

II

(Įstatymo galios neturintys teisės aktai)

REGLAMENTAI

KOMISIJOS REGLAMENTAS (ES) Nr. 252/2012

2012 m. kovo 21 d.

kuriuo nustatomi ėminių ėmimo ir analizės metodai, taikomi vykdant oficialią dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolę, ir panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 1883/2006

(Tekstas svarbus EEE)

EUROPOS KOMISIJA,

danti atkreipti dėmesį į atvejus, kai svarbu nustatyti taršos šaltinių bei imtis priemonių ją sumažinti ar pašalinti;

atsižvelgdama į Sutartį dėl Europos Sąjungos veikimo,

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⁾, numatoma didžiausia leidžiamoji ne dioksinų tipo PCB, dioksinų bei furanų ir dioksinų, furanų bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracija tam tikruose maisto produktuose;
- (2) siekiant skatinti imtis aktyvesnių priemonių mažinant polichlorintų dibenzo-para-dioksinų ir polichlorintų dibenzofuranų (PCDD/F) ir dioksinų tipo PCB koncentraciją maisto produktuose, 2011 m. rugpjūčio 23 d. Komisijos rekomendacijoje 2011/516/ES dėl dioksinų, furanų ir PCB mažinimo pašaruose ir maisto produktuose⁽³⁾ nustatytas lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių. Šis lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, – priemonė kompetentingoms institucijoms ir ūkio subjektams, pade-

- (3) 2006 m. gruodžio 19 d. Komisijos reglamente (EB) Nr. 1883/2006, nustatančiame oficialios dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolės ėminių ėmimo ir analizės metodus⁽⁴⁾, pateikiamos konkrečios nuostatos dėl ėminių ėmimo tvarkos ir taikytinų analizės metodų vykdant oficialią kontrolę;
- (4) siekiant taikyti naują didžiausią leidžiamąją ne dioksinų tipo PCB koncentraciją, nustatytą po to, kai Europos maisto saugos tarnyba (EFSA) pateikė mokslinę nuomonę dėl ne dioksinų tipo PCB, taip pat suderinti teisės aktus Sąjungoje ir atnaujinti atrankinių metodų kriterijus, būtini dideli pakeitimai. Todėl dėl aiškumo tikslinga Reglamentą (EB) Nr. 1883/2006 pakeisti šiuo reglamentu;
- (5) siekiant įgyvendinti Reglamentą (EB) Nr. 1881/2006, šiame reglamente išdėstytos nuostatos taikomos tik dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB ėminių ėmimo ir analizės metodams. Jos nėra susijusios su ėminių ėmimo strategija, lygmenimis ir dažnumu, 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 85/358/EEB ir 86/469/EEB bei sprendimus 89/187/EEB ir 91/664/EEB⁽⁵⁾, III ir IV prieduose. Jomis nekeičiami 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⁽⁶⁾;

⁽¹⁾ OL L 165, 2004 4 30, p. 1.

⁽²⁾ OL L 364, 2006 12 20, p. 5.

⁽³⁾ OL L 218, 2011 8 24, p. 23.

⁽⁴⁾ OL L 364, 2006 12 20, p. 32.

⁽⁵⁾ OL L 125, 1996 5 23, p. 10.

⁽⁶⁾ OL L 65, 1998 3 5, p. 31.

- (6) siekiant nustatyti ėminius su didele PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija (pageidautina atrenkant ėminius, kuriuose koncentracija viršija lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir užtikrinant, kad būtų atrinkti ėminiai, kuriuose koncentracija viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją), gali būti naudojamas atrankinis analizės metodas, taikant plačiai patvirtintus ir naudojamus patikros būdus. PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija šiuose ėminiuose turi būti nustatoma patvirtinamuoju analizės metodu. Todėl tikslinga nustatyti tinkamus atrankinio metodo reikalavimus, užtikrinant, kad klaidingų didžiausios leidžiamosios koncentracijos neatitikimo nustatymo rezultatų dalis būtų mažesnė kaip 5 proc., ir griežtus patvirtinamųjų analizės metodų reikalavimus. Be to, taikant patvirtinamuosius analizės metodus galima nustatyti mažo, foninio lygio koncentraciją. Tai svarbu stebint kitimą laike, vertinant poveikį ir iš naujo įvertinant didžiausią leidžiamąją koncentraciją ir lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių;
- (7) būtina nustatyti specialią ėminių ėmimo tvarką, taikomą labai didelėms žuvims, siekiant ją suderinti visoje Sąjungoje;
- (8) to paties regiono kilmės ir tos pačios rūšies žuvų dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracija gali skirtis priklausomai nuo žuvies dydžio ir (arba) amžiaus. Be to, dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracija įvairiose žuvies dalyse gali būti nevienoda. Todėl būtina nustatyti ėminių ėmimo ir ėminių ruošimo tvarką, siekiant ją suderinti visoje Sąjungoje;
- (9) siekiant užtikrinti suderintą reikalavimų vykdymą visoje Sąjungoje, svarbu vienodai teikti ir interpretuoti analizės rezultatus;
- (10) šiame reglamente nustatytos priemonės atitinka Maisto grandinės ir gyvūnų sveikatos nuolatinio komiteto nuomonę ir nei Europos Parlamentas, nei Taryba joms neprieštarauja,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Šiame reglamente vartojamų terminų apibrėžtys ir santrumpos pateiktos I priede.

2 straipsnis

Vykdam oficialią dioksinų, furanų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai imami taikant šio reglamento II priede nustatytus metodus.

