

KOMISIJOS REGLAMENTAS (EB) Nr. 1883/2006**2006 m. gruodžio 19 d.****nustatantis oficialios dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolės ėminių ėmimo ir analizės metodus****(Tekstas svarbus EEE)**

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 2004 m. balandžio 29 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (EB) Nr. 882/2004 dėl oficialios kontrolės, kuri atliekama siekiant užtikrinti, kad būtų įvertinama, ar laikomasi pašarus ir maistą reglamentuojančių teisės aktų, gyvūnų sveikatos ir gerovės taisyklių ⁽¹⁾, ypač į jo 11 straipsnio 4 dalį,

kadangi:

- (1) 2006 m. gruodžio 19 d. Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006, nustatančiame didžiausias leistinas tam tikrų teršalų maisto produktuose koncentracijas ⁽²⁾, numatomos didžiausios leistinos dioksinų bei furanų ir dioksinų, furanų bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracijos tam tikruose maisto produktuose.
- (2) 2002 m. liepos 30 d. Komisijos direktyvoje 2002/69/EB, nustatančioje ėminių ėmimo ir analizės metodus vykdant oficialią dioksinų kontrolę ir nustatant dioksinų tipo PCB koncentraciją maisto produktuose ⁽³⁾, pateikiamos specialios nuostatos dėl vykdant oficialią kontrolę taikytinų ėminių ėmimo ir analizės metodų.
- (3) Kad būtų galima taikyti naujas didžiausias leistinas dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracijas, reikia iš dalies pakeisti Direktyvą 2002/69/EB. Aiškumo sumetimais yra tikslinga Direktyvą 2002/69/EB pakeisti šiuo reglamentu.
- (4) Siekiant įgyvendinti Reglamentą (EB) Nr. 1881/2006, šiame reglamente išdėstytos nuostatos taikomos tik dioksinų ir dioksinų tipo PCB ėminių ėmimo ir analizės metodams ir nėra nesusijusios su ėminių ėmimo strategija, lygmeniu ir dažniu, apibrėžtais 1996 m. balandžio

29 d. Tarybos direktyvos 96/23/EB dėl kai kurių medžiagų ir jų likučių gyvuose gyvūnuose ir gyvūninės kilmės produktuose monitoringo priemonių, panaikinančios Direktyvas 83/358/EEB ir 86/469/EEB bei Sprendimus 89/187/EEB ir 91/664/EEB ⁽⁴⁾, III ir IV prieduose. Jose nenagrinėjami tikslinio ėminių ėmimo kriterijai, nustatyti 1998 m. vasario 23 d. Komisijos sprendimu 98/179/EB, nustatančiu išsamias mėginių, skirtų tam tikrų medžiagų ir jų likučių gyvuose gyvūnuose ir gyvūninės kilmės produktuose monitoringui vykdyti, oficialaus ėmimo taisykles ⁽⁵⁾.

- (5) Atsirenkant ėminius su didele dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracija, turėtų būti naudojamas atrankinis analizės metodas taikant įrodytus, plačiai įsitvirtinčius ir naudojamus patikros būdus. Reikia, kad dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracija šiuose ėminiuose būtų nustatyta patvirtinamuoju analizės metodu. Todėl tikslinga nustatyti griežtus reikalavimus patvirtinamiesiems analizės metodams ir minimalius reikalavimus atrankos metodui.
- (6) Būtina apibrėžti labai didelių žuvų ėminių ėmimo metodą, siekiant suderinti jį visoje Bendrijoje.
- (7) To pačio regiono kilmės tos pačios rūšies žuvų dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos gali skirtis priklausomai nuo žuvies dydžio ir amžiaus. Be to, dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracija įvairiose žuvies dalyse gali būti nevienoda. Todėl būtina apibrėžti žuvų ėminių ėmimo ir ėminių ruošimo metodą, siekiant suderinti jį visoje Bendrijoje.
- (8) Taip pat labai svarbu, kad analizės rezultatai būtų vienodai skelbiami ir interpretuojami, užtikrinant harmoningą įgyvendinimą Bendrijos mastu.
- (9) Šiame reglamente nustatytos priemonės atitinka Maisto grandinės ir gyvūnų sveikatos nuolatinio komiteto nuomonę.

⁽¹⁾ OL L 165, 2004 4 30, p. 1. Reglamentas su pakeitimais, padarytais Komisijos reglamentu (EB) Nr. 776/2006 (OL L 136, 2006 5 24, p. 3).

⁽²⁾ Žr. šio Oficialiojo leidinio p. 5.

⁽³⁾ OL L 209, 2002 8 6, p. 5. Direktyva su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 2004/44/EB (OL L 113, 2004 4 20, p. 17).

⁽⁴⁾ OL L 125, 1996 5 23, p. 10. Direktyva su paskutiniais pakeitimais, padarytais Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 882/2004 (OL L 165, 2004 4 30, p. 1).

⁽⁵⁾ OL L 65, 1998 3 5, p. 31. Sprendimas su pakeitimais, padarytais 2003 m. Stojimo aktu.

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Oficialios dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 skirsnyje, kontrolės ėminiai imami taikant šio reglamento I priede nustatytus metodus.

2 straipsnis

Oficialios dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 skirsnyje, kontrolės ėminiai ruošiami

ir analizuojami taikant šio reglamento II priede nustatytus metodus.

3 straipsnis

Direktyva 2002/69/EB panaikinama. Nuorodos į panaikintą direktyvą laikomos nuorodomis į šį reglamentą.

4 straipsnis

Šis reglamentas įsigalioja dvidešimtą dieną po jo paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Jis taikomas nuo 2007 m. kovo 1 d.

Šis reglamentas yra privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje, 2006 m. gruodžio 19 d.

