-dite puhul, milles kasutatakse asjaomaste analüütide puhul <sup>13</sup>C-märgisega sisestandardit, on kordusanalüüs va-jalik ainult siis, kui esimene määramine kõnealuse kinnitava meetodiga ei anna vastavust kinnitavat tulemust. Kordusanalüüs on vajalik, et välistada sisemise ristsaastumise või proovide juhusliku segijamise võimalus. Kui analüüs tehakse seoses saastamisjuhtumiga, võib kordusanalüüsi jätta tegemata, kui analüüsiks valitud proovid on päritolu jälgitavuse kaudu seostatavad saastamisjuhtumiga ning tuvastatud saastumise tase on märkimis-väärselt üle piirnormi.
- (<sup>5</sup>)\* Ülemise tõkke põhimõtte kohaselt vastab toksilisusekvivalendi (TEQ) arvutamisel iga kvantitatiivselt määra-mata analoogi panus määramispiiri väärtusele. Alumise tõkke põhimõtte kohaselt vastab TEQ arvutamisel iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus nullile. Vaheväärtuse põhimõtte kohaselt vastab TEQ arvutamisel iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus poolele määramispiiri väärtusest.
- (<sup>6</sup>)\* Üldiselt kohaldatakse kordusanalüüsi suhtes II lisa C peatüki punktis 3 sätestatud nõudeid. Kinnitavate meeto-dite puhul, milles kasutatakse asjaomaste analüütide puhul <sup>13</sup>C-märgisega sisestandardit, on kordusanalüüs va-jalik ainult siis, kui esimene määramine kõnealuse kinnitava meetodiga ei anna vastavust kinnitavat tulemust. Kordusanalüüs on vajalik, et välistada sisemise ristsaastumise või proovide juhusliku segijamise võimalus. Kui analüüs tehakse seoses saastamisjuhtumiga, võib kordusanalüüsi jätta tegemata, kui analüüsiks valitud proovid on päritolu jälgitavuse kaudu seostatavad saastamisjuhtumiga ning tuvastatud saastumise tase on märkimis-väärselt üle piirnormi.
- (<sup>7</sup>)\* Häiretaseme kontrollimiseks tehtava kordusanalüüsi suhtes kehtivad samas selgitused ja nõuded, mis on esitatud joonealuses märkuses (5)\* piirnormide kohta.
- (<sup>8</sup>)\* Bioanalüütiliste meetoditega ei saa määrata spetsiifiliselt toksilisusfaktori (TEF) süsteemi kuuluvaid analooge. Prooviekstrakt võib sisaldada muid sarnase struktuuriga AhR-aktiivseid ühendeid, mis mõjutavad üldist tule-must. Seega ei saa bioanalüütilist tulemust pidada TEQ taseme hinnanguks, pigem on see viide TEQ võimali-kule tasemele proovis.
- (<sup>9</sup>)\* Kehtivad nõuded põhinevad TEFidel, mis on avaldatud artiklis: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).
- (<sup>10</sup>)\* On väga soovitatav, et reaktiivi tühikitse tulemus oleks väike võrreldes proovis leiduva saasteaine sisaldusega. Labor on kohustatud kontrollima tühikitse tulemuse muutumist, eriti siis, kui tühikitse tulemus tuleb lahu-tada.”