



Eestikeelne väljaanne

## Õigusaktid

55. aastakäik

29. märts 2012

Sisukord

### II Muud kui seadusandlikud aktid

#### MÄÄRUSED

★ Komisjoni määrus (EL) nr 277/2012, 28. märts 2012, millega muudetakse Euroopa Parlamendi ja nõukogu direktiivi 2002/32/EÜ I ja II lisa seoses dioksiinide ja polüklooritud difenüülide piirnormide ja häirekünnistega <sup>(1)</sup> ..... 1

★ Komisjoni määrus (EL) nr 278/2012, 28. märts 2012, millega muudetakse määrust (EÜ) nr 152/2009 seoses dioksiinide ja polüklooritud bifenüülide sisalduse määramisega <sup>(1)</sup> ..... 8

Komisjoni rakendusmäärus (EL) nr 279/2012, 28. märts 2012, millega kehtestatakse kindlad impordiväärtused, et määrata kindlaks teatava puu- ja köögivilja hind piiril ..... 23

Komisjoni rakendusmäärus (EL) nr 280/2012, 28. märts 2012, millega muudetakse teatavate suhkrusektori toodete suhtes turustusaastaks 2011/2012 rakendusmäärusega (EL) nr 971/2011 kehtestatud tüüpilisi hindu ja täiendavaid impordimakse ..... 25

#### OTSUSED

2012/180/EL:

★ Euroopa Keskpanga otsus, 21. märts 2012, millega muudetakse otsust EKP/2011/25 täiendavate ajutiste meetmete kohta seoses eurosüsteemi refinantseerimisoperatsioonide ja tagatise kõlblikkusega (EKP/2012/4) ..... 27

Hind: 3 EUR

(Jätub pöördel)

<sup>(1)</sup> EMPs kohaldatav tekst

# ET

Aktid, mille pealkiri on trükitud harilikus trükikirjas, käsitlevad põllumajandusküsimuste igapäevast korraldust ning nende kehtivusaeg on üldjuhul piiratud.

Kõigi ülejäänud aktide pealkirjad on trükitud poolpaksus kirjas ja nende ette on märgitud tärn.

IV EÜ asutamislepingu, ELi lepingu ja Euratomi asutamislepingu kohaselt enne 1. detsembrist 2009 vastu võetud aktid

- ★ Iirimaa avaldus seoses nõukogu raamotsusega 2008/909/JSK vastastikuse tunnustamise põhimõtte kohaldamise kohta kriminaalasjades tehtud otsuste suhtes, millega määratakse vabadusekaotuslikud karistused või vabadust piiravad meetmed, nende Euroopa Liidus täideviimise eesmärgil .....

## II

(Muud kui seadusandlikud aktid)

## MÄÄRUSED

## KOMISJONI MÄÄRUS (EL) nr 277/2012,

28. märts 2012,

millega muudetakse Euroopa Parlamendi ja nõukogu direktiivi 2002/32/EÜ I ja II lisa seoses dioksiinide ja polüklooritud difenüülide piirnormide ja häirekünnistega

(EMPs kohaldatav tekst)

EUROOPA KOMISJON

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

võttes arvesse Euroopa Parlamendi ja nõukogu 7. mai 2002. aasta direktiivi 2002/32/EÜ loomatoidus leiduvate soovimatute ainete kohta, <sup>(1)</sup> eriti selle artikli 8 lõiget 1,

ning arvestades järgmist:

- (1) Direktiivis 2002/32/EÜ on sätestatud, et selliste loomasöödaks ettenähtud toodete kasutamine, mis sisaldavad soovimatuid aineid üle kõnealuse direktiivi I lisa sätestatud piirnormide, on keelatud. Selle II lisa on sätestatud häirekünnised, mille puhul tuleb algatada juurdlus, kui avastatakse selliste ainete sisalduse suurenemine.
- (2) Termin „dioksiinid“ käesoleva määruse tähenduses hõlmab 75 polüklorodibensoparadioksiini (PCDD) analoogi ja 135 polüklorodibensofuraani (PCDF) analoogi, millest 17 on toksikoloogiliselt ohtlikud. Polüklooritud bifenüülid (PCBd) on 209 analoogist koosnev rühm, mille võib nende toksikoloogiliste omaduste põhjal jagada kahte gruppi: 12 analoogil on dioksiinide toksikoloogilised omadused ja neid nimetatakse seetõttu sageli dioksiinitaolisteks PCBdeks. Ülejäänud PCBdel ei ole dioksiinitaolist toksilisust, kuid neil on teistsuguseid toksikoloogilisi omadusi.
- (3) Toksikoloogiliselt ohtlikel dioksiinide või dioksiinitaoliste PCBde analoogidel on erinev toksilisuse tase. Selliste analoogide summaarse toksilisuse leidmiseks ning riskianalüüsi ja kontrolli võimaldamiseks on välja töötatud

toksilisuse ekvivalentfaktori (TEF) mõiste. See tähendab, et analüüsi tulemused kõigi dioksiini analoogide ja dioksiinitaoliste PCBde analoogide jaoks väljendatakse ühe määratava suuruse, TCDD toksilisuse ekvivalentkontsentratsiooni (TEQ) alusel.

- (4) Maailma Tervishoiuorganisatsioon (WHO) soovitas 2005. aastal dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde jaoks uued toksilisuse ekvivalentfaktorite väärtused, mis erinevad WHO poolt 1998. aastal sätestatud väärtustest. Euroopa Toiduohutusamet esitas komisjoni nõudmisel toidus ja söödas dioksiinitasemete jälgimist käsitleva teadusliku aruande, <sup>(2)</sup> milles võetakse arvesse kõnealuseid uusi WHO soovitatud väärtusi ja komisjoni kogutud uusimat teavet. Kõnealust aruannet silmas pidades on asjakohane muuta dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde piirnorme ja häiretasemeid.
- (5) Muude kui dioksiinitaoliste PCBde kohta koostas EFSA komisjoni nõudmisel söödas ja toidus esinevaid muid kui dioksiinitaolisi PCBsid käsitleva arvamuse <sup>(3)</sup>.
- (6) Polüklooritud bifenüülid (PCBd) on 209 analoogist koosnev rühm. Kuue PCB indikaatoranalooigi (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ja 180) summa on ligi pool muude kui dioksiinitaoliste PCBde summaarsest kogusest söödas ja toidus. EFSA leidis, et kuue PCB indikaatori summa on asjakohane näitaja muude kui dioksiinitaoliste PCBde esinemise ja inimestega kokkupuute hindamiseks. Lisaks on kõigi 209 PCB analoogi igakordne analüüsimine ametlike kontrollide jaoks ebapraktiline ja väga kallis ning sellel ei oleks jõustamise jaoks mingit kasu. Seega on asjakohane kehtestada piirnormid kõnealuse kuue PSB summana.

<sup>(2)</sup> EFSA Journal 2010; 8(3):1385, <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc/1385.pdf>

<sup>(3)</sup> EFSA Journal (2005) 284, 1–137, <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc/284.pdf>

<sup>(1)</sup> EÜT L 140, 30.5.2002, lk 10.

- (7) Muude kui dioksiinitaaliste PSBde piirnormide kehtestamisel on arvesse võetud hiljutisi andmeid toiduainetes esinemise kohta. Kõnealused hiljutised andmed toiduainetes esinemise kohta on kokku kogutud EFSA teaduslikus aruandes toidus ja söödas muude kui dioksiinitaaliste PCBde jälgimise tulemuste kohta <sup>(1)</sup>. Kuigi on võimalik saavutada madalam määramispiir, võib märkida, et enamik ametlikest laboritest kasutavad madalaimat määramispiiri 0,5 ng toote kg kohta või isegi 1 ng toote kg kohta. Analüüside tulemuste väljendamine maksimumtasemena võib mõnel juhul tulemuseks anda piirnormilähedase taseme ka siis, kui PCBsid ei leitud. Samuti on tunnistatud, et teatavate söödakategooriate puhul ei olnud andmed eriti ulatuslikud. Seepärast on asjakohane vaadata piirnormid kolme aasta möödumisel läbi, tuginedes väiksema sisalduse määramisel piisava tundlikkusega analüüsimeetodiga saadud mahukamale andmebaasile.
- (8) Edasikandumist käsitlevatest uuringutest on ilmnenu, et kui söödas on esinenud dioksiine, dioksiinitalisi PCBsid ja muid kui dioksiinitalisi PCBsid direktiivi 2002/32/EÜ I lisa sätestatud piirnormide tasemel, võib loomset päritolu toit ületada piirnorme, mis on sätestatud komisjoni 19. detsembri 2006. aasta määrusega (EÜ) nr 1881/2006, millega sätestatakse teatavate saasteainete piirnormid toiduainetes <sup>(2)</sup>. Pidades silmas praegu kättesaadavate analüüsimeetodite tundlikkust ja asjaolu, et

piirnormid on sätestatud maksimumtasemetena, ei ole võimalik sätestada madalamaid piirnorme. Lisaks on enamikul juhtudel ebatõenäoline, et loom puutub pikka aega kokku söödaga, mis vastab nõuetele, kuid mille dioksiinide ja/või PCBde tase on võrdne või ligilähedane piirnormiga.

- (9) Käesoleva määrusega ettenähtud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega ning ei Euroopa Parlament ega nõukogu ei ole vastuväiteid esitanud,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

*Artikkel 1*

Direktiivi 2002/32/EÜ I ja II lisa muudetakse vastavalt käesoleva määruse lisale.

*Artikkel 2*

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

Käesolevat määrust kohaldatakse alates jõustumise kuupäevast.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 28. märts 2012

Komisjoni nimel  
president  
José Manuel BARROSO

<sup>(1)</sup> EFSA Journal 2010; 8(7):1701, <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc/1701.pdf>

<sup>(2)</sup> ELT L 364, 20.12.2006, lk 5.

## LISA

1. Direktiivi 2002/32/EÜ I lisas asendatakse V jagu „Dioksiinid ja PCBd” järgmisega.

## „V JAGU. DIOKSIINID JA PCBd

Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Piirnorm (ng WHO-PCDD/ F-TEQ/kg (ppt) <sup>(1)</sup> ) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %
1. Dioksiinid (polüklorodibensoparadioksiinide (PCDD) ja polüklorodibensofuraanide (PCDF) summa, väljendatuna Maailma Tervishoiuorganisatsiooni (WHO) toksilisuse ekvivalendina, kohaldades WHO toksilisuse ekvivalentfaktoreid (TEF, 2005)) <sup>(2)</sup>	Taimset päritolu söödamerjalid, välja arvatud:	0,75
	— taimeõlid ja nende kõrvalsaadused.	0,75
	Mineraalne söödamerjal.	0,75
	Loomne söödamerjal:	
	— loomsed rasvad, sealhulgas piima- ja munarasv;	1,50
	— muud maismaaloomadest saadud tooted, sealhulgas piim ja piimatooted ning munad ja munatooted;	0,75
	— kalaõli;	5,0
	— kalad ja muud veeloomad ning nendest saadud tooted, välja arvatud kalaõli ja hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 % <sup>(3)</sup> ;	1,25
	— hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 %.	1,75
	Sideainete ja paakumisvastaste ainete funktsionaalrühma kuuluvad söödalisedid kaoliinsavi, vermikuliit, natroliitfonoliit, sünteetilised kaltsiumalumiinaadid ja setteline klinoptiloliit.	0,75
	Mikroelementühendite funktsionaalrühma kuuluvad söödalisedid.	1,0
	Eelsegud.	1,0
	Segasööt, välja arvatud:	0,75
— lemmikloomade ja kalade segasööt;	1,75	
— karusloomade segasööt.	—	
Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Piirnorm (ng WHO-PCDD/ F-PCB-TEQ/kg (ppt) <sup>(1)</sup> ) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %
2. Dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde summa (polüklorodibensoparadioksiinide (PCDDd), polüklorodibensofuraanide (PCDFd) ja polüklooritud bifeniülide (PCBd) summa, väljendatuna Maailma Terviseorganisatsiooni (WHO) toksilisuse ekvivalentfaktoreid WHO-TEF, 2005) <sup>(2)</sup>	Taimset päritolu söödamerjalid, välja arvatud:	1,25
	— taimeõlid ja nende kõrvalsaadused.	1,5
	Mineraalne söödamerjal.	1,0
	Loomne söödamerjal:	
	— loomsed rasvad, sealhulgas piima- ja munarasv;	2,0
— muud maismaaloomadest saadud tooted, sealhulgas piim ja piimatooted ning munad ja munatooted;	1,25	
— kalaõli;	20,0	

Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Piirnorm (ng WHO-PCDD/ F-PCB-TEQ/kg (ppt) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %
	<ul style="list-style-type: none"> <li>— kalad ja muud veeloomad ning nendest saadud tooted, välja arvatud kalaõli ja hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 % <sup>(3)</sup>;</li> <li>— hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 %.</li> </ul> <p>Sideainete ja paakumisvastaste ainete funktsionaalrühma kuuluvad söödalised kaoliinsavi, vermikuliit, natroliitfonoliit, sünteetilised kaltsiumaluminaadid ja setteline klinoptiloliit.</p> <p>Mikroelementühendite funktsionaalrühma kuuluvad söödalised.</p> <p>Eelsegud.</p> <p>Segasööt, välja arvatud:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— lemmikloomade ja kalade segasööt;</li> <li>— karusloomade segasööt.</li> </ul>	<p>4,0</p> <p>9,0</p> <p>1,5</p> <p>1,5</p> <p>1,5</p> <p>1,5</p> <p>5,5</p> <p>—</p>
Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Piirnorm (µg/kg (ppb)) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 % <sup>(1)</sup>
3. Mittedioksiinitalised PCBd (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 ja PCB 180 summa) (ICES – 6) <sup>(1)</sup>	<p>Taimne söödamaterjal.</p> <p>Mineraalne söödamaterjal.</p> <p>Loomne söödamaterjal:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— loomsed rasvad, sealhulgas piima- ja munarasv;</li> <li>— muud maismaaloomadest saadud tooted, sealhulgas piim ja piimatooted ning munad ja munatooted;</li> <li>— kalaõli;</li> <li>— kalad ja muud veeloomad ning nendest saadud tooted, välja arvatud kalaõli ja hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 % <sup>(4)</sup>;</li> <li>— hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 %.</li> </ul> <p>Sideainete ja paakumisvastaste ainete funktsionaalrühma kuuluvad söödalised kaoliinsavi, vermikuliit, natroliitfonoliit, sünteetilised kaltsiumaluminaadid ja setteline klinoptiloliit.</p> <p>Mikroelementühendite funktsionaalrühma kuuluvad söödalised.</p> <p>Eelsegud.</p> <p>Segasööt, välja arvatud:</p>	<p>10</p> <p>10</p> <p>10</p> <p>10</p> <p>175</p> <p>30</p> <p>50</p> <p>10</p> <p>10</p> <p>10</p> <p>10</p>

Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Piirnorm (µg/kg (ppb)) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %
	— lemmikloomade ja kalade segasööt;	40
	— karusloomade segasööt.	—

- (1) Maksimumsisaldus; maksimumsisaldus arvutatakse eeldusel, et kõigi allpool määramispiiri olevate analoogide väärtused võrduvad määramispiiriga.
- (2) TEFide (= toksilisuse ekvivalentfaktorid) tabel dioksiinide, furaanide ja dioksiinitaoliste PCBde kohta: inimeste tervist ähvardava ohu hindamisel kasutatavad Maailma Terviseorganisatsiooni toksilisuse ekvivalentfaktorid (TEFid), mis põhinevad Genfis 2005. aasta juunis peetud rahvusvahelise kemikaaliohutuse programmi (IPCS) eksperdirühma koosoleku otsustel (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	TEF väärtus	Analoog	TEF väärtus
<b>Polüklorodibensoparadioksiinid ja polüklorodibensoparafuraanid (PCDFid)</b>		<b>„Dioksiinitaolised” PCBd: orto-asendamata ning mono-orto-asendatud PCBd</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<b>Orto-asendamata PCBd</b>	
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 = heksta; Hp = hepta; O = okta; CDD = klorodibensodioksiin; CDF = klorodibensofuraan; CB = klorobifenüül.

- (3) Karusloomasööda valmistamiseks otse ja vahetöötlemiseta tarnitava värsket kala ja muude veeloomade suhtes ei kohaldata piirnormi, kuid lemmikloomade, loomaia- ja tsirkuseloomade otsetoitmiseks kasutatava värsket kala suhtes kohaldatakse piirnorme 3,5 ng WHO-PCDD/F-TEQ ja 6,5 ng WHO-PCDD/F-PCB-TEQ ning kalamaksa suhtes kohaldatakse piirnormi 20,0 ng WHO-PCDD/F-PCB-TEQ toote kg kohta. Kõnealustest loomadest (karusloomad, lemmikloomad, loomaia- ja tsirkuseloomad) saadud tooted või töödeldud loomsed valgud ei tohi sattuda toiduahelasse ning nende söötmine põllumajandusloomadele, keda peetakse, numatakse või aretatakse toidu tootmise eesmärgil, on keelatud.
- (4) Karusloomasööda valmistamiseks otse ja vahetöötlemiseta tarnitava värsket kala ja muude veeloomade suhtes ei kohaldata piirnormi, aga lemmikloomade, loomaia- ja tsirkuseloomade otsetoitmiseks kasutatava värsket kala suhtes kohaldatakse piirnorme 75 µg toote kg kohta ja kalamaksa suhtes kohaldatakse piirnormi 200 µg toote kg kohta. Kõnealustest loomadest (karusloomad, lemmikloomad, loomaia- ja tsirkuseloomad) saadud tooted või töödeldud loomsed valgud ei tohi sattuda toiduahelasse ning nende söötmine põllumajandusloomadele, keda peetakse, numatakse või aretatakse toidu tootmise eesmärgil, on keelatud.”

2. Direktiivi 2002/32/EÜ II lisa asendatakse järgmisega:

„II LISA

**HÄIREKÜNNISED, MILLE PUHUL PEAVAD LIIKMESRIIGID ARTIKLI 4 LÕIKE 2 KOHASELT ALGATAMA JUURDLUSE**

JAOTIS. DIOKSIINID JA PCBD

Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Häirekünnis (ng WHO-PCDD/F-TEQ/kg (ppm) <sup>(2)</sup> ) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %	Märkused ja lisateave (näiteks läbiviidava juurdluse laad)
1. Dioksiinid (polüklorodibensoparadioksiinide (PCDDd) ja polüklorodibensofuraanide (PCDFd) summa, väljendatuna Maailma Terviseorganisatsiooni (WHO) toksilisusekvalendina, kasutades toksilisuse ekvivalentfaktoreid (WHO-TEF, 2005)) <sup>(1)</sup>	Taimset päritolu sööd materjalid, välja arvatud:	0,5	<sup>(3)</sup>
	— taimeõlid ja nende kõrvalsaadused.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Mineraalne sööd materjal.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Loomne sööd materjal:		
	— loomsed rasvad, sealhulgas piima- ja munarasv;	0,75	<sup>(3)</sup>
	— muud maismaaloomadest saadud tooted, sealhulgas piim ja piimatooted ning munad ja munatooted;	0,5	<sup>(3)</sup>
	— kalaõli;	4,0	<sup>(4)</sup>
	— kalad ja muud veeloomad ning nendest saadud tooted, välja arvatud kalaõli ja hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 % <sup>(3)</sup> ;	0,75	<sup>(4)</sup>
	— hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 %.	1,25	<sup>(4)</sup>
	Sideainete ja paakumisvastaste ainete funktsionaalrühma kuuluvad sööd alisandid.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Mikroelementühendite funktsionaalrühma kuuluvad sööd alisandid.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Eelsegud	0,5	<sup>(3)</sup>
	Segasööt, välja arvatud:		
— lemmikloomade ja kalade segasööt;	1,25	<sup>(4)</sup>	
— karusloomade segasööt.	—		
2. Dioksiinitaolised PCBD (polüklooritud bifentüülid (PCBde) summa, väljendatuna Maailma Terviseorganisatsiooni (WHO) toksilisusekvalendina, kasutades toksilisuse ekvivalentfaktoreid (WHO-TEF, 2005)) <sup>(1)</sup>	Taimset päritolu sööd materjalid, välja arvatud:	0,35	<sup>(3)</sup>
	— taimeõlid ja nende kõrvalsaadused.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Mineraalne sööd materjal.	0,35	<sup>(3)</sup>
	Loomne sööd materjal:		
	— loomsed rasvad, sealhulgas piima- ja munarasv;	0,75	<sup>(3)</sup>
— muud maismaaloomadest saadud tooted, sealhulgas piim ja piimatooted ning munad ja munatooted;	0,35	<sup>(3)</sup>	



Soovimatud ained	Loomasöödaks ettenähtud tooted	Häirekünnis (ng WHO-PCDD/F-TEQ/kg (ppm) <sup>(2)</sup> ) sööda puhul, mille niiskusesisaldus on 12 %	Märkused ja lisateave (näiteks läbiviidava juurduse laad)
	— kalaõli;	11,0	<sup>(4)</sup>
	— kalad ja muud veeloomad ning nendest saadud tooted, välja arvatud kalaõli ja hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 % <sup>(3)</sup> ;	2,0	<sup>(4)</sup>
	— hüdrolüüsitud kalavalk, mille rasvasisaldus on üle 20 %.	5,0	<sup>(4)</sup>
	Sideainete ja paakumisvastaste ainete funktsionaalrühma kuuluvad söödalisandid.	0,5	<sup>(3)</sup>
	Mikroelementühendite funktsionaalrühma kuuluvad söödalisandid.	0,35	<sup>(3)</sup>
	Eelsegud.	0,35	<sup>(3)</sup>
	Segasööt, välja arvatud:	0,5	<sup>(3)</sup>
	— lemmikloomade ja kalade segasööt;	2,5	<sup>(4)</sup>
	— karusloomade segasööt.	—	

- <sup>(1)</sup> TEFide (= toksilisuse ekvivalentfaktorid) tabel dioksiinide, furaanide ja dioksiinitaoliste PCBde kohta: inimeste tervist ähvardava ohu hindamisel kasutatavad Maailma Terviseorganisatsiooni toksilisuse ekvivalentfaktorid (TEFid), mis põhinevad Genfis 2005. aasta juunis peetud rahvusvahelise kemikaaliohutuse programmi (IPCS) eksperdirühma koosoleku otsustel (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	TEF väärtus	Analoog	TEF väärtus
<b>Polüklorodibensoparadioksiinid ja polüklorodibensoparafuraanid (PCDFid)</b>		<b>Dioksiinitaolised PCBd: orto-asendamata ning mono-orto-asendatud PCBd</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<b>Orto-asendamata PCBd</b>	
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> Maksimumsisaldus; maksimumsisaldus arvutatakse eeldusel, et kõigi allpool määramispiiri olevate analoogide väärtused võrduvad määramispiiriga.
- <sup>(3)</sup> Saasteallika kindlakstegemine. Kui allikas on kindaks tehtud, võtta võimaluse korral asjakohaseid meetmeid saastamise vähendamiseks või kõrvaldamiseks.
- <sup>(4)</sup> Sageli ei pruugi saasteallika uurimine vajalik olla, kuna mõnes piirkonnas on taustanivoo häiretaseme lähedal või ületab seda. Siiski tuleb juhul, kui häiretase on ületatud, dokumenteerida kõik andmed, nagu proovivõtuaeg, geograafiline päritolu, kalaliik jms, pidades silmas tulevase meetmeid dioksiinide ja dioksiinitaoliste ühendite sisalduse vähendamiseks sellistes loomasöödaks ettenähtud materjalides.”