3 straipsnis

Vykdam oficialią dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai ruošiami ir analizuojami taikant šio reglamento III priede nustatytus metodus.

4 straipsnis

Vykdam oficialią ne dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai analizuojami laikantis šio reglamento IV priede nustatytų analizės metodų reikalavimų.

5 straipsnis

Reglamentas (EB) Nr. 1883/2006 panaikinamas.

Nuorodos į panaikintąjį reglamentą laikomos nuorodomis į šį reglamentą.

6 straipsnis

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

Jis taikomas nuo įsigaliojimo dienos.

Šis reglamentas privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje 2012 m. kovo 21 d.

Komisijos vardu
Pirmininkas
José Manuel BARROSO

I PRIEDAS

Apibrėžtys ir santrumpos

I. APIBRĖŽTYS

Šiame reglamente vartojamų terminų apibrėžtys nustatytos 2002 m. rugpjūčio 14 d. Komisijos sprendimo 2002/657/EB dėl Tarybos direktyvos 96/23/EB nuostatų dėl analizės metodų tinkamumo ir rezultatų aiškinimo įgyvendinimo ⁽¹⁾ I priede.

Be šių terminų apibrėžčių, šiame reglamente vartojamos toliau nurodytos apibrėžtys.

- 1.1. *Lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių* – tam tikros medžiagos koncentracija, nustatyta Rekomendacijos 2011/516/ES priede, kuriai padidėjus atliekami tyrimai, siekiant nustatyti tos medžiagos šaltinį.
- 1.2. *Bioanalitiniai metodai* – biologiniais principais, pavyzdžiui, ląstelių tyrimais, juslių tyrimais arba imuniniais tyrimais, pagrįsti metodai. Juos taikant nustatoma ne giminingo junginio koncentracija, o tik TEQ lygis, išreikštas bioanalitiniais ekvivalentais (BEQ) ⁽²⁾, atsižvelgiant į tai, kad ne visi mėginio ekstrakto, kurio atsakas gaunamas atliekant bandymą, esantys junginiai gali atitikti visus TEQ principo reikalavimus.
- 1.3. *Tikroji bioanalizės išgava* – BEQ lygis, apskaičiuotas remiantis TCDD arba PCB 126 kalibravimo kreive, atlikus tuščiojo mėginio pataisą, padalytas iš GC/HRMS nustatyto TEQ lygio. Ja stengiamasi patikslinti tokius veiksnius kaip PCDD/PCDF ir dioksinų tipo junginių nuostoliai ekstrahavimo ir gryninimo etapais, kartu ekstrahuojami junginiai, padidinantys arba sumažinantys atsaką (agonistinis ir antagonistinis poveikis), kreivės atitikimo savybė arba TEF ir REP verčių skirtumai. Tikroji bioanalizės išgava apskaičiuojama naudojant tinkamus kontrolinius mėginius su panašios struktūros giminingais junginiais, tiriamais dominančios koncentracijos lygmeniu.
- 1.4. *Pusiausvyros kiekybiniai metodai* – metodai, kuriuos taikant nustatoma apytikslė tariamosios analizės koncentracija, nes skaitmenimis išreikštas rezultatas neatitinka kiekybinių metodų reikalavimų.
- 1.5. *Priimtina specifinė atskiro giminingo junginio kiekybinio nustatymo riba* – mėginio ekstrakto analizės koncentracija, kuriai esant gaunamas prietaiso atsakas dviem skirtingiems kontroliuojamiems jonams, kai mažesnio intensyvumo signalo S/T (signalas ir triukšmas) santykis yra 3:1 ir tenkinami nustatymo kriterijai, pvz., aprašyti standarte prEN 16215 „Pašarai. Dioksinų ir dioksinų tipo polichlorbifenilų (PCB) bei polichlorbifenilų indikatorių nustatymas, taikant dujų chromatografiją ir didelės skyros masių spektrometriją (GC/HRMS)“ ir (arba) EPA 1613 metode (B redakcija).
- 1.6. *Viršutinė ribinė koncentracija* – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas kiekybinio įvertinimo ribinei vertei.
- 1.7. *Žemutinė ribinė koncentracija* – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas nuliui.
- 1.8. *Vidutinė ribinė koncentracija* – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas pusei kiekybinio įvertinimo ribinės vertės.
- 1.9. *Partija* – identifikuojamas kiekis vienu metu pristatomų 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 taip pat turi būti panašus. Jei žuvų dydis ir (arba) masė nėra panašūs, siunta vis tiek gali būti laikoma partija, tik reikia taikyti specialią ėminių ėmimo tvarką.
- 1.10. *Partijos dalis* – nustatyta didelės partijos dalis, kuriai turi būti taikomas ėminių ėmimo metodas. Kiekviena partijos dalis turi būti fiziškai atskirta ir identifikuojama.
- 1.11. *Pavienis ėminys* – medžiagos kiekis, paimtas vienoje partijos arba jos dalies vietoje.
- 1.12. *Jungtinis ėminys* – visų partijos arba jos dalies pavienių ėminių suminis kiekis.
- 1.13. *Laboratorinis mėginys* – laboratorijai skirta reprezentatyvi jungtinio ėminio dalis (kiekis).

II. VARTOJAMOS SANTRUMPOS

BE bioanalitiniai ekvivalentai

GC dujų chromatografija

⁽¹⁾ OL L 221, 2002 8 17, p. 8.

⁽²⁾ Bioanalitiniai metodai netaikomi į TEF sistemą įtrauktiems giminingiems junginiams. Mėginio ekstrakto gali būti kitų struktūriškai giminingų aktyvuoto aromatinių angliavandenilių (Ah) receptoriaus junginių, prisidedančių prie bendro atsako. Todėl bioanalitiniai rezultatai yra ne įverčiai, o nurodomi mėginio TEQ lygiu.