Komisijos vardu
Markos KYPRIANOU
Komisijos narys

I PRIEDAS

OFICIALIOS DIOKsinŲ (PCDD/PCDF) IR DIOKsinŲ TIPO PCB KONCENTRACIJOS TAM TIKRUOSE MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĖS ĖMINIŲ ĖMIMO METODAI

1. TAIKYMO SRITIS

Oficialios dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose kontrolės ėminiai imami pagal toliau šiame priede aprašytus metodus. Taip gauti jungtiniai ėminiai laikomi reprezentatyviais siuntų arba jų dalių, iš kurių jie yra paimti, ėminiais. Pagal gautas laboratorinių ėminių koncentracijas sprendžiama, ar jos atitinka Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytas didžiausias leistinas tam tikrų maisto produktų teršalų koncentracijas.

2. SAŲOKŲ APIBRĖŽTYS

Siunta: identifikuojamas kiekis vienu metu pristatytų maisto produktų, turinčių, kaip nustato pareigūnas, bendrų savybių, pvz., vienodą kilmę, rūšį, pakuotės tipą, tą patį pakuotoją, siuntėją arba vienodus žymenis. Jei tai žuvis ar žuvininkystės produktai, žuvų dydis turi būti panašus. Jei žuvis dydis ir (arba) masė nėra panašūs, partija vis tiek gali būti laikoma siunta, tik reikia taikyti tam tikrą ėminių ėmimo procedūrą.

— Siuntos dalis: nustatyta didelės siuntos dalis, kuriai turi būti taikomas ėminių ėmimo metodas. Kiekviena siuntos dalis turi būti fiziškai atskirta ir identifikuojama.

— Pavienis ėminys: medžiagos kiekis, paimtas iš siuntos arba jos dalies vienos vietos.

— Jungtinis ėminys: visų siuntos arba jos dalies pavienių ėminių suminis kiekis.

— Laboratorinis ėminys: laboratorijai skirta reprezentatyvi jungtinio ėminio dalis (kiekis).

3. BENDROSIOS NUOSTATOS

3.1. **Personalas**

Ėminius ima valstybės narės paskirtas įgaliotas asmuo.

3.2. **Medžiaga, iš kurios imami ėminiai**

Iš kiekvienos tirtinos siuntos arba jos dalies ėminiai turi būti imami atskirai.

3.3. **Būtinios atsargumo priemonės**

Imant ir ruošiant ėminius reikia laikytis atsargumo priemonių, siekiant išvengti bet kokių pokyčių, kurie vėliau galėtų pakeisti dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentraciją, neigiamai veiktų analizinę nustatymą arba dėl kurių jungtiniai ėminiai taptų nereprezentatyvūs.

3.4. **Pavieniai ėminiai**

Pavieniai ėminiai turi būti imami, kiek tai įmanoma, iš įvairių siuntos arba jos dalies vietų. Jeigu šios tvarkos nesilaikoma, šį faktą reikia užregistruoti, kaip numatyta šio priedo 3.8 dalyje.

3.5. **Jungtinio ėminio ruošimas**

Jungtinis ėminys sudaromas sudėjus pavienius ėminius. Jo masė turi būti bent 1 kg, išskyrus atvejus, kai tai neįmanoma, pvz., jeigu ėminį sudaro viena pakuotė.

3.6. **Kartotiniai ėminiai**

Kartotiniai ėminiai, imami teisės aktų vykdymo, gynybos ir kreipimosi į arbitražą (arbitražo) tikslais, turi būti imami iš homogenizuoto jungtinio ėminio, jeigu tokia procedūra neprieštaruoja maisto verslo subjektų teises reglamentuojančioms valstybių narių taisyklėms. Analizei vykdyti skirto laboratorinio ėminio turi pakakti bent dviem kartotinėms analizėms.

3.7. Ėminių pakavimas ir vežimas

Kiekvienas ėminys dedamas į švarią, iš inertiškos medžiagos pagamintą talpyklą, tinkamai apsaugančią nuo užteršimo, analitės praradimo dėl adsorbcijos ant vidinių sienelių ir pakenkimo vežant. Reikia laikytis visų atsargumo priemonių, kad laikant arba vežant ėminį nepakistų jo sudėtis.

3.8. Ėminių plombavimas ir ženklėjimas

Kiekvienas oficialiai kontrolei skirtas ėminys plombuojamas jo ėmimo vietoje ir identifikuojamas laikantis valstybių narių taisyklių.

Kiekvienas ėminių paėmimo atvejis turi būti registruojamas, kad būtų galima vienareikšmiškai identifikuoti siuntą, nurodant ėminio paėmimo datą bei vietą ir kitą informaciją, galinčią padėti analizę atliekančiam asmeniui.

4. ĖMINIŲ ĖMIMO PLANAI

Taikant ėminių ėmimo metodą būtina užtikrinti, kad jungtinis ėminys atitiktų kontroliuojamą siuntą (siuntos dalį).

4.1. Siuntų dalijimas į dalis

Didelės siuntos yra dalijamos į dalis, jei jos gali būti atskirtos fiziškai. Jeigu produktai parduodami nesupakuoti didelėmis partijomis (pvz., augalinis aliejus), reikėtų taikyti 1 lentelę. Kitiems produktams taikoma 2 lentelė. Atsižvelgiant į tai, kad siuntos masė ne visuomet yra tikslus siuntos dalių masių kartotinis, siuntos dalies masė gali būti didesnė už nurodytą masę ne daugiau kaip 20 %.

1 lentelė

Produktų, kurie parduodami nesupakuoti, siuntų dalijimas į dalis

Siuntos masė (t)	Siuntos dalių masė arba skaičius
≥ 1 500	500 tonų
> 300 ir < 1 500	3 siuntos dalys
≥ 50 ir ≤ 300	100 tonų
< 50	—

2 lentelė

Kitų produktų siuntų dalijimas į dalis

Siuntos masė (t)	Siuntos dalių masė arba skaičius
≥ 15	15–30 tonų
< 15	—

4.2. Pavienių ėminių skaičius

Jungtinio ėminio, apimančio visus pavienius ėminius, masė turi būti bent 1 kg (žr. šio priedo 3.5 dalį).