## KOMISJONI MÄÄRUS (EL) nr 278/2012,

28. märts 2012,

millega muudetakse määrust (EÜ) nr 152/2009 seoses dioksiinide ja polüklooritud bifeniilide 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 loomateravishoidu ja loomade heaolu käsitlevate eeskirjade täitmise kontrollimise tagamiseks, <sup>(1)</sup> eriti selle artikli 11 lõiget 4,

ning arvestades järgmist:

- (1) Euroopa Parlamendi ja nõukogu 7. mai 2002. aasta direktiivis 2002/32/EÜ loomatoidus leiduvate soovimatute ainete kohta <sup>(2)</sup> on sätestatud söödas leiduvate dioksiinide, furaanide ja polüklooritud bifeniilide (PCBd) piirnormid ja häirekünnised, mille korral peavad liikmesriigid algatama uurimise, et leida nende ainete allikad.
- (2) Komisjoni 27. jaanuari 2009. aasta määrus (EÜ) nr 152/2009, milles sätestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid sööda ametlikuks kontrolliks, <sup>(3)</sup> sisaldab meetodeid polüklorodibenso-*p*-dioksiinide (PCDDd), polüklorodibensofuraanide (PCDFid) ja dioksiinitaaliste polüklooritud bifeniilide (PCBd) sisalduse määramiseks söödas.
- (3) PCDD/Fide või dioksiinitaaliste PCBde märkimisväärse sisaldusega proovide kindlakstegemiseks saab kasutada üldtunnustatult valideeritud ja suure jõudlusega sõelumismeetodit (millega peamiselt saab kindlaks teha häiretaset ületavad proovid ja mille puhul on tagatud piirnorme ületavate proovide kindlakstegemine). Selliste proovide PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde sisaldus tuleb määrata kinnitava analüüsimeetodiga. Seepärast tuleb kehtestada asjakohased sõelumismeetodid käsitlevad nõuded, millega tagatakse, et piirnormile vastavust kinnitavate valenegatiivsete tulemuste määr jääb alla 5 %, ning ranged kinnitavat analüüsimeetodit käsitlevad nõuded.

Lisaks võimaldavad kinnitavad meetodid määrata sisaldusi ka madala fooni korral. See on tähtis ajaliste suundumuste jälgimisel, kokkupuute hindamisel ning piirnormide ja häiretasemete ümberhindamisel.

- (4) Dioksiinide ja dioksiinitaaliste PCBde piirnormide muutmise, mittedioksiinitaaliste PCBde direktiivi 2002/32/EÜ lisamise ja sõelumismeetodite kriteeriumide ajakohastamise vajaduse tõttu tuleb muuta määruse (EÜ) nr 152/2009 V lisa B osas sätestatud eeskirju dioksiinide ja PCBde sisalduse määramise kohta söödas. Selguse ja arusaadavuse huvides tuleb V lisa B osa asendada.
- (5) On tähtis, et analüüsitulemustest teatatakse ja neid tõlgendatakse ühtmoodi, et tagada ühtne rakendamine kogu Euroopa Liidus.
- (6) Seepärast tuleks määruse (EÜ) nr 152/2009 V lisa vastavalt muuta.
- (7) Käesoleva määrusega ettenähtud meetmed on kooskõlas alalise toiduahela ja loomatervishoiu komitee arvamusega ning ei Euroopa Parlament ega nõukogu ole vastuväiteid esitanud,

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*.

Seda kohaldatakse alates selle jõustumise kuupäevast.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 28. märts 2012

Komisjoni nimel

president

José Manuel BARROSO

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

<sup>(2)</sup> EÜT L 140, 30.5.2002, lk 10.

<sup>(3)</sup> ELT L 54, 26.2.2009, lk 1.

## LISA

Määruse (EÜ) nr 152/2009 V lisa B osa „DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) JA DIOKSIINILAADSETE 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), dioksiinitaoliste polüklooritud bifenüülide (PCBd) (\*) ja mittedioksiinitaoliste PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks söödas võetakse I lisa kohaselt. Kohaldatakse I lisa punktis 5.A sätestatud, söödas ühtlaselt jaotunud ainete või toodete kontrollimisega seotud kvantitatiivseid nõudeid. Selliselt võetud koguproove käsitatakse representatiivsena partii või osapartii suhtes, millest need on võetud. Direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormidele vastavust kontrollitakse laboriproovides määratud sisalduste põhjal.

(\*) Dioksiinide, furaanide ja dioksiinitaoliste PCBde toksilisusfaktorite (TEF) tabel

Inimeste tervist ähvardavate ohtude hindamisel kasutatakse 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>Polüklorodibenso-<i>p</i>-dioksiinid (PCDDd) ja polüklorodibensofuraanid (PCDFid)</b>		<b>Analoog Dioksiinitaolised PCBd, orto-asendamata PCBd + mono-ortoasendatud PCBd</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Orto-asendamata PCBd</i>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
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		
		<i>Mono-orto-asendatud PCBd</i>	
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” = heksta; “Hp” = hepta; “O” = okta; “CDD” = klorodibensodioksiin; “CDF” = klorodibensofuraan; “CB” = klorobifenüül.

V lisa käesolevas osas kasutatakse komisjoni 14. augusti 2002. aasta otsuse 2002/657/EÜ (millega rakendatakse nõukogu direktiivi 96/23/EÜ analüüsimeetodite tulemuslikkuse ja tulemuste tõlgendamise osas) (\*\*) I lisa sätestatud mõisteid.

(\*\*) EÜT L 221, 17.8.2002, lk 8.

## 2. Partii või osapartii nõuetekohasus

### 2.1. Mittedioksiinitaaliste PCBde puhul

Partii vastab nõuetele, kui analüüsitulemus ei ületa direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud mittedioksiinitaaliste PCBde piirnормi, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Partii ei vasta nõuetele, kui analüüsitulemuse ülemine tõke, (\*\*\*) mida on kinnitatud kordusanalüüsiga, (\*\*\*\*) ületab direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnормi, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Mõõtemääramatust võetakse arvesse ühel järgmisel viisil:

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

Käesolevaid tõlgenduseeskirju kohaldatakse ametlikuks kontrolliks võetud proovide analüüsitulemuste suhtes. Kaitse- või vahekohtumenetluse eesmärgil tehtud analüüside suhtes kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.

(\*\*\*) Ülemise tõkke põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus määramispiiri väärtusele. Alumise tõkke põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus nullile. Vaheväärtuse põhimõtte kohaselt vastab iga kvantitatiivselt määramata analoogi panus poolele määramispiiri väärtusest.

(\*\*\*\*) Kordusanalüüs on vajalik, et välistada sisemise ristastumise või proovide juhusliku segiajamise võimalus. Nõuetele vastavust hinnatakse esimese analüüsi abil, võttes arvesse mõõtemääramatust. Juhul kui analüüsi tehakse seoses teadaoleva saastamisjuhtumiga, võidakse kinnitav kordusanalüüs tegemata jätta, kui analüüsiks võetud proovide puhul suudetakse dokumentaalselt tõendada, et need on seotud kõnealuse saastamisjuhtumiga.

### 2.2. PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde puhul

Partii vastab nõuetele, kui ühe analüüsi tulemus,

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

Sõeluringu puhul määratakse kindlaks künnis, mis võimaldab otsustada, kas proov vastab PCDDde/PCDFide jaoks kindlaks määratud huvipakkuvale kontsentratsioonile või PCDDde/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde summa jaoks kindlaks määratud huvipakkuvale kontsentratsioonile.

Partii ei vasta nõuetele, kui kinnitava meetodiga saadud analüüsitulemuse ülemine tõke, (\*\*\*\*) mida kinnitab kordusanalüüs, on mõõtemääramatust arvesse võttes kõrgem kui direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnорм (\*\*\*\*\*).

Mõõtemääramatust võetakse arvesse ühel järgmisel viisil:

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

Esitatud tõlgenduseeskirju kohaldatakse ametlikuks kontrolliks võetud proovide analüüsitulemuste suhtes. Kaitse- või vahekohtumenetluse eesmärgil tehtud analüüside suhtes kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.

- (\*\*\*\*) Ülemise tõkke põhimõtte kohaselt vastab toksilisusekvivalendi (TEQ) arvutamisel iga kvantitatiivselt määramata 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.
- (\*\*\*\*\*) Korduvalanalüüs tuleb teha sellepärast, et välistada sisemist ristsaastumist või juhuslikku proovide segunemist. Esimest analüüsi, milles võetakse arvesse mõõtemääramatust, kasutatakse vastavuse kindlaks tegemiseks. Kui analüüs tehakse saastumisega seoses, võib teise, kinnitava analüüsi jätta tegemata, kui analüüsiks valitud proovid on jälgitavuse kaudu seostatavad saastumisega.

### 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. Sõelumismeetoditega määratakse selliste proovide valimiseks sobivad künnised. Saasteallika kindlakstelemiseks ning saaste vähendamiseks või kõrvaldamiseks vajalikke meetmeid võetakse vaid juhul, kui kaks kinnitava meetodiga tehtud analüüsi koos mõõtemääramatuse arvessevõtmisega kinnitavad häiretaseme ületamist (\*\*\*\*\*).

- (\*\*\*\*\*) Häiretaseme kontrollimiseks tehtava kordusanalüüsi suhtes kehtivad samas selgitused ja nõuded, mis on esitatud joonealuses märkuses (\*\*\*\*) piirnormide kohta.

## II PEATÜKK

### **Proovi ettevalmistamine ja nõuded analüüsimeetoditele, mida kasutatakse dioksiinide (PCDD/PCDFide) ja dioksiinitaaliste PCBde sisalduse ametlikuks kontrolliks**

#### 1. **Kohaldamisala**

Käesolevas lisas sätestatud nõudeid kohaldatakse sööda analüüsimisel 2,3,7,8-asendatud polüklorodibenso-*p*-dioksiinide ja polüklorodibensofuraanide (PCDD/Fid) ning dioksiinitaaliste polüklooritud bifenuülide (dioksiinitaalised PCBd) sisalduse ametlikuks kontrolliks ja regulatiivsetel eesmärkidel.

PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde esinemist söödas võib kontrollida kahel eri eesmärgil:

- a) selliste proovide väljaselgitamine, mille PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde sisaldus ületab piirnormi või häirekünnise. Selleks võidakse kasutada kulutõhusaid suure jõudlusega sõelumismeetodeid, mis suurendavad tarbijate jaoks suurt kokkupuute- ja terviseriski kujutavate uute juhtumite avastamise võimalusi. Sõelumismeetodid võivad hõlmata bioanalüütilisi ning GC/MS-meetodeid. Nende kasutamisel tuleks sihiks seada valenegatiivsete tulemuste vältimine. Väljaselgitatud proovides tuleb PCDD/Fide kontsentratsioon ning PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde summa määrata/kinnitada kinnitava meetodi abil;
- b) söödaproovide PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste PCBde sisalduse kindlaksmääramine madala foonisisalduse vahemikus. See on oluline, et jälgida ajalisi suundumusi, hinnata elanikkonna kokkupuudet ning koostada andmebaas häiretasemete ja piirnormide võimalikuks ümberhindamiseks. See eesmärk saavutatakse kinnitavate meetoditega, mis võimaldavad PCDD/Fidid ja dioksiinitaaliseid PCBsid üheselt avastada ja koguseliselt määrata huvipakkuval kontsentratsioonil. Selliseid meetodeid saab kasutada sõelumismeetoditega saadud tulemuste kinnitamiseks ja madala foonisisalduse kindlaksmääramiseks sööda kontrollimisel. Need meetodid on olulised ka analoogide kombinatsioonide kindlakstelemiseks, et tuvastada võimalik saasteallikas. Praegu kasutatakse nende meetodite puhul kõrglahutus-kromatomassispektromeetriat (HRGC/HRMS).

#### 2. **Meetodite klassifitseerimine määramistäpsuse järgi (\*\*\*\*\*)**

- (\*\*\*\*\*) Kohandatud PCDD/Fide ja dioksiinitaaliste ühendite, mis on nimetatud dokumendis „Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines” („Veterinaarravimite jääkide sõelumismeetodite valideerimise juhised”), mille on koostanud Fougères, Berliinis ja Bithovenis asuvad liidu loomset päritolu toidus esinevate veterinaarravimite jääkide ja saasteainete referentlaborid, 20.1.2010, [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab\\_analysis\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm).

- 2.1. *Kvalitatiivsed meetodid* annavad vastuse vaatlusaluste analüütide olemasolu või puudumise kohta, näitamata eeldatava analüüdi kontsentratsiooni. Kvalitatiivsed meetodid võivad anda poolkvantitatiivseid tulemusi, kuid neid kasutatakse ainult selleks, et teha kindlaks, kas sisaldus on teatud vahemikust, nt avastamispäärist, mõõtmispäärist või künnisest suurem või väiksem.

PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaluste PCBde piirnormide ja häirekünniste kontrollimiseks söödas võib kasutada sõelumismeetodeid, mis põhinevad analüüsitulemuse võrdlemisel künnisega ja näitavad, kas huvipakkuv kontsentratsioon on ületatud või mitte.

- 2.2. *Poolkvantitatiivsed meetodid* on meetodid, mis näitavad eeldatava analüüdi ligikaudset kontsentratsiooni, kuid numbriline tulemus ei vasta kvantitatiivsete meetodite nõuetele. Neid võidakse kasutada analüüdi kontsentratsioonivahemiku kohta teabe saamiseks, et aidata analüüsijal leida kalibrimisvahemikku järgneva kinnitava analüüsi jaoks ja kvaliteedikontrolliks. Poolkvantitatiivsed meetodid on näiteks järgmised:

- a) bioloogiliste põhimõtete kasutamisele tuginevad meetodid, nagu raku-, retseptor- ja immuunanalüüs (edaspidi „bioanalüütilised meetodid“), mille abil on võimalik avastada vaatlusalused analüüdid, hõlmavad kalibrimiskõverat, näitavad, kas huvipakkuv kontsentratsioon on ületatud või mitte ning võimaldavad esitada tulemuse bioanalüütilistes ekvivalentides (BEQdes), mis näitavad proovi TEQ väärtust;
- b) füüsikalise-keemiline analüüs (nt gaasikromatograafia-massispektromeetria/massispektromeetria (GC-MS/MS) või gaasikromatograafia/madala lahutusvõimega massispektromeetria (GC/LRMS)), mille puhul mõõdetud meetodi täpsusnäitajad ei vasta kvantitatiivse analüüsi nõuetele.

- 2.3. *Kvantitatiivsed meetodid* vastavad kinnitavate meetoditega samadele mõõtetäpsuse, dünaamilise vahemiku ja kordustäpsuse nõuetele. Kvantitatiivseks määramiseks tuleb meetod kinnitava meetodina valideerida.

### 3. Taust

Toksilisekvivalentides (TEQ) väljendatud kontsentratsioonide arvutamiseks korrutatakse üksikute ainete kontsentratsioonid asjaomases proovis vastava toksilisuse ekvivalentfaktoriga (TEF), mille on kindlaks määranud Maailma Terviseorganisatsioon (WHO) ja mis on loetletud käesoleva lisa liites, ning liidetakse seejärel kokku, et saada TEQdes väljendatud dioksiinitaaluste ühendite üldkontsentratsioon.

V lisa B osa kohaldamisel on üksiku analoogi lubatud konkreetne määramispää analüüdi kontsentratsioon sellises prooviekstraktis, mis tekitab seadmes kahe erineva iooni signaali, mida jälgitakse signaali/müra suhtega 3:1 nõrgema signaali puhul ning mis vastab näiteks standardis prEN 16215 (Sööt – dioksiinide ja dioksiinitaaluste PCBde sisalduse määramine gaasikromatograafia/kõrglahutus-massispektromeetria abil (GC/HRMS) ning indikaator-PCBde sisalduse määramine gaasikromatograafia/kõrglahutus-massispektromeetria abil (GC/HRMS)) ja/või EPA-meetodi 1613 versioonis B kirjeldatud tuvastamiskriteeriumidele.

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

Sõelumis- ja kinnitavaid meetodeid saab teatavas materjalis sisalduse kontrollimiseks kasutada vaid juhul, kui meetodid on piisavalt tundlikud, et ainete sisaldust huvipakkuval kontsentratsioonil (häirekünnis või piirnorm) usaldusväärselt kindlaks teha.

(\*\*\*\*\*) Bioanalüütiliste meetoditega ei määrata üksnes TEF-süsteemi kuuluvaid analooge. Prooviekstrakt võib sisaldada muid struktuurilt taoliseid AhR-aktiivseid ühendeid, mis mõjutavad üldist tulemust. Seega ei saa bioanalüütilist tulemust pidada TEQ taseme hinnanguks, pigem on see viide TEQ võimalikule tasemele proovis.

### 4. Kvaliteedi tagamise nõuded

- 4.1. Igas proovivõtu- ja analüüsi etapis tuleb võtta meetmed ristsaastumise vältimiseks.
- 4.2. Proove tuleb säilitada ja transportida säilitamiseks sobivates klaas-, alumiinium-, polüpropüleen- või polüetüleen-nõudes, mis ei mõjuta proovide PCDD/Fide ja dioksiinitaaluste PCBde sisaldust. Paberitolmu jäägid tuleb proovindust eemaldada.

- 4.3. Proove tuleb säilitada ja transportida nii, et söödaproovi koostises ei toimuks muutusi.
- 4.4. Vajaduse korral iga laboriproov jahvatatakse 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.
- 4.5. Tähtis on kontrollida, et reaktiivid, klaasnõud ja seadmed ei mõjutaks TEQdes või BEQdes väljendatud tulemusi.
- 4.6. Tehakse tühikakse, mille puhul läbitakse kõik analüüsietapid ilma proovita.
- 4.7. Bioanalüütiliste meetodite puhul tuleb kontrollida, et ükski analüüsis kasutatav klaasnõu või lahusti ei sisaldaks ühendeid, mis segavad sihtühendite avastamist töövahemikus. Klaasnõud tuleb loputada lahustiga või kuumutada temperatuuril, mis sobib PCDDde/PCDFide, dioksiinitaoliste ühendite ja segavate ühendite jääkide eemaldamiseks selle pinnalt.
- 4.8. Ekstraheeritava proovi suurus peab olema piisav, et see vastaks nõuetele, mida kohaldatakse piisavalt madalas kontsentratsioonivahemikus, sealhulgas huvipakkuval kontsentratsioonil töötamise korral.
- 4.9. Uuritavatest toodetest võetud proovide ettevalmistamiseks kasutatavate konkreetsete meetodite puhul tuleb järgida rahvusvaheliselt tunnustatud juhiseid.

## 5. Nõuded laboritele

- 5.1. Vastavalt määrusele (EÜ) nr 882/2004 peavad laborid olema ISO juhendi 58 kohaselt tegutseva tunnustatud asutuse poolt akrediteeritud, millega tagatakse, et nad kohaldavad analüüsimisel kvaliteeditagamissüsteemi. Laborid akrediteeritakse EN ISO/IEC 17025 standardi kohaselt.
- 5.2. Labori pädevust tuleb tõendada pideva eduka osalemisega laboritevahelistes uuringutes, mida korraldatakse PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse määramiseks asjakohastes söötade materjalides ja kontsentratsioonivahemikes.
- 5.3. Laborid, kes kasutavad proovide tavakontrolliks söelumismeetodeid, teevad nii kvaliteedi kontrollimisel kui ka saastekahtlusega proovide analüüsitulemuste kinnitamisel tihedat koostööd kinnitavat meetodit kasutavate laboritega.

## 6. Dioksiimide (PCDD/PCDFid) ja dioksiinitaoliste PCBde analüüsi puhul esitatavad põhinõuded

- 6.1. *Madala kontsentratsiooniga töövahemik ja madalad mõõtmispiirid*

PCDD/PCDFide tuvastatavad kogused peavad mõne nimetatud ühendi äärmiselt suure toksilisuse tõttu jääma femtogrammi ( $10^{-15}$  g) ülemisse vahemikku. Enamiku PCBde analoogide puhul piisab nanogrammi ( $10^{-9}$  g) täpsusega määramispiirist. Toksilisemate dioksiinitaoliste PCBde analoogide (eriti orto-asendamata analoogide) mõõtmiseks peab töövahemiku alumine osa ulatuma pikogrammi ( $10^{-12}$  g) madalamatele tasemetele. Kõigi muude PCBde analoogide puhul piisab nanogrammi ( $10^{-9}$  g) täpsusega määramispiirist.
- 6.2. *Suur selektiivsus (spetsiifilisus)*
  - 6.2.1. PCDD/PCDFid ja dioksiinitaoliseid PCBsid peab olema võimalik eristada paljudest muudest kaasa ekstraheeruvatest ja segada võivatest ühenditest, mille kontsentratsioon võib vaatlusaluste analüütide kontsentratsiooniga 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 dioksiinitaolist PCBd), muudest analoogidest.
  - 6.2.2. Bioanalüütiliste meetoditega peab olema võimalik tuvastada sihtühendeid PCDD/PCDFide ja/või dioksiinitaoliste PCBde summana. Proove tuleb puhastada, et kõrvaldada ühendid, mis põhjustavad valepositiivseid tulemusi, või ühendid, mis võivad tulemust vähendada, põhjustades valenegatiivseid tulemusi.
- 6.3. *Suur mõõtetäpsus (tõesus ja kordustäpsus, bioanalüüsi näiline saagis)*
  - 6.3.1. GC/MS-meetodite puhul peab määramine andma pädeva hinnangu aine tegeliku kontsentratsiooni kohta proovis. Suur mõõtetäpsus on vajalik, et vältida analüüsitulemuse tagasilükkamist kindlaksmääratud TEQ väärtuse väheses 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).

- 6.3.2. Bioanalüütiliste meetodite puhul määratakse kindlaks bioanalüüsi näiline saagis. Bioanalüüsi näiline saagis tähendab BEQ väärtust, mis arvutatakse 2,3,7,8-tetraklorodibenso-paradioksiini (TCDD) või PCB 126 kalibrimiskõvera alusel, mida korrigeeritakse tühikate põhjal ja mis jagatakse seejärel GC/HRMS-meetodi abil määratud TEQ väärtusega. Sellega püütakse korrigeerida selliseid tegureid nagu PCDD/PCDFide ja dioksiiniaoiliste ühendite kadu ekstraheerimisel ja puhastamisel, kaasa ekstraheeruvad ühendid, mis suurendavad või vähendavad tulemust (agonistlik ja antagonistlik mõju), kalibrimiskõvera võimalik vigasus ning toksilisusfaktori (TEF) ja suhtelise potentsuse (REP) väärtuse erinevus. Bioanalüüsi näiline saagis arvutatakse sobivate etalonproovide alusel, milles representatiivsete analoogide sisaldus ligikaudu vastab ainete sisalduse vahekorrale proovis ja on huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus.
- 6.4. *Valideerimine huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus ja üldised kvaliteedikontrolli meetmed*
- 6.4.1. Labor tõendab valideerimismenetluse ja tavaanalüüsi käigus meetodi tulemuslikkust huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus, nt 0,5-, 1- ja 2-kordsel huvipakkuval kontsentratsioonil, kusjuures variatsioonikordaja peab kordusanalüüsi puhul olema vastuvõetav.
- 6.4.2. 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 analüüsise tulemuslikkus vastab nõuetele.
- 6.5. *Määramispiir*
- 6.5.1. Bioanalüütilise sõelumismeetodi 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 tulemust. Tuleb tõendada, et teatamiskünnis on menetluse tühiproovide väärtusest vähemalt kolm korda erinev ja vastus jääb allapoole töövahemikku. Seepärast arvutatakse see proovide alusel, mis sisaldavad sihtühendeid ligikaudu nõutud miinimumtasandil, mitte signaali-müra suhte või tühikate põhjal.
- 6.5.2. Kinnitava meetodi puhul peab määramispiir olema umbes viiendik huvipakkuvast kontsentratsioonist.
- 6.6. *Analüüsikriteeriumid*
- Kinnitava või sõelumismeetodi abil usaldusväärsete tulemuste saamiseks peab TEQ või BEQ väärtus vastama järgmistele kriteeriumidele, olenemata sellest, kas see määratakse kindlaks TEQ koguväärtusena (PCDD/PCDFide ja dioksiiniaoiliste PCBde summana) või PCDD/PCDFide ja dioksiiniaoiliste PCBde kohta eraldi:

	Sõeluring bioanalüütiliste või füüsikalise-keemiliste meetoditega	Kinnitavad meetodid
Valenegatiivsete tulemuste määr (*)	< 5 %	
Tõesus		- 20 % kuni + 20 %
Korduvus (RSD <sub>r</sub> )	< 20 %	
Laborisisene korratavus (RSD <sub>R</sub> )	< 25 %	< 15 %

(\*) Piinormide puhul.