HRMS	didelės skyros masių spektrometrija
LRMS	mažos skyros masių spektrometrija
PCB	polichlorinti bifenilai
PCDD	polichlorinti dibenzo-p-dioksinais
PCDF	polichlorinti dibenzofuranai
QC	kokybės kontrolė
REP	santykinis stiprumas
TEF	toksiškumo ekvivalento koeficientas
TE	toksiškumo ekvivalentai
TCDD	tetrachlordibenzodioksinas
U	išplėtoji matavimo neapibrėžtis

II PRIEDAS

Oficialios dioksinų (PCDD/PCDF), dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolės ėminių ėmimo metodai

I. TAIKYMO SRITIS

Vykdamat oficialią dioksinų (PCDD/PCDF), dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB (toliau – dioksinai ir PCB) koncentracijos maisto produktuose kontrolę, ėminiai imami taikant šiame priede aprašytus metodus. Taip gauti jungtiniai ėminiai laikomi reprezentatyviais partijų arba jų dalių, iš kurių jie yra paimti, ėminiais. Pagal gautą laboratorinių mėginių koncentraciją sprendžiama, ar ji atitinka Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytą didžiausią leidžiamąją tam tikrų maisto produktų teršalų koncentraciją.

II. BENDROSIOS NUOSTATOS

1. Ėminius imantys asmenys

Ėminius ima valstybės narės paskirtas įgaliotas asmuo.

2. Medžiaga, iš kurios imami ėminiai

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

3. Būtinios atsargumo priemonės

Imant ir ruošiant ėminius taikomos atsargumo priemonės, siekiant išvengti bet kokių pokyčių, kurie galėtų turėti poveikio dioksinų ir PCB koncentracijai, neigiamai veiktų analizinę nustatymą arba dėl kurių jungtiniai ėminiai taptų nereprezentatyvūs.

4. Pavieniai ėminiai

Jei įmanoma, pavieniai ėminiai imami iš kuo įvairesnių partijos arba jos dalies vietų. Jeigu šios tvarkos nesilaikoma, ši faktą reikia užregistruoti, kaip numatyta šio priedo II.8 punkte.

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 arba produkto rinkos kaina yra labai didelė.

6. Kartotiniai ėminiai

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

7. Ėminių pakavimas ir vežimas

Kiekvienas ėminys dedamas į švorią, iš inertiškos medžiagos pagamintą talpyklą, tinkamai apsaugančią nuo užteršimo, analitės praradimo dėl adsorbcijos į vidines talpyklos sienes ir sugadinimo vežant. Reikia imtis visų atsargumo priemonių, kad laikant arba vežant ėminį nepakistų jo sudėtis.

8. Ėminių plombavimas ir ženklavimas

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

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

III. ĖMINIŲ ĖMIMO PLANAS

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

1. Partijų dalijimas į dalis

Didelės partijos yra dalijamos į dalis, jei jos gali būti atskirtos fiziškai. Jeigu produktai parduodami nesupakuoti didelėmis partijomis (pvz., augalinis aliejus), vadovaujamosi 1 lentele. Kitų produktų atveju vadovaujamosi 2 lentele. Atsižvelgiant į tai, kad partijos masė ne visuomet yra tikslus partijos dalių masių kartotinis, partijos dalies masė gali būti didesnė už nurodytą masę ne daugiau kaip 20 proc.

1 lentelė

Produktų, kurie parduodami nesupakuoti, partijų dalijimas į dalis

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

2 lentelė

Kitų produktų partijų dalijimas į dalis

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

2. Pavienių ėminių skaičius

Jungtinio ėminio, apimančio visus pavienius ėminius, masė turi būti bent 1 kg (žr. šio priedo II.5 punktą).

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

Skystų pilstomų produktų partija arba jos dalis kuo geriau išmaišoma rankiniu arba mechaniniu būdu prieš pat ėminių ėmimą, kad nenukentėtų produkto kokybė. Šiuo atveju daroma prielaida, kad toje partijoje arba jos dalyje teršalai yra pasiskirstę tolygiai. Todėl iš partijos 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 II.8 punkte. Pagal 1997 m. spalio 27 d. Komisijos sprendimą 97/747/EB, nustatantį mėginių kiekį ir jų ėmimo dažnumą, numatytą Tarybos direktyvoje 96/23/EB dėl kai kurių medžiagų ir jų likučių tam tikruose gyvūninės kilmės produktuose kontroliavimo ⁽¹⁾, vištų kiaušinių jungtinis ėminys turi būti bent 12 kiaušinių dydžio (nepakuotoms partijoms ir partijoms, sudarytoms iš atskirų pakuočių, taikomos 3 ir 4 lentelės).

3 lentelė

Mažiausias iš vienos partijos arba jos dalies imtinų pavienių ėminių skaičius

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

Jeigu partiją arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės arba vienetai, pakuočių arba vienetų, kuriuos reikia paimti norint sudaryti jungtinį ėminį, skaičius nurodytas 4 lentelėje.

⁽¹⁾ OL L 303, 1997 11 6, p. 12.

4 lentelė

Pakuočių arba vienetų (pavienių ėminių), imamų jungtiniam ėminiui sudaryti, skaičius, jeigu partiją arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės arba vienetai

Pakuočių arba vienetų skaičius partijoje arba jos dalyje	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

3. Specialios ėminių ėmimo iš sveikų panašaus dydžio ir masės žuvų partijų nuostatos

Žuvų dydis ir masė laikomi panašiais, jei dydžio ir masės skirtumas ne didesnis nei maždaug 50 proc.