Mažiausias pavienių ėminių, kuriuos reikia paimti iš siuntos arba jos dalies, skaičius yra nurodytas 3 ir 4 lentelėse.

Skystų pilstomų produktų siunta arba jos dalis turi būti kiek galima geriau išmaišoma rankiniu arba mechaniniu būdu iš karto prieš ėminių ėmimą taip, kad nenukentėtų produkto kokybė. Tuomet galima numanyti, kad toje siuntoje arba jos dalyje teršalai yra pasiskirstę tolygiai. Todėl iš siuntos arba jos dalies pakanka paimti tris pavienius ėminius, sudarysiančius jungtinį ėminį.

Pavienių ėminių masė turi būti panaši. Pavienio ėminio masė turi būti bent 100 gramų.

Jeigu šios tvarkos nesilaikoma, šį faktą būtina užregistruoti, kaip numatyta šio priedo 3.8 dalyje. Pagal 1997 m. spalio 27 d. Komisijos sprendimą 97/747/EB, nustatantį mėginių kiekį ir jų ėmimo dažnumą, numatyta Tarybos direktyvoje 96/23/EB dėl kai kurių medžiagų ir jų likučių tam tikruose gyvūninės kilmės produktuose kontroliavimo ⁽¹⁾, vištų kiaušinių jungtinio ėminio dydis yra bent 12 kiaušinių (nepakuotų siuntų, taip pat siuntų, sudarytų iš atskirų pakuočių, žr. 3 ir 4 lenteles).

⁽¹⁾ OL L 303, 1997 11 6, p. 12.

3 lentelė

Mažiausias iš vienos siuntos arba jos dalies imtinų pavienių ėminių skaičius

Siuntos ir (arba) jos dalies masė arba tūris (l arba kg)	Mažiausias imtinų pavienių ėminių skaičius
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Jei siuntą arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės arba vienetai, pakuočių arba vienetų skaičius, kuriuos reikia paimti norint sudaryti jungtinį ėminį, pateikiamas 4 lentelėje.

4 lentelė

Pakuočių arba vienetų (pavienių ėminių), imamų jungtiniam ėminiui sudaryti, skaičius, jei siuntą arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės

Siuntos ir (arba) jos dalies pakuočių arba vienetų skaičius	Imtinų pakuočių arba vienetų skaičius
1–25	bent 1 pakuotė arba vienetas
26–100	apie 5 %, ne mažiau kaip 2 pakuotės arba vienetai
> 100	apie 5 %, ne daugiau kaip 10 pakuočių arba vienetų

4.3. Sveikų panašaus dydžio ir masės žuvų siuntų ėminių ėmimo specialios nuostatos

Žuvų dydis ir masė laikomi panašiais, jei dydžio ir masės skirtumas nesiekia 50 %.

Iš siuntos imtinų pavienių ėminių skaičius pateiktas 3 lentelėje. Jungtinio ėminio, apimančio visus pavienius ėminius, masė turi būti bent 1 kg (žr. 3.5 dalį).

- Jei siuntą, kurios ėminius reikia imti, sudaro mažos žuvys (vienos žuvies masė mažesnė nei 1 kg), kaip pavienius ėminius jungtiniam ėminiui gauti imama visa žuvis. Jei gauto jungtinio ėminio masė yra didesnė kaip 3 kg, pavienius ėminius gali sudaryti jungtiniam ėminiui imamos žuvies vidurinioji dalis, sverianti bent 100 g. Ėminiui homogenizuoti naudojama visa dalis, kuriai taikoma didžiausia leistina koncentracija.

Vidurinioji žuvies dalis yra apie svorio centrą. Dažniausiai ji yra ties nugaros peleku (jei žuvis turi nugaros peleką) arba yra viduryje tarp žiaunų ir šalinamosios angos.

- Jei siuntą, kurios ėminius reikia imti, sudaro didesnės žuvys (vienos žuvies masė didesnė kaip 1 kg), pavienį ėminį sudaro žuvies vidurinioji dalis. Kiekvienas pavienis ėminys sveria bent 100 g.

Jeigu žuvis yra tarpinio dydžio (apie 1–6 kg), pavienį ėminį sudaro gabalas iš vidurinėsios žuvies dalies nuo nugarkaulio iki pilvo.

Jeigu žuvis yra labai didelės (t. y. jų masė viršija 6 kg), pavienis ėminys imamas iš vidurinėsios žuvies dalies dešinėsios pusės (žiūrint iš priekio) nugaros šoninio raumens mėsos. Jeigu imant tokį gabalą iš vidurinėsios žuvies dalies būtų padaryti dideli ekonominiai nuostoliai, galima laikyti, kad, neatsižvelgiant į siuntos dydį, pakanka paimti tris bent 350 g masės pavienius ėminius arba pasirinktinai vienos žuvies tokios pačios masės dalį iš raumenų arti uodegos dalies esančios mėsos ir arti galvos dalies esančios raumenų mėsos, norint sudaryti sveikos žuvies reprezentatyvų dioksinų koncentracijos pavienį ėminį.

4.4. Skirtingo dydžio ir (arba) masės sveikų žuvų siuntų ėminių ėmimas

- Taikomos 4.3 dalies nuostatos dėl ėminio sudarymo.
- Jeigu dominuoja tam tikras dydis arba svorio klasė (kategorija) (maždaug 80 % siuntos arba daugiau), ėminys imamas iš žuvų, kurių dydis arba masė dominuoja. Šis ėminys laikytinas visai siuntai tipišku ėminiu.
- Jeigu ypatingo dominuojančio dydžio arba svorio klasės (kategorijos) nėra, reikia užtikrinti, kad ėminiui atrinktos žuvis būtų tipiškos partijai. Konkrečios tokiems atvejams skirtos gairės pateikiamos dokumente „Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight“⁽¹⁾.