- 6.7. *Sõelumismeetodite kohta esitatavad erinõuded*
- 6.7.1. Sõeluringuks võib kasutada nii GC/MS-meetodit kui ka bioanalüütilisi meetodeid. GC/MS-meetodite suhtes kohaldatakse punktis 7 sätestatud nõudeid. Rakupõhistele bioanalüütilistele meetoditele esitatavad erinõuded on sätestatud punktis 8.
- 6.7.2. Laborid, kes kasutavad proovide tavakontrolliks sõelumismeetodeid, teevad tihedat koostööd kinnitavat meetodit kasutavate laboritega.
- 6.7.3. Tavaanalüüsise käigus tuleb kontrollida sõelumismeetodi tulemuslikkust analüüsi kvaliteedikontrolli ja meetodi pideva valideerimise teel. Nõuetele vastavate tulemuste kontrolliks peab olema kehtestatud pidev kava.



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

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

#### 6.7.5. Nõuetele vastavate proovide kvaliteedikontroll

Ligikaudu 2–10 % nõuetele vastavatest proovidest tuleb olenevalt proovi materjalist ja labori kogemustest kinnitada GC/HRMS-meetodiga.

#### 6.7.6. Valenegatiivsete tulemuste määra arvutamine kvaliteedikontrolli andmete põhjal

Määratakse, kui suur on valenegatiivsete tulemuste määr, mis on saadud alla- ja ülespoole piirnормi või häiretaset jäävate proovide sõeluuringul. Valenegatiivsete vastuste tegelik määr 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 määr. Valenegatiivsete tulemuste määra hindamiseks vajaliku 20 tulemuse hulka võib arvata ka laboritevahelistes võrdluskatsetes või seoses saastumisega analüüsitud proovide tulemused, milles määratava aine kontsentratsioon ületab piirnормi näiteks kaks korda. Proovid peavad hõlmama levinumaid analoogide kombinatsioone, mis pärinevad eri allikatest.

Kuigi sõeluuringu eelistatav eesmärk on tuvastada häirekünnist ületavad proovid, lähtutakse valenegatiivsete tulemuste määra kindlaksmääramisel piirnормist, võttes arvesse kinnitava meetodi mõõtemääramatust.

#### 6.7.7. Sõelumismeetodil leitud võimalikke nõuetele mittevastavaid proove kontrollitakse alati kinnitava analüüsimeetodiga (GC/HRMS). Neid proove võib kasutada ka valepositiivsete tulemuste osa hindamiseks. Sõelumismeetodite puhul on valepositiivsete tulemuste määr selliste tulemuste osa, mis tunnistatakse GC/HRMS-meetodi abil tehtud kinnitava analüüsiga nõuetele vastavaks, kuigi varasemal sõeluuringul osutus proov nõuetele mittevastavuse kahtlusega prooviks. Sõelumismeetodi eeliste hindamisel tuleb valepositiivse tulemuse andnud proovide arvu siiski võrrelda kontrollitud proovide koguarvuga. See määr peab olema piisavalt madal, et sõelumismeetodit oleks mõtet kasutada.

#### 6.7.8. Bioanalüütilised meetodid peavad vähemalt valideerimistingimuste kohaselt näitama usaldusväärselt, milline on BEQdes arvutatud ja väljendatud TEQ väärtus.

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

### 7. Gc/ms-meetoditele esitatavad erinõuded, mida tuleb täita sõeluuringu või kinnitava analüüsi puhul

#### 7.1. Üldnõuded

12 % niiskusesisaldusega sööda puhul, mille saasteainesisaldus on umbes 1 ng WHO-TEQ/kg toote kohta (PCDD/PCDFide ja dioksiinitaaliste PCBde summa alusel), ei tohi ülemise ja alumise tõkke vahe ületada 20 %. Madalama saastetaseme puhul, nt kui saasteainesisaldus on 0,5 ng WHO-TEQ/kg toote kohta, võib ülemise ja alumise tõkke vahe olla 25–40 %.

#### 7.2. Saagiste kontroll

##### 7.2.1. Analüüsimeetodi valideerimiseks tuleb analüüsimise alguses, näiteks enne ekstraheerimist, lisada <sup>13</sup>C-märgistatud 2,3,7,8-kloorasendatud PCDD/PCDFide sisestandardeid ja <sup>13</sup>C-märgistatud dioksiinitaaliste PCBde sisestandardeid. Iga tetra- kuni oktaaklooritud PCDD/PCDFi homoloogilise rühma kohta ning iga dioksiinitaalise PCB 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 dioksiinitaaliste 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 dioksiinitaaliste PCBde sisestandardit.

- 7.2.2. Suhtelised kaliibrimistegurid tuleb asjakohaseid kaliibrimislahuseid kasutades määrata ka sellistele analoogidele, mille puhul  $^{13}\text{C}$ -märgistatud analoogi ei lisata.
- 7.2.3. 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 valideeritakse sobival viisil olenevalt sellest, millisel analüüsiastmel sisestandardid lisatakse ja kas analüüsitulemused esitatakse toote või rasva kohta.
- 7.2.4. Enne GC/MS analüüsi tuleb lisada üks või kaks saagisestandardit (surrogaatstandardit).
- 7.2.5. Saagist tuleb kontrollida. Kinnitava meetodi puhul peab individuaalse sisestandardi saagis olema vahemikus 60–120 %. Individuaalsete analoogide, eriti mõne hepta- ja oktaklooritud dibensodioksiini ja dibensofuraani puhul on lubatud väiksemad või suuremad saagised, kui nende osa TEQ väärtuses ei ületa 10 % TEQ koguväärtusest (PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa alusel). GC/MS-sõelumismeetodite puhul peab saagis olema vahemikus 30–140 %.
- 7.3. *Segavate ainete eraldamine*
- PCDD/PCDFide eraldatakse segavatest klooritud ühenditest, näiteks muudest kui dioksiinitaolistest PCBdest ja klooritud difenüületritest, sobiva kromatograafilise meetodiga (eelistada tuleks florisil-, alumiiniumksiid- 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 %.
- 7.4. *Kaliibrimine standardkõveraga*
- Kaliibrimiskõvera vahemik peab hõlmama asjakohast huvipakkuvate kontsentratsioonide vahemikku.

## 8. Bioanalüütiliste meetodite kohta esitatavad erinõuded

Bioanalüütilised meetodid on bioloogilistele põhimõtetele tuginevad meetodid, nagu rakupõhine, retseptor- ja immuunanalüüs. Käesolevas punktis 8 sätestatakse bioanalüütilistele meetoditele esitatavad üldnõuded.

Sõelumismeetodiga liigitatakse proov põhimõtteliselt nõuetele vastavaks või nõuetele mittevastavuse kahtlusega prooviks. Selleks võrreldakse arvatud BEQ väärtust läviväärtusega (vt punkt 8.3). Allapoole künnist jäävad proovid tunnistatakse nõuetele vastavaks, künnisega võrdsete või seda ületavate proovide puhul kahtlustatakse nõuetele mittevastavust ja neid tuleb analüüsida kinnitava meetodiga. Praktikas võib kõige sobivamaks künniseks olla BEQ väärtus, mis vastab 2/3 piirnormist ja tagab, et valenegatiivsete tulemuste määr jääb alla 5 % ja valepositiivsete tulemuste määr on vastuvõetav. Kuna PCDD/Fide piirnorm ning PCDD/Fide ja dioksiinitaoliste PCBde summa piirnorm on erinevad, on proovide nõuetelevastavuse kontrollimiseks ilma fraktsioneerimiseta vaja PCDD/Fide jaoks asjakohaseid bioanalüüsi künniseid. Häiretaset ületavate proovide kontrollimisel sobib künniseks asjakohane protsent vastavast huvipakkuvast kontsentratsioonist.

Lisaks võidakse teatavate bioanalüütiliste meetodite puhul määrata töövahemikku jäävatele ja teatamiskünnise ületavatele proovidele BEQdes väljendatud soovituslik sisaldus (vt punktid 8.1.1 ja 8.1.6).

### 8.1. *Analüüsitulemuse hindamine*

#### 8.1.1. Üldnõuded

- Kui kontsentratsioone arvutatakse TCDD kaliibrimiskõvera alusel, iseloomustab kõvera alumise ja ülemise osa väärtusi suur varieeruvus (suur variatsioonikoeffitsient CV). Töövahemik on ala, kus CV on väiksem kui 15 %. Töövahemiku alumine piir (teatamiskünnis) peab olema oluliselt (vähemalt kolm korda) suurem tühikate tulemustest. Töövahemiku ülemine piir esitatakse tavaliselt  $\text{EC}_{70}$  väärtusena (70 % suurimast toimet avaldavast kontsentratsioonist), kuid see on väiksem, kui CV on selles vahemikus suurem kui 15 %. Töövahemik määratakse kindlaks valideerimise käigus. Ka künnised (punkt 8.3) peavad kindlalt jääma töövahemikku.
- Standardlahuseid ja prooviekstrakte analüüsitakse vähemalt kaks korda. Kahekordse analüüsimise korral annab analüüsiv standardlahus või kontrolliekstrakt, mida analüüsitakse neljas kuni kuues üle plaadi jaotatud süvendis, vastuse või kontsentratsiooni suuruse (võimalik ainult töövahemikus), mis põhineb CV-l, mis on väiksem kui 15 %.

#### 8.1.2. *Kaliibrimine*

##### 8.1.2.1. *Kaliibrimine standardkõveraga*

- Proovide dioksiinisaldust võib hinnata, võrreldes analüüsitulemust TCDD (või PCB 126 või PCDD/PCDFi/dioksiinitaolise PCB standardsegu) kaliibrimiskõveraga, et arvutada ekstrakti ja seejärel proovi BEQ väärtus.

- Kaliibrimiskõver peavad hõlmama 8–12 kontsentratsiooni (vähemalt kahe paralleelmõõtmisega), nii et kõvera alumises osas (töövahemikus) on piisavalt kontsentratsioone. Erilist tähelepanu tuleb pöörata regressioonikõvera kvaliteedile töövahemikus. Mittelineaarse regressiooni korral ei ole R2 väärtusest kui sellisest regressiooni kvaliteedi hindamisel eriti või üldse abi. Parem regressioonikõver kõvera töövahemikus saavutatakse arvatud ja mõõdetud sisalduste vahede minimeerimisega (nt ruuthälvete summa minimeerimisega).
- Seejärel korrigeeritakse proovi ekstrakti hinnangulist dioksiinisaldust uuritava materjali/lahusti tühikase 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 representatiivne analoogikombinatsioon vastab umbkaudu huvipakkuvale kontsentratsioonile). Saagise korrigeerimiseks peab näiline saagis alati olema nõutavas vahemikus (vt punkt 8.1.4). Saagise korrigeerimiseks kasutatavad etalonproovid peavad vastama punktis 8.2 sätestatud nõuetele.

#### 8.1.2.2. Kaliibrimine etalonproovide abil

Teise võimalusena võib kasutada vähemalt nelja huvipakkuvale kontsentratsioonile ligikaudu vastava etalonproovi alusel (vt punkt 8.2.4: üks proovimaterjali tühikase ning kolm etalonproovi 0,5-, 1,0- ja 2,0-kordsel huvipakkuval kontsentratsioonil) koostatud kaliibrimiskõverat, mis kõrvaldab vajaduse teha parandid tühikase ja saagise arvestamiseks. Sellisel juhul võib otse nende proovide alusel arvutada analüüsitulemuse, mis vastab 2/3 piinormist (vt punkt 8.3), ja kasutada seda künnisena. Häirekünnist ületavate proovide kontrollimisel on sobivaks künniseks asjakohane protsent neist häirekünnistest.

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

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

#### 8.1.4. Bioanalüüsi näilised saagised

„Bioanalüüsi näiline saagis” arvutatakse sobivate etalonproovide alusel, mille representatiivne analoogide kombinatsioon vastab ligikaudu huvipakkuvale kontsentratsioonile ja seda väljendatakse BEQ väärtuse protsendina TEQ väärtusest. Olenevalt analüüsi liigist ja TEFist (\*\*\*\*\*) võib dioksiinitaoliste PCBde TEF- ja REP-kordajate erinevuse tulemusel dioksiinitaoliste PCBde näiline saagis olla PCDD/PCDFide näilise saagisega võrreldes madal. Seepärast peab PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse eraldi määramise korral bioanalüüsi näiline saagis olema dioksiinitaoliste PCBde puhul 25–60 % 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.