Iš partijos imtinų pavienių ėminių skaičius nurodytas 3 lentelėje. Jungtinio ėminio, sujungiančio visus pavienius ėminus, masė turi būti bent 1 kg (žr. II.5 punktą).

— Jei partiją, iš kurios reikia paimti ėminių, sudaro mažos žuvis (vienos žuvies masė mažesnė nei maždaug 1 kg), kaip pavienis ėminys jungtiniam ėminiui gauti imama visa žuvis. Jei gauto jungtinio ėminio masė yra didesnė kaip 3 kg, pavienius ėminus gali sudaryti jungtiniam ėminiui imamos žuvies vidurinė dalis, sverianti bent 100 g. Ėminiui homogenizuoti naudojama visa dalis, kuriai taikoma didžiausia leidžiamoji koncentracija.

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

— Jei partiją, iš kurios reikia paimti ėminių, sudaro didesnės žuvis (vienos žuvies masė didesnė nei maždaug 1 kg), pavienį ėminį sudaro žuvies vidurinė dalis. Kiekvieno pavienio ėminio masė yra bent 100 g.

Jei žuvis yra vidutinio dydžio (apie 1–6 kg), pavienį ėminį sudaro gabalas iš vidurinės žuvies dalies nuo nugar-kaulio iki papildvės.

Jei žuvis yra labai didelės (pvz., jų masė didesnė nei maždaug 6 kg), pavienis ėminys imamas iš vidurinės žuvies dalies dešinėsios pusės (žiūrint iš priekio) nugaros šoninio raumens. Jeigu imant tokį gabalą iš vidurinės žuvies dalies būtų padaryta didelių finansinių nuostolių, neatsižvelgiant į partijos dydį, pakaktų paimti tris bent 350 g masės pavienius ėminus arba pasirinktinai vienos žuvies tokios pačios masės dalį iš arti uodegos dalies esančios raumens mėsos ir arti galvos dalies esančios raumens mėsos, norint sudaryti sveikos žuvies reprezentatyvų dioksinų koncentracijos pavienį ėminį.

4. Ėminių ėmimas iš skirtingo dydžio ir (arba) masės sveikų žuvų partijų

— Taikomos III.3 punkte pateiktos ėminio sudarymo nuostatos.

— Jeigu dominuoja tam tikro dydžio arba svorio klasė (kategorija) (maždaug 80 proc. partijos arba daugiau), ėminys imamas iš žuvų, kurių dydis arba masė dominuoja. Šis ėminys laikytinas visai partijai reprezentatyviu ėminiu.

— Jeigu tam tikros dominuojančio dydžio arba svorio klasės (kategorijos) nėra, reikia užtikrinti, kad ėminiui atrinktos žuvis būtų tipiškos partijai. Tokiems atvejams skirtos specialios gairės pateikiamos dokumente „Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight“ (?).

5. Ėminių ėmimas mažmeninėje prekyboje

Jeigu įmanoma, maisto produktų ėminiai mažmeninėje prekyboje imami vadovaujantis šio priedo III.2 punkto ėminių ėmimo nuostatomis.

Jei neįmanoma, mažmeninėje prekyboje galima taikyti alternatyvų ėminių ėmimo metodą, jei juo užtikrinamas pakankamas partijos arba jos dalies, iš kurių imami ėminiai, reprezentatyvumas.

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

IV. PARTIJOS ARBA JOS DALIES ATITIKTIS SPECIFIKACIJAI

1. Ne dioksinų tipo PCB

Partija yra priimama, jei analizės rezultatas yra ne didesnis nei didžiausia leidžiamoji ne dioksinų tipo PCB koncentracija, nustatyta Reglamente (EB) Nr. 1881/2006, atsižvelgus į matavimo neapibrėžtį.

Partija neatitinka didžiausios leidžiamosios Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos koncentracijos, jeigu atlikus analizę gauta viršutinė ribinė koncentracija, patvirtinta kartotine analize ⁽³⁾, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį be pagrįstos abejonės viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją.

Į matavimo neapibrėžtį galima atsižvelgti vienu iš šių būdų:

- apskaičiuojant išplėstąją neapibrėžtį, taikant aprėpties koeficientą 2, kuris užtikrina maždaug 95 proc. pasiklovimo lygį. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė, atėmus U, viršija nustatytą leidžiamą lygį.
- nustatant sprendimo ribą (CCa) pagal 2002 m. rugpjūčio 14 d. Komisijos sprendimo 2002/657/EB nuostatas (šio sprendimo I priedo 3.1.2.5 punktas, medžiagų su nustatytu leidžiamu lygiu atvejis). Laikoma, kad partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė yra lygi CCa arba ją viršija.

Šios taisyklės taikomos analizės rezultatui, kuris gaunamas tiriant oficialiai kontrolei skirtą ėminį. Atliekant analizę atsiliepimo į ieškinį ar arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

2. Dioksinų (PCDD/PCDF) ir dioksinų tipo PCB

Partija yra priimama, jei:

- pavienės analizės, atliktos taikant atrankinį metodą, kai klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis mažesnė nei 5 proc., rezultatas rodo, kad koncentracija neviršija atitinkamos didžiausios leidžiamosios PCDD/F ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracijos, nustatytos Reglamente (EB) Nr. 1881/2006,
- pavienės analizės, atliktos taikant patvirtinamąjį metodą, rezultatas neviršija atitinkamos didžiausios leidžiamosios PCDD/F ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracijos, nustatytos Reglamente (EB) Nr. 1881/2006, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Atliekant atrankinius tyrimus nustatoma ribinė vertė, siekiant nustatyti atitiktį atitinkamai tiriamai PCDD/F arba PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracijai.