4.5. Ėminių ėmimas mažmeninės prekybos tarpsniu

Jeigu įmanoma, maisto produktų ėminiai mažmeninės prekybos tarpsniu turi būti imami vadovaujantis šio priedo 4.2 dalies ėminių ėmimo nuostatomis.

Jei tai neįmanoma, mažmeninės prekybos tarpsniu galima taikyti alternatyvų ėminių ėmimo metodą, jei juo užtikrinamas pakankamas siuntos arba jos dalies, iš kurių imami ėminiai, reprezentatyvumas.

5. PAŠARŲ GAMYBOS PARTIJOS AR JOS DALIES ATITIKTIS SPECIFIKACIJOMS

Siunta yra priimama, jei atskiros analizės rezultatas yra ne didesnis kaip atitinkama didžiausia leistina dioksinų, dioksinų ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracija, nustatyta Reglamente (EB) Nr. 1881/2006, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Siunta neatitinka didžiausios leistinos Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos koncentracijos, jeigu po analizės gauta viršutinė riba⁽²⁾, patvirtinta kartotine analize⁽³⁾, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį be pagrįstos abejonės viršija didžiausią leistiną koncentraciją.

Atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį galima taikant vieną šių metodų:

- apskaičiuoti išplėstąją neapibrėžtį taikant atsargos koeficientą 2, kuris užtikrina maždaug 95 % patikimumo lygį. Siunta arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu iš įvertintos vertės atėmus U gautas skaičius viršija leistiną ribą. Atskirai nustatant dioksinus ir dioksinų tipo PCB, dioksinų ir dioksinų tipo PCB sumai apibrėžti reikia remtis išplėstosios neapibrėžties suma, gauta atliekant atskirą dioksinų ir dioksinų tipo PCB analizę,
- nustatyti sprendimo ribą (CCa), taikant 2002 m. rugpjūčio 12 d. Komisijos sprendimo 2002/657/EB dėl Tarybos direktyvos 96/23/EB nuostatų dėl analizės metodų tinkamumo ir rezultatų aiškinimo įgyvendinimo⁽⁴⁾ nuostatas (priedo 3.1.2.5 punktą – medžiagų, turinčių nustatytą leidžiamą koncentraciją, atvejis). Laikoma, kad siunta arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu įvertinta vertė yra lygi CCa arba ją viršija.

Šios interpretavimo taisyklės taikomos analizės rezultatui, kuris gaunamas vykdant oficialią ėminio kontrolę. Atliekant analizę gynybos ar arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

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

⁽²⁾ Sąvoka „viršutinė riba“ taikoma, kai struktūrinių analogų nustatymo ribos naudojamos vertinant kiekvieno kiekybiškai nenustatyto struktūrinio analogo indėlį į suminį toksiškumo ekvivalentą (TE).

Pagal „apatinės ribos“ sąvoką kiekvieno kiekybiškai neįvertinto giminingo junginio indėlis į TE prilyginamas nuliui.

Pagal „vidurinės ribos“ sąvoką kiekvieno kiekybiškai neįvertinto giminingo junginio indėlis į TE prilyginamas pusei kiekybinio nustatymo ribinės vertės.

⁽³⁾ Kartotinė analizė yra būtina norint atmesti galimybę, kad ėminyje įvyko kryžminis užteršimas arba kad ėminiai buvo netyčia sumaišyti. Remiantis pirma analize, kurią atliekant atsižvelgta į matavimo neapibrėžtį, vertinamas reikalavimų atitikimas.

Jeigu analizė atliekama dėl įvykusio užteršimo dioksinais, patvirtinimas kartotine analize nėra būtinas, jei galima atsekti, kad analizei paimti ėminiai yra susiję su įvykusiu užteršimu dioksinais.

⁽⁴⁾ OL L 221, 2002 8 17, p. 8. Sprendimas su pakeitimais, padarytais Sprendimu 2004/25/EB (OL L 6, 2004 1 10, p. 38).

II PRIEDAS

ĖMINIŲ RUOŠIMAS IR ANALIZĖS VYKDANT OFICIALIĄ DIOKSIŲ (PCDD/PCDF) IR DIOKSIŲ TIPO PCB KONCENTRACIJOS TAM TIKRUOSE MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĘ METODŲ REIKALAVIMAI

1. TAIKYMO SRITIS

Šiame priede nurodyti reikalavimai turi būti taikomi tada, kai maisto produktai tiriami vykdant oficialią dioksinų (polichlorintų dibenzo-p-dioksinų (PCDD) ir polichlorintų dibenzofuranų (PCDF)) ir dioksinų tipo PCB kontrolę.

Dioksinams maisto produktuose kontroliuoti galima įgyvendinti strategiją, kuri pagrįsta ėminių atrankos metodu, siekiant atrinkti tuos ėminius, kuriuose dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracija būtų 25 % mažesnė arba didesnė nei didžiausia leistina koncentracija. Ėminiuose su dideliais dioksinų ir dioksinų tipo PCB kiekiais jų koncentracijos turi būti nustatomos (patvirtinamos) patvirtinamuoju metodu.

Atrankos metodai – metodai, taikomi nustatyti tiriamos koncentracijos dioksinų ir dioksinų tipo PCB buvimą. Šių metodų ėminių analizės našumas yra didelis, ir jie taikomi dideliu skaičiumi ėminių atsijoti nustatant teigiamus ėminius. Jie turi būti specialiai sukurti, kad būtų išvengta klaidingų neigiamų rezultatų.