(\*\*\*\*\*) Kehtivad nõuded põhinevad TEFidel, mis on avaldatud artiklis M. Van den Berg et al., *Toxicol Sci* 93 (2), 223–241 (2006).

#### 8.1.5. Saagiste kontroll puhastamisel

Valideerimisel kontrollitakse ühendite kadu puhastamisel. Eri analoogide seguga rikastatud tühiproov (paralleelkatsete arv n on vähemalt 3) puhastatakse ning saagist ja varieeruvust kontrollitakse GC/HRMS-analüüsiga. Saagis peab olema vahemikus 60–120 %, eelkõige nende analoogide puhul, mis moodustavad eri segude TEQ väärtusest rohkem kui 10 %.

#### 8.1.6. 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 tühikase väärtusest oluliselt (vähemalt kolm korda) suurem.

### 8.2. Etalonproovide kasutamine

#### 8.2.1. Etalonproovid peavad esindama proovi materjali, analoogide kombinatsioone ning PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde kontsentratsioonivahemikke, mis umbes vastavad huvipakkuvale kontsentratsioonile.

#### 8.2.2. Igas katseseerias tuleb kasutada tühikatset, eelistatavalt uuritava proovi materjaliga tühikatset ja huvipakkuva kontsentratsiooniga etalonproovi. Neid proove tuleb ekstraheerida ja analüüsida samal ajal ja samades tingimustes. Etalonproovi dioksiinisaldus peab olema selgelt suurem tühiproovi dioksiinisaldusest, mis tõendab, et analüüs on tehtud õigesti. Neid proove võib kasutada tühikatset ja saagist arvestava parandi tegemisel.

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

8.2.4. Selleks et tõendada analüüsi nõuetekohast tulemuslikkust huvipakkuva kontsentratsiooni kontrollimisel huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus, võib lisaks kasutada näiteks 0,5- ja 2-kordsele huvipakkuvale kontsentratsioonile vastavaid etalonproove. Üheskoos võib neid proove kasutada analüüsitava proovide BEQ väärtuste arvutamiseks (vt punkt 8.1.2.2).

### 8.3. Künniste määramine

Tehakse kindlaks BEQdes väljendatud bioanalüütiliste tulemuste ja TEQ väärtustes väljendatud GC/HRMS-analüüsi tulemuste suhe (nt asjakohase proovimaterjaliga tehtud kalibrimiskatsetega, milles kasutatakse etalonproove, mille rikastustasemed on 0, 0,5-, 1- ja 2-kordne piirnorr ja mida korratakse igal tasemel kuus korda ( $n = 24$ )). Selle sõltuvuse alusel saab hinnata (tühiproovi ja saagise) parandid, kuid neid tuleb kontrollida punkti 8.2.2 kohaselt.

Künnised määratakse kindlaks selleks, et otsustada, kas proov vastab piirnorrile, või vajaduse korral häirekünniste kontrolliks, kusjuures asjaomased huvipakuvad kontsentratsioonid on kehtestatud kas PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde jaoks või PCDD/PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summa jaoks. Künnisteks on bioanalüüsi tulemuste (mida on parandatud tühikats ja saagise arvestamiseks) jaotuse *alumine* piir, mis vastab 95 % usaldusväärsusega GC/HRMC-analüüsi (eeldades, et valenegatiivsete tulemuste määr on  $< 5\%$  ja  $RSD_R < 25\%$ ) otsustuspiirile. GC/HRMS otsustuspiir on piirnorr, võttes arvesse mõõtemääramatust.

Praktikas võib künnise (BEQdes) arvutada, kasutades üht punktides 8.3.1, 8.3.2 ja 8.3.3 sätestatud lähenemisi (vt joonis 1).

8.3.1. Künnise määramine 95 % usaldusvahemiku *alumise* piiri kasutamise GC/HRMS-analüüsi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiiri puhul:

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

kus:

$\text{BEQ}_{\text{DL}}$  BEQ, mis vastab GC/HRMS-analüüsi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiirile ja on piirnorr, mille puhul on arvesse võetud mõõtemääramatust

$s_{y,x}$  jääkstandardhälve

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

$m$  kalibrimispunktide koguarv (indeks  $j$ )

$n$  korduste arv igal tasemel

$x_i$  kalibrimispunkti  $i$  GC/HRMS proovi kontsentratsioon (TEQdes)

$\bar{x}$  kõikide kalibrimisproovide keskmine kontsentratsioon (TEQdes)

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

8.3.2. Künnise arvutamine GC/HRMS-analüüsi jaoks kindlaksmääratud otsustuspiiril saastatud proovide korduval analüüsimisel ( $n \geq 6$ ) saadud (tühikats ja saagise arvestamiseks parandatud) bioanalüütiliste tulemuste alusel; künnis on andmete jaotuse *alumine* piir asjaomase keskmise BEQ väärtuse juures:

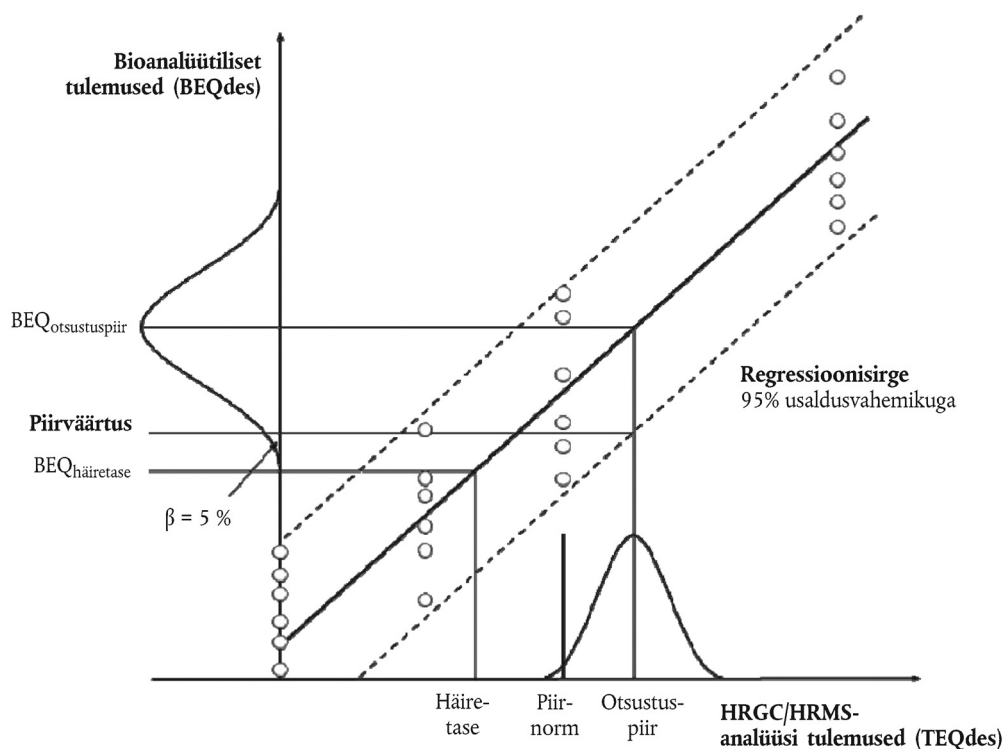
$$\text{künnis} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 * \text{SD}_R$$

kus

$\text{SD}_R$  bioanalüüsi tulemuste standardhälve  $\text{BEQ}_{\text{DL}}$  tasemel, mõõdetud laborisese korratavuse tingimustes

8.3.3. Künnise arvutamine bioanalüütiliste tulemuste keskvaartusena (BEQdes, parandatud tühikats ja saagise arvestamiseks) 2/3 huvipakkuva kontsentratsiooni ulatuses saastatud proovide mitmekordse analüüsimise ( $n \geq 6$ ) alusel (põhineb tähelepanekul, et kõnealune tase vastab umbkaudu punkti 8.3.1 või 8.3.2 alusel kindlaks määratud künnisele):

Joonis 1



Künniste arvutamine 95 % usaldusnivoo juures eeldusel, et valenegatiivsete tulemuste määr < 5 % ja  $RSD_R < 25$  %: 1) 95 % usaldusvahemiku alumise piiri alusel HRGC/HRMSi analüüsi jaoks kindlaks määratud otsustuspiiri juures; 2) HRGC/HRMSi analüüsi jaoks kindlaks määratud otsustuspiiril saastatud proovide mitmekordse analüüsimise ( $n \geq 6$ ) alusel saadud tulemuste jaotuse (joonisel kellukesekujuline kõver) alumise piiri järgi sellekohase keskmise BEQ väärtuse juures.

#### 8.3.4. Künnistele kehtestatud piirangud

BEQ-põhised künnised, mis on arvutatud valideerimise käigus saadud  $RSD_R$  alusel, kasutades piiratud arvu eri proovimaterjalide/analoogide kombinatsioonidega proove, võivad olla kõrgemad kui TEQ-põhised huvipakkuvad kontsentratsioonid, kuna valideerimisel saavutatakse suurem kordustäpsus kui tavaolukorras (kus tuleb kontrollida võimalike analoogide kombinatsioonide tundmatut spektrit). Sellisel juhul võetakse künnise arvutamisel aluseks  $RSD_R = 25$  % või eelistatakse 2/3 huvipakkuvast kontsentratsioonist.

#### 8.4. Tulemuslikkuse näitajad

- 8.4.1. Katseseeriasese ja katseseeriavahelise standardhälbe kohta andmete saamiseks tuleb teha bioanalüütiliste meetodite korduvuskatseid. Korduvus peab olema alla 20 % ja laborisisene korratavus alla 25 %. See peab põhinema arvutatud BEQ väärtustel pärast tühikatse- ja saagiseparandi arvessevõtmist.
- 8.4.2. Valideerimise käigus tõendatakse, et analüüs võimaldab eristada tühiproovi ja künnisele vastavat kontsentratsiooni, mis võimaldab kindlaks teha proovid, milles asjaomane künnis on ületatud (vt punkt 8.1.2).
- 8.4.3. Määratakse kindlaks sihtühendid, võimalikud segavad tegurid ja suurimad lubatud tühikatse väärtused.
- 8.4.4. Ühe prooviekstrakti kolmekordsel määramisel saadud tulemuse (võimalik üksnes töövahemikus) alusel arvutatud standardhälve ei tohi analüüsitulemuses või kontsentratsioonis ületada 15 %.
- 8.4.5. Bioanalüütilise meetodi tulemuslikkuse hindamiseks kindlal ajavahemikul kasutatakse etalonproovi(de) (tühikatse ja huvipakkuv kontsentratsioon) korrigeerimata tulemusi, mis on väljendatud BEQdes
- 8.4.6. Määramismeetodi tühikatse ja iga tüüpi etalonproovide kohta tuleb koostada kvaliteedikontrolli kaardid ja kontrollida, kas analüüsi tulemuslikkus vastab nõuetele; eelkõige on nõutav teatava miinimumerinevuse olemasolu määramismeetodi tühikatse ja töövahemiku alumise piiri vahel ning etalonproovide puhul on nõutav laborisisene korratavus. Määramismeetodi tühikatseid tuleb põhjalikult kontrollida, et vältida valenegatiivsete tulemuste saamist pärast lahutamist.

- 8.4.7. Nõuetele mittevastavuse kahtlusega proovide ja 2–10 % nõuetekohaste proovide (vähemalt 20 proovi iga uuritava materjali kohta) GC/HRMSi analüüsi tulemused tuleb koondada ja kasutada sõelumismeetodi tulemuslikkuse ja BEQ ning TEQ suhte hindamiseks. Neid andmeid võib kasutada tavaproovide suhtes kohaldatavate künniste ümberhindamiseks valideeritud proovimaterjalide jaoks.
- 8.4.8. Meetodi tulemuslikkust võib tõendada ka laboritevahelises võrdluskatsetes osalemisega. Võrdluskatsete käigus analüüsitud proovid hõlmavad nt kuni kahekordse piirnormini ulatuvat kontsentratsioonivahemikku ja nende tulemusi võib kasutada valenegatiivsete tulemuste määra hindamisel, kui labor suudab tõendada oma suutlikkust. Proovid peavad hõlmama levinumaid analoogide kombinatsioone, mis pärinevad eri allikaist.
- 8.4.9. Saastumisjuhtumite korral võidakse künnised ümber hinnata, võttes arvesse asjaomase juhtumi materjali ja analoogide kombinatsioone.