Partija neatitinka didžiausios leidžiamosios Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos koncentracijos, jeigu atlikus analizę, taikant patvirtinamąjį metodą, gauta viršutinė ribinė koncentracija, patvirtinta kartotine analize ⁽³⁾, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį be pagrįstos abejonės viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją.

Į matavimo neapibrėžtį galima atsižvelgti vienu iš šių būdų:

- apskaičiuojant išplėstąją neapibrėžtį, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 proc. pasiklovimo lygis. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė, atėmus U, yra didesnė už nustatytą leidžiamą lygį. Jei PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatomi atskirai, siekiant nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos išplėstąją neapibrėžtį turi būti naudojama PCDD/F ir dioksinų tipo PCB atskirų analizės rezultatų išplėtosios neapibrėžties suma,
- nustatant sprendimo ribą (CCa) pagal Komisijos sprendimo 2002/657/EB nuostatas (šio sprendimo I priedo 3.1.2.5 punktas, medžiagų su nustatytu leidžiamu lygiu atvejis). Laikoma, kad partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė yra lygi CCa arba ją viršija.

Šios taisyklės taikomos analizės rezultatui, kuris gaunamas tiriant oficialiai kontrolei skirtą ėminį. Atliekant analizę atsiliepimo į ieškinį ar arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

⁽³⁾ Kartotinė analizė yra būtina tam, kad būtų pašalinta mėginių vidinės tarpusavio taršos arba atsitiktinio sumaišymo galimybė. Pirmoji analizė, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, atliekama siekiant patikrinti atitiktį reikalavimams. Jeigu analizė atliekama nustačius atsitiktinę taršą ir galima atsekti, kad analizei paimti ėminiai yra susiję su tarša, to nereikia patvirtinti atliekant kartotinę analizę.

V. LYGIO, KURĮ PASIEKUS IMAMASI PRIEMONIŲ, VIRŠIJIMAS

Lygis, kurį pasiekus imamos priemonės – priemonė, padedanti atrinkti ėminius tais atvejais, kai svarbu nustatyti taršos šaltinį bei imtis priemonių jį sumažinti ar pašalinti. Atrankiniais metodais nustatomos atitinkamos ribinės vertės, taikomos atliekant šių ėminių atranką. Nustatyti taršos šaltinį ir priemonių jį sumažinti ar pašalinti imamos tik jei lygio, kurį pasiekus imamos priemonių, viršijimas patvirtinamas kartotine analize, taikant patvirtinamąjį metodą ir atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį ⁽⁴⁾.

⁽⁴⁾ Kartotinei analizei, atliekamai vykdant lygio, kurį pasiekus imamos priemonių, kontrolę, taikomas identiškas aprašymas ir reikalavimai kaip nurodytieji 3 išnašoje, taikomi didžiausios leidžiamosios koncentracijos kontrolės atveju.

III PRIEDAS

Mėginių ruošimas ir reikalavimai, keliami analizės metodams, kurie taikomi vykdant oficialią dioksinų (PCDD/PCDF) ir dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolę

1. TAIKYMO SRITIS

Šiame priede nustatyti reikalavimai taikomi, kai maisto produktai tiriami vykdant oficialią 2, 3, 7, 8 padėtyse polichlorintų dibenzo-p-dioksinų (PCDD) ir polichlorintų dibenzofuranų (PCDF) ir dioksinų tipo polichlorintų bifenių (dioksinų tipo PCB) kontrolę ir reguliavimo tikslais.

PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose stebėseną gali būti atliekama siekiant dviejų skirtingų tikslų:

- a) atrinkti tuos mėginius, kuriuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių. Šiuo tikslu gali būti naudojamas atrankinis metodas, leidžiantis pasiekti didelį ekonominį efektyvumą ir našumą, taip padidinant tikimybę aptikti naujus aktyvius cheminės medžiagos veikimo ir rizikos vartotojų sveikatai šaltinius. Prie atrankinių metodų galima priskirti bioanalitinius metodus ir GC/MS metodus. Juos taikant siekiama išvengti klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų. Mėginiuose, kuriuose PCDD/F koncentracija ir PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracija yra didelės, koncentracija turi būti nustatoma (patvirtinama) taikant patvirtinamąjį metodą;
- b) nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentraciją mažo, foninio lygio koncentracijos maisto produktų mėginiuose. Visa tai svarbu siekiant stebėti pokyčius bėgant laikui, poveikio žmonėms vertinimą ir kuriant duomenų bazę, kad būtų galima atlikti lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir didžiausios leidžiamosios koncentracijos pakartotinį vertinimą. Šis tikslas pasiekiamas taikant patvirtinamuosius metodus, leidžiančius vienareikšmiškai identifikuoti ir kiekybiškai nustatyti dominančiu koncentracijos lygmeniu PCDD/F ir dioksinų tipo PCB. Šie metodai gali būti naudojami siekiant patvirtinti rezultatus, gautus taikant atrankinius metodus, ir nustatyti mažą, foninio lygio koncentraciją atliekant maisto produktų stebėseną. Jie taip pat svarbūs nustatant giminingų junginių struktūras, kad būtų galima identifikuoti galimus taršos šaltinius. Taikant šiuos metodus šiuo metu naudojama didelės skyros dujų chromatografija ir didelės skyros masių spektrometrija (HRGC/HRMS).