Patvirtinamieji metodai – metodai, suteikiantys visą arba papildomą informaciją, padedančią vienareikšmiškai identifikuoti ir kiekybiškai nustatyti tiriamos koncentracijos dioksinius ir dioksinų tipo PCB.

2. PAGRINDINIAI FAKTAI

Atskirų medžiagų koncentracijos konkrečiame ėminyje yra dauginamos iš jų atitinkamo toksiškumo ekvivalento faktoriaus (TEF), kaip nustatyta Pasaulio sveikatos organizacijos ir nurodyta šio priedo priedėlyje, o gautos sandaugos yra sudedamos suminei dioksinų tipo junginių koncentracijai, išreikštai toksiškumo ekvivalentu (TE), nustatyti.

Tik šiame reglamente: priimtina specifinė atskirų giminingų junginių nustatymo riba – tai analitės koncentracija ėminio ekstrakto, kuri sukelia dviejų skirtingų stebimų jonų instrumentinį atsaką, kai S ir T (signalas ir triukšmas) santykis yra 3:1 mažiausiam signalui, ir atitinka pagrindinius reikalavimus, kaip antai: sulaukymo trukmė, izotopų santykis pagal nustatymo metodiką, aprašytą EPA metodu 1613B pataisytame leidime.

3. KOKYBĖS UŽTIKRINIMO REIKALAVIMAI, TAIKOMI ĖMINIAMS PARUOŠTI

— Kiekvienu taikomos ėminių ėmimo ir analizės metodikos etapu turi būti imtasi priemonių išvengti teršalų pernešimo.

— Ėminiai turi būti laikomi ir vežami talpyklose iš stiklo, aliuminio, polipropileno arba polietileno. Iš ėminių talpyklos turi būti pašalinti popieriaus dulkių pėdsakai. Stiklo indai turėtų būti plaunami tirpikliais, kurie patvirtinti kaip neturintys dioksinų arba prieš tai patikrinti dėl dioksinų buvimo.

— Ėminiai turi būti laikomi ir vežami taip, kad maisto produktas išliktų vientisas.

— Jei reikia, kiekvienas laboratorinis ėminys smulkiai sumalamas ir gerai išmaišomas taikant tokį procesą, kuris pasirodytų tinkamas ėminiuvi visiškai homogenizuoti (pvz., sumalti taip, kad būtų galima sijoti per 1 mm sietą); jei ėminiuose daug drėgmės, prieš malimą jie turi būti išdžiovinti.

— Atliekamas tuščiasis analizės bandymas viską įvykdant pagal analizės metodiką be ėminio.

— Ekstrakcijai naudojamo ėminio masės turi pakakti jautrio reikalavimams įvykdyti.

— Specifinės aptariamų produktų ėminių ruošimo procedūros turi būti patvirtintos pagal tarptautiniu mastu pripažintas gaires.

- Imant žuvų ėminius būtina pašalinti odą, kadangi didžiausia teršalų koncentracija būna raumens mėsoje be odos. Vis dėlto būtina nuo vidinės odos pusės atsargiai ir kruopščiai nugrandyti visus raumenų mėsos ir riebalų likučius, kad jie galėtų būti įtraukti į tirtiną ėminį.

4. LABORATORIJOMS TAIKOMI REIKALAVIMAI

- Laboratorijos parodo metodo tinkamumą tiriamų koncentracijos verčių, pvz., 0,5, 1 ir 2 kartus didesnių nei tiriamą koncentraciją, intervalui esant priimtina pakartotinės analizės variacijos koeficientui. Apie priimtimumo kriterijų išsamiau – žr. 5 dalį.
- Patvirtinamojo metodo kiekybinio apskaičiavimo ribinė vertė turi būti maždaug viena penktoji tiriamos koncentracijos vertės.
- Turi būti taikomos vidaus kokybės kontrolės priemonės – nuolat atliekamos kontrolės su tuščiaisiais ėminiais ir bandymai su žymėtais ėminiais arba kontrolinių ėminių (jei įmanoma, geriau sertifikuotos etaloninės medžiagos) analizė.
- Laboratorijos kvalifikacija turi būti keliama personalui nuolat sėkmingai dalyvaujant dioksinų ir dioksinų tipo PCB nustatymo atitinkamose maisto ir (arba) pašaro matricose tarplaboratoriniuose tyrimuose.
- Laikantis Reglamento (EB) Nr. 882/2004 nuostatų, laboratorijas turi akredituoti patvirtinta institucija, veikianti pagal ISO Vadovą 58, siekiant užtikrinti, kad laboratorijos užtikrintų analizės kokybę. Laboratorijos turi būti akredituotos pagal EN ISO/IEC/17025 standartą.

5. REIKALAVIMAI, KURIUOS TURI ATITIKTI DIOKsinŲ IR DIOKsinŲ TIPO PCB ANALIZĖS METODAS

Pagrindiniai analizės metodų priimtimumo reikalavimai:

- *Didelis jautris ir mažos aptikimo ribos.* PCDD ir PCDF aptinkamas kiekis turi būti pikogramo TE (10–12 g) eilės dėl ypatingo kai kurių iš šių junginių toksiškumo. Žinoma, kad PCB koncentracija būna didesnė nei PCDD ir PCDF junginių. Didesnei daliai PCB giminingų junginių pakanka nanogramo (10–9 g) eilės jautrio. Tačiau nustatant labiau toksiškus dioksinų tipo PCB giminingus junginius (ypač ne į orto-padėtį pakeistus giminingus junginius), turi būti pasiektas jautris, atitinkantis PCDD ir PCDF junginių nustatymo jautrį.
- *Didelis selektyvumas (specifiškumas).* Reikia atskirti PCDD, PCDF ir dioksinų tipo PCB nuo didelio skaičiaus kitų kartu ekstrahuojamų ir galbūt analizei trukdančių junginių, kurių koncentracija gali būti keliomis eilėmis didesnė nei tiriamų analizių. Taikant dujų chromatografijos (masių spektrometrijos) (GC/MS) metodus, būtina atskirti įvairius giminingus junginius, pvz., toksiškus (pvz., septyniolika į 2,3,7,8-padėtį pakeistų PCDD bei PCDF junginių ir dioksinų tipo PCB) ir kitus giminingus junginius. Biologiniais tyrimais taip pat turi būti įmanoma selektyviai nustatyti TE vertes, kaip PCDD, PCDF ir dioksinų tipo PCB junginių sumą.
- *Didelis tikslumas (tikrumas ir preciziškumas).* Turi būti nustatytas patikimas tikrosios koncentracijos ėminyje įvertis. Didelis tikslumas (matavimo tikslumas: matavimo rezultato artumas tikrajai ar priskirtajai matavimo vertei) būtinas siekiant išvengti ėminio analizės rezultato atmetimo dėl nepatikimo TE įvertinimo. Tikslumas išreiškiamas kaip tikrumas (išmatuotos vidutinės analitės koncentracijos sertifikuotoje medžiagoje vertės ir analitės koncentracijos sertifikuotos vertės skirtumas, išreikštas šios vertės procentine dalimi) ir kaip preciziškumas (RSD_R – tai santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuotas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis).

Atrankos metodais galima palyginti biologinio tyrimo ir GC/MS metodus; patvirtinamieji metodai – didelės skiriamosios gebos dujų chromatografijos (didelės skiriamosios gebos masių spektrometrijos) (HRGC/HRMS) metodai. Suminė TE vertė turi atitikti šiuos kriterijus:

	Atrankos metodai	Patvirtinamieji metodai
Tariamai neigiamas lygis	< 1 %	
Tikrumas		– 20 % iki + 20 %
Preciziškumas (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. YPATINGI REIKALAVIMAI, TAIKOMI GC/MS METODAMS, NAUDOJAMIEMS ATRANKAI ARBA PATVIRTINIMO TIKSLAIS

- Siekiant patvirtinti analizės metodiką, prieš pat analizės pradžią arba ją tik pradėjus, pvz., prieš ekstrahavimą, turi būti dedama į 2,3,7,8-padėtis chlorintų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtaisiais ¹³C atomais (ir dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtaisiais ¹³C atomais). Turi būti pridedama bent po vieną struktūrinį analogą iš kiekvienos nuo tetra-chloro iki okta-chloro-PCDD/PCDF darinių homologinės eilės (ir bent po vieną struktūrinį analogą iš kiekvienos PCB homologinės eilės, jei nustatomi dioksinų tipo PCB kiekiai) (arba bent vienas struktūrinis analogas kiekvienai masių spektrometriškai parinkto jono registruojamai funkcijai, naudojami PCDD/F ir dioksinų tipo PCB stebėsenai). Būtų labai gerai, ypač taikant patvirtinimo metodus, naudoti visus 17 į 2,3,7,8-padėtį pakeistų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtaisiais ¹³C atomais ir visus 12 dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtaisiais ¹³C atomais.

Turi būti nustatomi santykiniai reakcingumo koeficientai tiems struktūriniais analogams, kurių atitinkamuose kalibravimo tirpaluose nebuvo naudojami ¹³C žymėtieji analogai.

- Jei augalinės ir gyvūninės kilmės maisto produktai turi mažiau kaip 10 % riebalų, vidinius etalonus būtina pridėti prieš ekstrahavimą. Jei gyvūninės kilmės maisto produktai turi daugiau kaip 10 % riebalų, vidinius etalonus galima pridėti arba prieš arba po riebalų ekstrahavimo. Reikia atitinkamai patvirtinti ekstrahavimo efektyvumą pagal tai, kurioje stadijoje pridedama vidinio etalono ir pagal kieno kiekį, produkto ar riebalų, registruojami rezultatai.
- Prieš GC/MS analizę turi būti pridedama 1 arba 2 regeneravimo (pakeitimo) etalonas (-ai).
- Būtina regeneravimo kontrolė. Taikant patvirtinamuosius metodus, atskirų vidinių etalonų regeneravimo laipsnis turi būti 60–120 %. Priimtinos didesnės arba mažesnės atskirų giminingų junginių regeneravimo vertės, ypač kai kurių hepta- ir oktachlorintų dibenzodioksinų ir dibenzofuranų, jei jų indėlis į suminę TE vertę neviršija 10 % šios vertės (pagrįsta PCD/F ir dioksinų tipo PCB suma). Atrankos metodų atveju regeneravimo laipsnis turi būti 30–140 %.
- Dioksinų atskyrimas nuo trukdančių chloro junginių, pvz., ne dioksinų tipo PCB ir chloruotų difenileterių, turi būti atliekamas tinkamiausiu chromatografiniu metodu (pageidautina su florisiliu, aliuminio oksido ir (arba) anglies kolonėle).
- Turi būti pakankamas izomerų dujų chromatografinis atskyrimas (< 25 % tarp 1,2,3,4,7,8-HxCDF ir 1,2,3,6,7,8-HxCDF smailių padėčių).
- Nustatant turi būti taikoma EPA metodo 1613 B modifikacija: „Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS“ arba kitas lygiavertės charakteristikas turintis metodas.
- Maisto produktų, kurių užteršimas dioksinais yra maždaug 1 pg PSO-TE/g riebalų, viršutinės ir apatinės ribinės koncentracijos skirtumas neturi viršyti 20 % (atsižvelgiant į PCDD/PCDF ir dioksinų tipo PCB sumą). Maisto produktams su mažu riebalų kiekiu turi būti taikomi tie patys reikalavimai, jei užteršimo koncentracija yra apie 1 pg PSO-TE/g produkto. Jei užteršimas mažesnis, pvz., 0,50 pg PSO-TE/g produkto, viršutinės ir apatinės ribinės koncentracijos skirtumas gali būti 25–40 %.