## 9. Tulemuste esitamine

### 9.1. Kinnitavad meetodid

- 9.1.1. 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.
- 9.1.2. Aruandesse tuleb märkida PCDD/PCDFide, dioksiinitaaliste PCBde ja lipiidide ekstraheerimiseks kasutatud meetod.
- 9.1.3. Individuaalsete sisestandardite saagised tuleb esitada juhul, kui saagis jääb väljapoole punktis 7.2.5 nimetatud vahemikku, kui on ületatud piirnormi ja kui sellest teatamist nõutakse.
- 9.1.4. Kuna proovi nõuetelevastavuse hindamisel tuleb arvesse võtta mõõtemääramatust, tuleb esitada ka see näitaja. Seega esitatakse analüüsitulemus järgmisel kujul:  $x \pm U$ , kus  $x$  on analüüsitulemus ja  $U$  on laiendatud mõõtemääramatus, kusjuures arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, mis annab usaldusväärsuse tasemeks 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.
- 9.1.5. Kui mõõtemääramatust võetakse arvesse CCa kaudu (nagu on kirjeldatud punktis 2.2), tuleb see näitaja esitada.
- 9.1.6. Tulemused esitatakse samades ühikutes ja (vähemalt) sama täpsusega nagu on esitatud direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormid.
- 9.2. Bioanalüütilised sõelumismeetodid
- 9.2.1. Sõeluuringu tulemus esitatakse järgmisel kujul: „nõuetele vastav” või „nõuetele mittevastavuse kahtlusega” („kahtlane”).
- 9.2.2. Lisaks sellele võib PCDDde/PCDFide ja/või dioksiinitaaliste PCBde sisalduse esitada BEQdes, mitte TEQdes.
- 9.2.3. Kui arvatud BEQ taseme mõõtemääramatus esitatakse näiteks standardhālvena, peab see põhinema vähemalt proovi kolmekordsel analüüsil, mis iga kord hõlmab ekstraheerimist, puhastamist ja katsetulemuse kindlaksmääramist.
- 9.2.4. Allapoole teatamispiiri jääva tulemusega proovi kohta märgitakse „allpool teatamispiiri”.
- 9.2.5. Aruandes tuleb iga proovimaterjali tüübi kohta esitada huvipakkuv kontsentratsioon, millel hindamine põhineb.
- 9.2.6. Aruandes esitatakse kasutatud analüüsi liik, peamised analüüsimeetodid ja kalibreerimise viis.
- 9.2.7. Aruandes esitatakse PCDD/PCDFide, dioksiinitaaliste PCBde ja lipiidide ekstraheerimiseks kasutatud meetod.

## III PEATÜKK

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

### 1. Kohaldatavad tuvastamismeetodid

Gaasikromatograafia ja elektronhaarde detekteerimine (GC/ECD), gaasikromatograafia ja madala lahutusvõimega massispektromeetria (GC/LRMS), kromatomassispektromeetria (GC/MS-MS), gaasikromatograafia ja kõrglahutusmassispektromeetria (GC/HRMS) või samaväärne meetod.

## 2. Vaatlusaluste analüütide tuvastamine ja kinnitamine

- 2.1. Suhteline retentsiooniaeg, mis vastab sisestandarditele või etalonstandarditele (lubatud hälve +/- 0,25 %).
- 2.2. Kinnitada tuleb 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 seadusliku piinormi piires ning kui tuleb kinnitada nõuetele mittevastavust.

Märkus: sageli koos elueeruvad analoogid on nt PCB 28/31, PCB 52/69 ja PCB 138/163/164. GC/MS-meetodi korral tuleb arvesse võtta tugevamalt klooritud analoogide osakeste võimalikku segavat mõju.

## 2.3. GC/MSi meetodite nõuded

Kontrollida tuleb vähemalt:

- a) HRMSi korral kaht konkreetset iooni;
- b) LRMSi korral kaht konkreetset iooni, mille puhul  $m/z > 200$ , või kolme konkreetset iooni, mille puhul  $m/z > 100$ ;
- c) MS-MS korral üht eellas- ja kaht järglasiooni.

Valitud massifragmentide isotoopkoguste suhte suurimad lubatud hälbed:

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

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

(\*) Ei soovitata kasutada iseloomulikke ioone, mille suhteline intensiivsus on vähem kui 10 % võrreldes sihtiooniga, kuna on olemas piisav arv massifragmente, mille suhteline intensiivsus on üle 10 %.

## 2.4. Nõuded GC/ECD-meetoditele

Tolerantsi ületavaid tulemusi tuleb kinnitada kahe eri polaarsusega statsionaarse faasiga GC kolonniga.

## 3. Meetodi tulemuslikkuse tõendamine

Meetodi tulemuslikkus valideeritakse huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus (0,5- kuni 2-kordsel huvipakkuval kontsentratsioonil); tõendatakse, et korduvalanalüüsi variatsioonikordaja on vastuvõetav (vt vahetäpsuse nõuded, punkt 8).

## 4. Määramispiir

Tühikatsed ei tohi ületada 30 % piinormile vastavast saastetasemest (\*\*\*\*\*).

(\*\*\*\*\*) On väga soovitatav, et reaktiiv tühikatses oleks madal, võrreldes proovis leiduva saasteaine tasemega. Labor on kohustatud kontrollima tühikatses väärtuste muutumist, eriti siis, kui tühikatses väärtus lahutatakse.

## 5. Kvaliteedikontroll

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

## 6. Saagiste kontroll

- 6.1. Kasutatakse sobivaid sisestandardeid, mille füüsikalise-keemilised omadused on võrreldavad vaatlusaluste analüütide omadega.
- 6.2. Sisestandardite lisamine  
Lisamine toodetele (enne ekstraheerimist ja puhastamist).
- 6.3. 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 madalamad või kõrgemad saagised.
- 6.4. 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.
- 6.5. Märgistamata analoogide saagiseid kontrollitakse rikastatud proovide või kvaliteedikontrolli proovidega, mille kontsentratsioonid on huvipakkuva kontsentratsiooni vahemikus. Nende analoogide aktsepteeritavad saagised on 70–120 %.

## 7. 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 akrediteeritakse EN ISO/IEC 17025 standardi kohaselt.

## 8. Tulemuslikkuse näitajad: kuue huvipakkuvale kontsentratsioonile vastava indikaator-pcb summa suhtes kohaldatavad kriteeriumid

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

## 9. Tulemuste esitamine

- 9.1. Selleks et tulemuste aruanne sisaldaks võimalikult palju andmeid ja võimaldaks tulemuste tõlgendamist erinõuete kohaselt, peavad analüüsitulemused, kui kasutatud analüüsimeetod seda võimaldab, hõlmama üksikute PCB analoogide sisaldust ning olema esitatud alumise ja ülemise tõkke ning vaheväärtusena.
- 9.2. Aruandesse tuleb märkida PCBde ja lipiidide ekstraheerimiseks kasutatud meetod.
- 9.3. Individuaalsete sisestandardite saagised tuleb esitada juhul, kui need jäävad väljapoole punktis 6 nimetatud vahemikku, kui on ületatud piirnõrmi ja kui neist teatamist nõutakse.
- 9.4. 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 laiendatud mõõtemääramatus, kusjuures arvutamisel kasutatakse kattetegurit 2, mis annab usaldusväärsuse tasemeks ligikaudu 95 %.
- 9.5. Kui mõõtemääramatust võetakse arvesse CCa kohaldamisega (nagu on kirjeldatud I peatüki punktis 2.1), tuleb see näitaja esitada.
- 9.6. Tulemused tuleb esitada samades ühikutes ja vähemalt sama täpsusega, nagu on esitatud direktiivis 2002/32/EÜ sätestatud piirnormid.”



**KOMISJONI RAKENDUSMÄÄRUS (EL) nr 279/2012,****28. märts 2012,****millega kehtestatakse kindlad impordiväärtused, et määrata kindlaks teatava puu- ja köögivilja hind piiril**

EUROOPA KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

võttes arvesse nõukogu 22. oktoobri 2007. aasta määrust (EÜ) nr 1234/2007, millega kehtestatakse põllumajandusturgude ühine korraldus ning mis käsitleb teatavate põllumajandustoodete erisätteid (ühise turukorralduse ühtne määrus) <sup>(1)</sup>,

võttes arvesse komisjoni 7. juuni 2011. aasta rakendusmäärust (EL) nr 543/2011, millega kehtestatakse nõukogu määruse (EÜ) nr 1234/2007 üksikasjalikud rakenduseeskirjad seoses puu- ja köögiviljasektori ning töödeldud puu- ja köögivilja sektoriga, <sup>(2)</sup> eriti selle artikli 136 lõiget 1,

ning arvestades järgmist:

- (1) Määruses (EL) nr 543/2011 on sätestatud vastavalt mitmepoolsete kaubandusläbirääkimiste Uruguay voozu tulemustele kriteeriumid, mille alusel kehtestab komisjon

kolmandatest riikidest importimisel kõnealuse määruse XVI lisa A osas sätestatud toodete ja ajavahemike kohta kindlad impordiväärtused.

- (2) Iga turustuspäeva kindel impordiväärtus on arvatud rakendusmääruses (EL) nr 543/2011 artikli 136 lõike 1 kohaselt, võttes arvesse päevaandmete erinevust. Seetõttu peaks käesolev määrus jõustuma selle *Euroopa Liidu Teatajas* avaldamise kuupäeval,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

*Artikkel 1*

Käesoleva määruse lisas määratakse kindlaks rakendusmääruse (EL) nr 543/2011 artikliga 136 ette nähtud kindlad impordiväärtused.

*Artikkel 2*

Käesolev määrus jõustub *Euroopa Liidu Teatajas* avaldamise päeval.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 28. märts 2012

Komisjoni nimel  
presidendi eest

põllumajanduse ja maaelu arengu peadirektor  
José Manuel SILVA RODRÍGUEZ

<sup>(1)</sup> ELT L 299, 16.11.2007, lk 1.

<sup>(2)</sup> ELT L 157, 15.6.2011, lk 1.

## LISA

## Kindlad impordiväärtused, et määrata kindlaks teatava puu- ja köögivilja hind piiril

(eurot 100 kg kohta)

CN-kood	Kolmanda riigi kood <sup>(1)</sup>	Kindel impordiväärtus
0702 00 00	CR	49,7
	IL	97,8
	MA	44,7
	TN	54,3
	TR	86,9
	ZZ	66,7
0707 00 05	JO	119,1
	TR	153,9
	ZZ	136,5
0709 91 00	EG	76,0
	ZZ	76,0
0709 93 10	MA	41,8
	TR	123,8
	ZZ	82,8
0805 10 20	BR	35,0
	EG	49,0
	IL	84,5
	MA	49,4
	TN	76,2
	TR	64,7
	ZZ	59,8
0805 50 10	EG	69,3
	TR	51,9
	ZZ	60,6
0808 10 80	AR	87,2
	BR	80,3
	CA	121,1
	CL	98,6
	CN	87,6
	MK	31,8
	US	155,9
	UY	71,6
	ZA	71,9
	ZZ	89,6
	0808 30 90	AR
CL		110,4
CN		68,7
ZA		98,6
ZZ		89,5

<sup>(1)</sup> Riikide nomenklatuur on sätestatud komisjoni määruuses (EÜ) nr 1833/2006 (ELT L 354, 14.12.2006, lk 19). Kood „ZZ” tähistab „muud päritolu”.