2. METODŲ KLASIFIKACIJA PAGAL JŲ KIEKYBINIO NUSTATYMO LAIPSNIŲ (1)

Kokybiniai metodai taikomi norint nustatyti, ar yra tiriamųjų analizių, bet tariamosios analizės koncentracija kiekybiškai nenustatoma. Taikant šiuos metodus galima gauti pusiau kiekybinius rezultatus, tačiau jie naudojami tik tam, kad būtų gautas teigiamas arba neigiamas atsakymas į klausimą, ar koncentracija viršija tam tikrą lygį, ar jo neviršija, pvz., aptikimo ribą, kiekybinio nustatymo ribą arba ribines vertes.

Atliekant didžiausios leidžiamosios PCDD/F ir dioksinų tipo PCB pašare koncentracijos ir lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, kontrolę, gali būti taikomi atrankiniai metodai, pagrįsti analizės rezultato ir ribinės vertės palyginimu ir leidžiantys gauti teigiamą arba neigiamą atsakymą į klausimą, ar dominančio lygmens koncentracija nėra kartais viršijama. Šiuo tikslu pradėti taikyti bioanalitiniai metodai. Iš esmės taip pat galėtų būti parengti fizikiniai ir cheminiai metodai, tačiau atsižvelgiant į tai, kad didžiausia leidžiamoji koncentracija ir lygis, kurį pasiekus būtina imtis veiksmų, yra išreikšti TEQ ir kad atitinkamiems atskiriems giminingiems junginiams nustatyti būtina sudėtinga analizė, praktikoje jie nenaudojami.

Taikant *pusiau kiekybinius metodus* nustatoma apytikslė koncentracija, kuri gali būti naudinga kaip informacija apie analizės koncentracijos verčių intervalą ir padėti analizę atliekančiam asmeniui priimti sprendimą dėl kalibravimo intervalo, kad vėliau būtų galima atlikti patvirtinamąjį bandymą ir kokybės kontrolę. Pavyzdžiai:

- bioanalitiniai metodai, kuriuos taikant galima nustatyti tiriamąsias analites, nubrėžti kalibravimo kreivę, atsakyti teigiamai arba neigiamai į klausimą, ar dominančio lygmens koncentracija nėra kartais viršijama, ir išreikšti rezultatą bioanalitiniiais ekvivalentais (BEQ), rodančiais mėginio TEQ vertę,
- fizikinis ir cheminis bandymas (pvz., GC-MS/MS arba GC/LRMS), kurį taikant nustatytosios metodo glaudumo charakteristikos neatitinka kiekybinių bandymų reikalavimų.

(1) Pritaikyta PCDD/F ir dioksinų tipo junginiams remiantis dokumentu „Atrankinių metodų veterinarinių vaistų likučiams nustatyti tvirtinimo gairės“ („Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines“), ES etaloninės veterinarinių vaistų likučių ir teršalų gyvūninės kilmės maisto produktuose tyrimo laboratorijos Fužere, Berlyne ir Bilthovene, 2010 m. sausio 20 d., http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm

Kiekybiniai metodai atitinka tuos pačius tikslumo, dinaminio intervalo ir glaudumo reikalavimus kaip ir patvirtinamieji metodai. Kuomet būtinas kiekybinis nustatymas, šie metodai patvirtinami kaip patvirtinamieji PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatymo metodai, kaip nurodyta šiame dokumente.

3. PAGRINDINIAI FAKTAI

Apskaičiuojant TEQ koncentracijos vertes, atskirų medžiagų koncentracijos konkrečiame mėginyje vertės dauginamos iš jų atitinkamo TEQ koeficiento, kaip nustatyta Pasaulio sveikatos organizacijos ir nurodyta šio priedo priedėlyje, gautos sandaugos sudedamos ir gaunama suminė dioksinų tipo junginių koncentracija, išreikšta TEQ.

Atrankiniai ir patvirtinamieji metodai gali būti taikomi tik atliekant tam tikros matricos kontrolę, jeigu metodai yra pakankamai tikslūs, kad būtų galima patikimai nustatyti dominančio lygmens koncentraciją atitinkančią koncentraciją (lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, arba didžiausią leidžiamąją koncentraciją).

4. KOKYBĖS UŽTIKRINIMO REIKALAVIMAI

— Kiekvienu ėminių ėmimo ir mėginių analizės procedūros etapu turi būti imtasi priemonių, kad būtų išvengta kryžminės taršos.

— Ėminiai turi būti saugomi ir vežami stiklinėse, aliumininėse, polipropileno arba polietileno talpose, pritaikytose taip, kad saugojimas neturėtų poveikio PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracijai ėminiuose. Iš ėminių talpyklų turi būti pašalinami popieriaus dulkių pėdsakai.

— Maisto produktų ėminiai turi būti saugomi ir vežami taip, kad jie nebūtų sugadinti.

— Prireikus kiekvienas laboratorinis mėginys smulkiai sumalamas ir kruopščiai išmaišomas, kad homogenizavimo procesas atitiktų visus reikalavimus (pvz., sumalamas taip, kad prasisijotų pro 1 mm sietelį). Jei drėgnis yra pernelyg didelis, prieš malant mėginiai turi būti išdžiovinami.

— Svarbu patikrinti, ar reagentai, stikliniai indai ir įranga negali turėti įtakos TEQ ar BEQ pagrįstiems rezultatams.

— Tuščiasis tyrimas atliekamas atliekant visą analizę tik be mėginio.