7. ATRANKOS METODAI

7.1. Įvadas

Taikant atrankos metodą analizė gali būti atliekama įvairiais būdais: t. y. tik atranka ir kiekybinė analizė.

Atrankos būdas

Ėminių atsakas lyginamas su tiriamą koncentraciją atitinkančio etaloninio ėminio atsaku. Ėminiai, kurių atsakas mažesnis už etaloninio ėminio, skelbiami neigiamais, ėminiai, kurių atsakas yra didesnis, laikomi teigiamais. Reikalavimai:

- Į kiekvieno bandymo seriją turi būti įtrauktas tuščiasis ir etaloninis (-iai) ėminys (-iai), kuris (-ie) ekstrahuojamas (-i) ir analizuojamas (-i) tuo pat metu ir tomis pačiomis sąlygomis. Etaloninio ėminio atsakas turi būti aiškiai didesnis nei tuščiojo ėminio atsakas.
- Turi būti įtraukti papildomi etaloniniai ėminiai, kurių koncentracija būtų 0,5 ir 2 kartus didesnė nei tiriama koncentracija, siekiant parodyti bandymo tinkamumą koncentracijos intervale, atitinkančiame kontroliuojamą koncentraciją.

- Turi būti parodytas etaloninio (-ių) ėminio (-ių) tinkamumas bandant kitas matricas, visų pirma įtraukiant tuos ėminius, kurių HRGC/HRMS analizė parodė, kad jų TE koncentracija yra artima etaloninio ėminio koncentracijai arba, jei jo nėra, iki tokios koncentracijos analitės sodrinto tuščiojo ėminio koncentracijai.
- Kadangi atliekant biologinius tyrimus negalima naudoti vidinių etalonų, reikia atlikti bandymus, kad būtų galima gauti informacijos apie tos pačios bandymų serijos standartinį nuokrypį. Variacijos koeficientas turi būti mažesnis kaip 30 %.
- Atliekant biologinius tyrimus turi būti apibrėžti tiksliniai junginiai, galimi trukdžiai ir didžiausios leistinos tuščiojo ėminio koncentracijos vertės.

Kiekybinis būdas

Taikant kiekybinį metodą būtina naudoti etaloninę praskiedimo seriją, dvigubas arba trigubas valymas ir matavimas, taip pat tuštieji ir regeneravimo kontroliniai bandymai. Rezultatas gali būti išreikštas kaip TE, tuo darant prielaidą, kad signalą duodantys junginiai atitinka TE principą. Tai galima padaryti naudojant TCDD (arba dioksino ir (arba) furano ir (arba) dioksinų tipo PCB etaloninį mišinį) kalibracinei kreivei gauti, pagal kurią apskaičiuojama TE koncentracija ekstrakto, taigi ir ėminyje. Vėliau daroma šios koncentracijos pataisa, atsižvelgiant į TE koncentraciją tuščiajame ėminyje (norint įvertinti naudotuose tirpikliuose ir cheminėse medžiagose esančias priemaišas), ir į regeneravimo laipsnį (apskaičiuotą pagal TE koncentraciją kokybės kontrolės ėminyje, artimą tiriamai koncentracijai). Svarbu pažymėti, kad tariamo regeneravimo nuostolio priežastimi iš dalies gali būti matricos poveikis ir TEF verčių, gautų atliekant biologinius tyrimus, bei PSO nustatytų oficialiųjų TEF verčių skirtumas.

7.2. Atrankos analizės metodų reikalavimai

- Atrankai gali būti taikomi GC/MS analizės metodai ir biologiniai tyrimai. GC/MS metodams taikomi reikalavimai, nustatyti 6 punkte. Specialūs reikalavimai, taikomi biologiniams tyrimams su ląstelėmis, išdėstyti šio priedo 7.3 dalyje, o biologiniams tyrimams su medžiagų rinkiniais – priedo 7.4 dalyje.
- Būtina turėti klaidingų teigiamų ir klaidingų neigiamų rezultatų skaičiaus duomenis, gautus dideliame ėminių, kurių koncentracija būtų mažesnė ir didesnė už didžiausią leistiną arba veiksmų reikalaujančią koncentracijos vertę, rinkiniui, rezultatus lyginant su TE koncentracija, gauta patvirtinamuoju analizės metodu. Klaidingai neigiamų rezultatų turi būti mažiau kaip 1 %. Kad atrankos priemonių panaudojimas būtų naudingas, klaidingai teigiamų rezultatų procentinis kiekis taip pat turi būti nedidelis.
- Teigiami rezultatai visuomet turi būti patvirtinti patvirtinamaisiais cheminės analizės metodais (HRGC/HRMS). Be to, apytikriai 2–10 % ėminių, kurių rezultatai neigiami ir kurių TE verčių intervalas yra platus, turi būti ištirta HRGC/HRMS. Turi būti informuojama apie biologinių tyrimų ir HRGC/HRMS rezultatų atitikimą.