**KOMISJONI RAKENDUSMÄÄRUS (EL) nr 280/2012,****28. märts 2012,****millega muudetakse teatavate suhkrosektori toodete suhtes turustusaastaks 2011/2012 rakendusmäärusega (EL) nr 971/2011 kehtestatud tüüpilisi hindu ja täiendavaid impordimakse**

EUROOPA KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

võttes arvesse nõukogu 22. oktoobri 2007. aasta määrust (EÜ) nr 1234/2007, millega kehtestatakse põllumajandusturgude ühine korraldus ning mis käsitleb teatavate põllumajandustoodete erisätteid (ühise turukorralduse ühtne määrus) <sup>(1)</sup>,võttes arvesse komisjoni 30. juuni 2006. aasta määrust (EÜ) nr 951/2006, millega kehtestati nõukogu määruse (EÜ) nr 318/2006 üksikasjalikud rakenduseeskirjad kolmandate riikidega kauplemise suhtes suhkrosektoris, <sup>(2)</sup> eriti selle artikli 36 lõike 2 teise lõigu teist lauset,

ning arvestades järgmist:

- (1) Valge suhkru, toorsuhkru ja teatavate siirupite tüüpilised hinnad ja täiendavad impordimaksud turustusaastaks 2011/2012 on kehtestatud komisjoni rakendusmäärusega (EL) nr 971/2011 <sup>(3)</sup>. Kõnealuseid hindu ja makse on viimati muudetud komisjoni rakendusmäärusega (EL) nr 276/2012 <sup>(4)</sup>.

- (2) Praegu komisjoni käsutuses olevast teabest lähtuvalt tuleks eespool osutatud hindu ja tollimakse muuta määruse (EÜ) nr 951/2006 artikli 36 kohaselt.

- (3) Vajadusest tagada, et kõnealust meetet hakataks kohaldama võimalikult kiiresti pärast ajakohastatud andmete kättesaadavaks tegemist, peaks käesolev määrus jõustuma avaldamise päeval,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

*Artikkel 1*

Määruse (EÜ) nr 951/2006 artiklis 36 osutatud toodetele rakendusmäärusega (EL) nr 971/2011 kehtestatud tüüpilisi hindu ja täiendavaid impordimakse turustusaastaks 2011/2012 muudetakse käesoleva määruse lisa kohaselt.

*Artikkel 2*

Käesolev määrus jõustub Euroopa Liidu Teatajas avaldamise päeval.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 28. märts 2012

*Komisjoni nimel  
presidendi eest*

*põllumajanduse ja maaelu arengu peadirektor*

José Manuel SILVA RODRÍGUEZ

<sup>(1)</sup> ELT L 299, 16.11.2007, lk 1.

<sup>(2)</sup> ELT L 178, 1.7.2006, lk 24.

<sup>(3)</sup> ELT L 254, 30.9.2011, lk 12.

<sup>(4)</sup> ELT L 90, 28.3.2012, lk 19.

## LISA

**Valge suhkru, toorsuhkru ja CN-koodi 1702 90 95 alla kuuluvate toodete muudetud tüüpilised hinnad ja täiendavad impordimaksud, mida kohaldatakse alates 29. märtsist 2012**

(eurodes)

CN-kood	Tüüpiline hind kõnealuse toote 100 kg netomassi kohta	Täiendav imporditollimaks kõnealuse toote 100 kg netomassi kohta
1701 12 10 <sup>(1)</sup>	43,14	0,00
1701 12 90 <sup>(1)</sup>	43,14	1,67
1701 13 10 <sup>(1)</sup>	43,14	0,00
1701 13 90 <sup>(1)</sup>	43,14	1,96
1701 14 10 <sup>(1)</sup>	43,14	0,00
1701 14 90 <sup>(1)</sup>	43,14	1,96
1701 91 00 <sup>(2)</sup>	47,89	3,10
1701 99 10 <sup>(2)</sup>	47,89	0,00
1701 99 90 <sup>(2)</sup>	47,89	0,00
1702 90 95 <sup>(3)</sup>	0,48	0,23

<sup>(1)</sup> Kindlaksmääratud hind määruse (EÜ) nr 1234/2007 IV lisa III punktis määratletud standardkvaliteedi puhul.

<sup>(2)</sup> Kindlaksmääratud hind määruse (EÜ) nr 1234/2007 IV lisa II punktis määratletud standardkvaliteedi puhul.

<sup>(3)</sup> Kindlaksmääratud hind 1 % sahharoosisalduse puhul.

## OTSUSED

## EUROOPA KESKPANGA OTSUS,

21. märts 2012,

**millega muudetakse otsust EKP/2011/25 täiendavate ajutiste meetmete kohta seoses eurosüsteemi refinantseerimisoperatsioonide ja tagatise kõlblikkusega****(EKP/2012/4)**

(2012/180/EL)

EUROOPA KESKPANGA NÕUKOGU,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut, eelkõige selle artikli 127 lõike 2 esimest taanet,

võttes arvesse Euroopa Keskpankade Süsteemi ja Euroopa Keskpanka põhikirja (edaspidi „EKPSi põhikirj“), eelkõige selle artikli 3.1 esimest taanet ja artiklit 18.2,

ning arvestades järgmist:

- (1) EKPSi põhikirja artikli 18.1 kohaselt võivad Euroopa Keskpank (EKP) ja liikmesriikide, mille rahühik on euro, keskpangad (edaspidi „RKPd“) teha krediit tehinguid krediitiasutustega ja muude turul osalejatega, kui laen on piisavalt tagatud. Tagatiskõlblikkuse kriteeriumid eurosüsteemi rahapoliitika operatsioonide jaoks on sätestatud 20. septembri 2011. aasta suunises EKP/2011/14 (eurosüsteemi rahapoliitika instrumentide ja menetluste kohta) <sup>(1)</sup> I lisas (edaspidi „ülddokumentatsioon“).
- (2) RKPd ei peaks olema kohustatud eurosüsteemi laenuoperatsioonide tagatisena vastu võtma kõlblikke pangavõlakirju, mille on taganud liikmesriik seoses Euroopa Liidu / Rahvusvahelise Valuutafondi programmiga või liikmesriik, kelle reiting jääb alla eurosüsteemi läve, mis kehtestab kõrgete krediitstandardite miinimumnõude.
- (3) Seda meedet võib kohaldada ajutiselt. Meede tuleks kehtestada, muutes 14. detsembri 2011. aasta otsust EKP/2011/25 täiendavate ajutiste meetmete kohta seoses eurosüsteemi refinantseerimisoperatsioonide ja tagatise kõlblikkusega <sup>(2)</sup>,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA OTSUSE:

*Artikkel 1***Muudatus**

Otsusesse EKP/2011/25 lisatakse järgmine artikkel 4a:

*„Artikkel 4a***Teatavate valitsuse poolt tagatud pangavõlakirjade vastuvõtmine**

1. RKPd ei ole kohustatud eurosüsteemi laenuoperatsioonide tagatisena vastu võtma kõlblikke pangavõlakirju, mille on taganud liikmesriik seoses Euroopa Liidu / Rahvusvahelise Valuutafondi programmiga või liikmesriik, kelle reiting ei vasta eurosüsteemi lävele, mis kehtestab kõrgete krediitstandardite miinimumnõude turukõlblike varade emitentide ja garantide osas vastavalt ülddokumentatsiooni punktidele 6.3.1 ja 6.3.2.
2. RKPd teavitavad EKP nõukogu iga kord, kui nad otsustavad lõikes 1 kirjeldatud väärtpapereid tagatisena mitte vastu võtta.”

*Artikkel 2***Jõustumine**

Käesolev otsus jõustub 23. märtsil 2012.

Frankfurt Maini ääres, 21. märts 2012

*EKP president*  
Mario DRAGHI

<sup>(1)</sup> ELT L 331, 14.12.2011, lk 1.

<sup>(2)</sup> ELT L 341, 22.12.2011, lk 65.

## IV

(EÜ asutamislepingu, ELi lepingu ja Euratomi asutamislepingu kohaselt enne 1. detsembrist 2009 vastu võetud aktid)

**Iirimaa avaldus seoses nõukogu raamotsusega 2008/909/JSK vastastikuse tunnustamise põhimõtte kohaldamise kohta kriminaalasjades tehtud otsuste suhtes, millega määratakse vabadusekaotuslikud karistused või vabadust piiravad meetmed, nende Euroopa Liidus täideviimise eesmärgil**

**Iirimaa avaldus raamotsuse artikli 7 kohta**

Iirimaa teatab kooskõlas artikli 7 lõikega 4, et ta ei kohalda pärast nimetatud raamotsuse jõustumist artikli 7 lõiget 1.

**Iirimaa avaldus raamotsuse artikli 28 kohta**

Kooskõlas artikli 28 lõikega 2 teatab Iirimaa, et kui lõplik kohtuotsus on tehtud enne raamotsuse jõustumise kuupäeva, jätkab Iirimaa väljaandja- ja täidesaatva riigina süüdimõistetud isikute üleandmist käsitlevate kehtivate õigusaktide kohaldamist, mis olid kohaldatavad enne nimetatud raamotsuse jõustumist.

---



## Tellimishinnad aastal 2012 (ilma käibemaksuta, sisaldavad tavalise saatmise kulusid)

<i>Euroopa Liidu Teataja</i> L- ja C-seeria väljaanne ainult paberkandjal	ELi 22 ametlikus keeles	1 200 eurot aastas
<i>Euroopa Liidu Teataja</i> L- ja C-seeria paberkandjal + DVD-l aastane väljaanne	ELi 22 ametlikus keeles	1 310 eurot aastas
<i>Euroopa Liidu Teataja</i> L-seeria väljaanne ainult paberkandjal	ELi 22 ametlikus keeles	840 eurot aastas
<i>Euroopa Liidu Teataja</i> L- ja C-seeria igakuiselt ja kumulatiivselt DVD-l	ELi 22 ametlikus keeles	100 eurot aastas
<i>Euroopa Liidu Teataja</i> lisa (S-seeria – avalikud hanked ja pakkumismenetlused) kord nädalas DVD-l	mitmekeelne: ELi 23 ametlikus keeles	200 eurot aastas
<i>Euroopa Liidu Teataja</i> C-seeria – värbamiskonkursid	konkursside keeled	50 eurot aastas

*Euroopa Liidu Teatajat* saab tellida Euroopa Liidu 22 ametlikus keeles. Teataja on jaotatud L-seeriaks (õigusaktid) ja C-seeriaks (teave ja teatised).

Iga keeleversioon tuleb tellida eraldi.

Vastavalt nõukogu määrusele (EÜ) nr 920/2005, mis avaldati ELTs L 156 18. juunil 2005 ja milles sätestatakse, et Euroopa Liidu institutsioonid ei ole ajutiselt kohustatud koostama ja avaldama kõiki õigusakte iiri keeles, müüakse ELT iirikeelseid väljaandeid eraldi.

*Euroopa Liidu Teataja* lisa (S-seeria – avalikud hanked ja pakkumismenetlused) tellimus sisaldab kõiki 23 keeleversiooni ühel mitmekeelsel DVD-l.

Soovi korral saab koos *Euroopa Liidu Teataja* tellimusega mitmesuguseid *Euroopa Liidu Teataja* kaasandeid. Kaasannete ilmumisest teavitatakse tellijaid teadaande vahendusel, mis avaldatakse *Euroopa Liidu Teatajas*.

## Müük ja tellimused

Erinevate tasuliste perioodikaväljaannete tellimusi, k.a *Euroopa Liidu Teataja* tellimust, saab vormistada meie edasimüüjate kaudu. Edasimüüjate nimekiri on kättesaadav järgmisel veebilehel:

[http://publications.europa.eu/others/agents/index\\_et.htm](http://publications.europa.eu/others/agents/index_et.htm)

**EUR-Lexi (<http://eur-lex.europa.eu>) kaudu pakutakse otsest ja tasuta juurdepääsu Euroopa Liidu õigusaktidele. Nimetatud veebilehel saab tutvuda *Euroopa Liidu Teatajaga* ning ka lepingute, õigusaktide, kohtupraktika ja ettevalmistatavate õigusaktidega.**

**Lisateavet Euroopa Liidu kohta saab veebilehelt <http://europa.eu>**



**Euroopa Liidu Väljaannete Talitus**  
2985 Luxembourg  
LUKSEMBURG

**ET**