— Taikant bioanalitinius metodus labai svarbu patikrinti, ar nė viename analizei naudojamame stikliniame inde ir tirpikliuose nėra junginių, galinčių sutrukdyti aptikti tikslinius junginius, patenkančius į darbinę sritį. Stikliniai indai praskalaujami naudojant tirpiklius ir (arba) kaitinami tokioje temperatūroje, kad nuo paviršiaus būtų pašalinti PCDD/F, dioksinų tipo junginių ir trukdančiųjų junginių pėdsakai.

— Ekstrahuojant naudojamo mėginio kiekis turi būti toks, kad būtų paisoma reikalavimų, susijusių su pakankamai siaura darbine sritimi, įskaitant dominančio lygmens koncentraciją.

— Specialios nagrinėjamųjų produktų mėginių ruošimo procedūros turi atitikti tarptautiniu mastu pripažintas gaires.

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

5. LABORATORIJOMS TAIKOMI REIKALAVIMAI

— Vadovaujantis Reglamento (EB) Nr. 882/2004 nuostatomis, laboratorijos turi gauti patvirtintos institucijos, veikiančios pagal ISO vadovą 58, akreditaciją, kad užtikrintų analizės kokybę. Laboratorijos turi būti akredituotos pagal EN ISO/IEC 17025 standartą.

— Laboratorijos atliekamų tyrimų ar bandymų kokybė turi būti įrodyta nuolat sėkmingai dalyvaujant tarplaboratoriniuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB atitinkamose maisto produktų matricose ir koncentracijos lygio nustatymo tyrimuose.

— Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis, siekdamos užtikrinti kokybės kontrolę ir patvirtinti įtartinų mėginių analizės rezultatus.

6. PAGRINDINIAI REIKALAVIMAI, KELIAMI DIOKsinŲ (PCDD/F) IR DIOKsinŲ TIPO PCB ANALIZEI
- 6.1. **Darbinės srities siaurumas ir kiekybinio nustatymo riba**
- Dėl ypatingo kai kurių šių junginių toksiškumo turi būti įmanoma aptikti didesnės kaip vieno femtogramo (10^{-15} g) eilės PCDD/F kieki. Daugumos giminingų PCB junginių kiekybinio nustatymo riba gali būti ir vieno nanogramo (10^{-9} g) eilės. Tačiau matuojant toksiškesnius dioksinų tipo giminingus PCB junginius (visų pirma pakeistusius ne orto giminingus junginius), žemesnioji darbinės srities dalis turi atitikti žemesniąją pikogramo (10^{-12} g) eilę.
- 6.2. **Didelis atrankumas (specifiškumas)**
- Reikia skirti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB ir daugybę kitų kartu ekstrahuojamų ir galinčių trukdyti junginių, kurių koncentracija gali būti keliomis eilėmis didesnė nei tiriamų analizių. Taikant dujų chromatografijos / mažos skyros masių spektrometrijos (GC/MS) metodus, būtina skirti įvairius giminingus junginius, pvz., toksiškus giminingus junginius (pvz., septyniolika 2, 3, 7, 8 padėtyse pakeistų PCDD/F ir dvylika dioksinų tipo PCB) ir kitus giminingus junginius.
 - Bioanalitiniai metodai turi būti tokie, kad juos taikant būtų įmanoma aptikti tikslinius junginius kaip PCDD/F ir (arba) dioksinų tipo PCB sumą. Mėginio gryninimo tikslas – pašalinti junginius, dėl kurių gaunami klaidingi neatitikimo nustatymo rezultatai, arba junginius, dėl kurių gali būti ribojamas atsakas ir taip gaunami klaidingi atitikimo nustatymo rezultatai.
- 6.3. **Didelis tikslumas (tikrumas ir glaudumas, tikroji bioanalizės išgava)**
- Taikant GC/MS metodus, apskaičiuojamas pagrįstas tikrosios koncentracijos mėginyje įvertis. Kad būtų galima išvengti mėginio analizės rezultato atmetimo, remiantis labai nepatikimai apskaičiuotu TEQ lygiu, būtinas didelis tikslumas (matavimo tikslumas: matavimo rezultato ir tikrosios arba priskirtosios matavimo vertės atitikimo artumas). Tikslumas išreiškiamas kaip *tikrumas* (išmatuotos analizės koncentracijos sertifikuojoje medžiagoje vidutinės vertės ir sertifikuotos vertės skirtumas, išreikštas kaip šios vertės procentinė dalis) ir *glaudumas* (SSN_R – santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuotas remiantis rezultatais, gautais atkuriamumo sąlygomis).
 - Taikant bioanalitinius metodus, nustatoma tikroji bioanalizės išgava.
- 6.4. **Pagrįstumo tikrinimas dominančios koncentracijos lygmeniu ir bendros kokybės kontrolės priemonės**
- Atlikdamos pagrįstumo tikrinimą ir (arba) įprastinę analizę, laboratorijos įrodo metodo tinkamumą dominančio lygmens koncentracijai tirti, pvz., dominantę koncentracijos lygmenį padauginus iš 0,5, 1 ir 2, esant priimtinaam kartotinės analizės variacijos koeficientui.
 - Turi būti taikomos vidaus kokybės kontrolės priemonės – nuolat atliekama tuščiųjų mėginių kontrolė, žymėtų etalonų įdėjimo bandymai arba kontrolinių mėginių (jei įmanoma, geriau naudoti sertifikuotą pamatinę medžiagą) analizė. Turi būti registruojamos ir tikrinamos tuščiųjų mėginių kontrolės, žymėtų etalonų įdėjimo bandymų arba kontrolinių mėginių analizės kokybės kontrolės diagramos, siekiant užtikrinti, kad analizė atitiktų tinkamumo reikalavimus.
- 6.5. **Kiekybinio nustatymo riba**
- Taikant bioanalitinį atrankinį metodą, nereikalaujama būtinai apibrėžti kiekybinio nustatymo ribą, tačiau turi būti įrodyta, kad taikant šį metodą įmanoma atskirti, kuri vertė yra tuščioji, o kuri – ribinė. Turi būti nustatytas registruojamasis lygis, kad būtų galima pranešti apie mėginius, kurių atveju atsakas neviršija nustatyto BEQ lygio. Kai atsakas nesiekia darbinės srities, registruojamasis lygis turi skirtis nuo tuščiųjų mėginių bent tris kartus. Todėl jis apskaičiuojamas pagal mėginius, kurių sudėtyje yra tikslinių junginių, kurių lygis maždaug atitinka mažiausią reikalaujamą lygį, o ne pagal S/T santykį arba tuščiojo bandymo vertę.
 - Taikant patvirtinamąjį metodą, kiekybinio nustatymo riba turi būti maždaug viena penktoji dominančio lygmens koncentracijos.
- 6.6. **Analizės kriterijai**
- Siekiant gauti patikimus rezultatus, kai taikomi patvirtinamieji ar atrankiniai metodai, TEQ arba BEQ vertė turi atitikti toliau nurodytus kriterijus, nesvarbu, ar ji apskaičiuojama kaip bendra PCDD/F ir dioksinų tipo PCB TEQ vertė (kaip PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma), ar kaip atskiros jų vertės.