7.3. Specifiniai biologinių tyrimų su ląstelėmis reikalavimai

- Atliekant biologinį tyrimą, kiekvienam bandymui reikalinga etaloninių TCDD arba dioksino ir (arba) furano ir (arba) dioksinų tipo PCB mišinio koncentracijos verčių serija (visa koncentracijos ir atsako priklausomybės kreivė, kai $R^2 > 0,95$). Tačiau atrankai analizuojant mažos koncentracijos ėminius, galima naudoti didesnio mastelio mažų koncentracijos verčių kreivės dalį.
- Vienodos trukmės biologinio tyrimo rezultatams kokybės kontrolės lentelėje gauti turėtų būti naudojama TCDD etaloninė koncentracija (apie 3 kartus didesnė nei apskaičiavimo ribinė vertė). Kitas būdas gali būti etaloninio ėminio santykinis atsakas palyginti su kalibravimo kreive, nes ląstelių atsakas priklauso nuo daugelio veiksnių.
- Kiekvienos rūšies etaloninės medžiagos kokybės kontrolės diagramos turi būti užrašomos ir tikrinamos pagal nustatytas rekomendacijas.
- Kiekybiniais skaičiavimams turi būti naudojami tokiu būdu praskiesti ėminiai, kad atsakas būtų kalibravimo kreivės tiesinėje dalyje. Ėminiai, esantys virš atsako kreivės tiesiosios dalies, turi būti praskiesti ir bandymas pakartotas. Todėl reikia iš karto tirti tris ar daugiau vieno ėminio praskiestus tirpalus.
- Kiekvieno praskiesto ėminio tirpalo trijų tyrimų rezultatų procentinis standartinis nuokrypis neturi viršyti 15 %, o trijų atskirų to paties ėminio bandymų – 30 %.
- Aptikimo riba gali būti nustatyta kaip trigubas tirpiklio tuščiojo bandinio standartinis nuokrypis arba kaip koncentracija, atitinkanti fono atsaką. Kitas būdas – imti koncentraciją, atitinkančią atsaką, kuris būtų didesnis už fono atsaką, apskaičiuotą pagal tos dienos kalibracinę kreivę (indukcijos faktorius penkis kartus didesnis už tirpiklio tuščiojo bandinio). Apskaičiavimo ribinė vertė gali būti nustatyta kaip vertė, penkis šešis kartus didesnė už tirpiklio tuščiojo bandinio standartinį nuokrypį, arba kaip koncentracija, atitinkanti fono atsaką, arba kaip koncentracija, atitinkanti atsaką, kuris būtų didesnis už fono atsaką, apskaičiuotą pagal tos dienos kalibracinę kreivę (indukcijos faktorius dešimt kartų didesnis už tirpiklio tuščiojo bandinio).

7.4. Specifiniai biologinių tyrimų su medžiagų rinkiniais reikalavimai

- Reikia užtikrinti, kad biologiniai tyrimai su medžiagų rinkiniais būtų pakankamai jautrūs ir patikimi, kad juos būtų galima taikyti maistui.
- Ruošiant ir tiriant ėminius būtina vadovautis gamintojų instrukcijomis.
- Negalima naudoti medžiagų rinkinių su pasibaigusiu galiojimo laiku.
- Negalima naudoti medžiagų ar komponentų, skirtų kitiems rinkiniams.
- Bandymų rinkiniai turi būti laikomi ir naudojami tik nurodytoje temperatūroje.
- Imunologinių tyrimų aptikimo riba nustatoma kaip trigubas standartinis nuokrypis, gautas atliekant dešimties tuščiųjų ėminių kartotinę analizę, padalytas iš regresijos lygties tiesės krypties koeficiento vertės.
- Laboratoriniams tyrimams turi būti naudojami pamatiniai etalonai, kad būtų galima įsitikinti, jog etalono sukeltas atsakas neviršija priimtinių ribų.

8. REZULTATŲ ATASKAITA

Kad ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos, kuria remiantis būtų galima interpretuoti rezultatus pagal specialius reikalavimus, turi būti pateikiamos, kiek leidžia analizinė procedūra, atskirų PCDD/F ir PCB struktūrinių analogų koncentracijos, taip pat viršutinė, apatinė bei vidurinė ribos.

Ataskaitoje taip pat turi būti duomenys apie lipidų kiekį ir jų ekstrahavimui taikytą metodą.

Turi būti pateikti atskirų vidinių etalonų regeneravimo duomenys, jei regeneravimo vertės yra už 6 punkte nurodyto intervalo ribų, jei viršijama didžiausia regeneravimo vertė ir paprašius visais kitais atvejais.

Kadangi sprendžiant, ar ėminys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametą taip pat reikia pranešti. Analizės rezultatas turi būti pranešamas kaip $x \pm U$, kur x yra analizės rezultatas, o U – išplėstoji matavimo neapibrėžtis taikant atsargos koeficientą 2, kuris užtikrina maždaug 95 % patikimumo lygį. Atskirai nustatant dioksinus ir dioksinų tipo PCB, dioksinų ir dioksinų tipo PCB sumai apibrėžti reikia remtis išplėstosios neapibrėžties suma, gauta atliekant atskirą dioksinų ir dioksinų tipo PCB analizę.

Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCa (aprašyta I priedo 5 dalyje), šį parametą reikia pranešti.

Rezultatai turi būti išreikšti tais pačiais vienetais ir su (mažiausiai) tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi kaip Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos didžiausios leistinos koncentracijos.

II Priedo priedėlis

PSO TEF rizikos žmonėms vertinimai, pagrįsti išvadamis, padarytomis 1997 m. birželio 15–18 d. Stokholme, Švedijoje įvykusio Pasaulio sveikatos organizacijos posėdžio metu (*Van den Berg et al., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife Environmental Health Perspectives, 106(12), 775*)

Chemiškai gimininga medžiaga	TEF vertė	Chemiškai gimininga medžiaga	TEF vertė
Dibenzo-p-dioksinais (PCDDs)		„Dioksinų tipo“ PCB Ne orto konfigūracijos PCB + Mono orto konfigūracijos PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Ne orto konfigūracijos PCBs	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofuranai (PCDF)		Mono orto konfigūracijos PCBs	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Naudojami sutrumpinimai: „T“ = tetra; „Pe“ = penta; „Hx“ = hexa; „Hp“ = hepta; „O“ = okta; „CDD“ = chlordibenzodioksinas; „CDF“ = chlordibenzofuranas; „CB“ = chlorbifenilas.