	Atranka, taikant bioanalitinius arba fizikinius ir cheminius metodus	Patvirtinamieji metodai
Klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis (*)	< 5 %	
Tikrumas		– 20 % iki + 20 %
Pakartojamumas (SSN _p)	< 20 %	
Atkuriamumas vienoje laboratorijoje (SSN _R)	< 25 %	< 15 %

(*) Nustatant didžiausią leidžiamąją koncentraciją.

6.7. Atrankiniams metodams taikomi specialūs reikalavimai

- Atrankos tikslais galima taikyti ir GC/MS, ir bioanalitinius metodus. GC/MS metodams taikomi reikalavimai nustatyti šio priedo 7 punkte. Bioanalitiniams ląstelių metodams taikomi šio priedo 8 punkte nustatyti specialieji reikalavimai.
- Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis.
- Atliekant įprastinę analizę, būtina patikrinti atrankinio metodo tinkamumą; tai daroma taikant analizės kokybės kontrolę ir nuolat tikrinant metodo pagrįstumą. Turi būti vykdoma tęstinė reikalavimus atitinkančių rezultatų kontrolės programa.
- *Galimo ląstelių atsako slopinimo ir citoksiškumo tikrinimas*

20 proc. mėginio ekstraktų matuojama atliekant įprastinę atranką pridėjus dominančio lygmens koncentracijos 2, 3, 7, 8 eilės TCDD arba be jų, siekiant patikrinti, ar atsaką gali slopinti mėginio ekstrakto esančios jam galinčios trukdyti medžiagos. Išmatuota įdėtosios analizės koncentracija palyginama su nežymėto ekstrakto koncentracijos ir žymėtų etalonų koncentracijos suma. Jeigu ši išmatuota koncentracija yra daugiau kaip 25 proc. mažesnė už apskaičiuotą (suminę) koncentraciją, tai reiškia galimą signalo slopinimą ir kad turi būti atlikta atitinkamo mėginio patvirtinamoji analizė, taikant GC/HRMS. Rezultatai registruojami ir stebimi naudojant kokybės kontrolės diagramas.

- *Reikalavimus atitinkančių mėginių kokybės kontrolė*

Priklausomai nuo mėginių matricos ir laboratorijos patirties, taikant GC/HRMS, patikrinama maždaug 2–10 proc. reikalavimus atitinkančių mėginių.

- *Klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies nustatymas pagal kokybės kontrolės duomenis*

Atlikus mėginių atrankinį tyrimą, nustatoma didžiausią leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijanti arba jų neviršijanti klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis. Faktinė klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis turi būti mažesnė kaip 5 proc.

Kai po reikalavimus atitinkančių mėginių kokybės kontrolės gaunama mažiausiai 20 patvirtintų kiekvienos matricos (matricos grupės) rezultatų, išvados dėl klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies daromos iš šių duomenų. Žiedinės reakcijos tyrimo arba atsiktinės taršos metu tirtų mėginių, kurių koncentracija yra, pvz., iki dviejų kartų didesnė nei didžiausia leidžiamoji koncentracija, rezultatai taip pat gali būti įtraukti tarp tų mažiausiai 20 rezultatų, kuriais remiantis vertinama klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis. Mėginiai imami taip, kad būtų atsižvelgta į dažniausiai pasitaikančias giminingų junginių struktūras ir šaltinių įvairovę.

Nors atliekant atrankinius tyrimus reikėtų siekti nustatyti mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies nustatymo kriterijumi laikoma didžiausia leidžiamoji koncentracija, atsižvelgiant į patvirtinamojo metodo matavimo neapibrėžtį.

- Po atrankinio tyrimo mėginiai, kurie gali neatitikti reikalavimų, turi būti visuomet tikrinami taikant patvirtinamąjį analizės metodą (GC/HRMS). Šiuos mėginius galima naudoti ir tada, kai vertinama klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dalis. Taikant atrankinius metodus, *klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dalis* – tie rezultatai, kurių atitiktis reikalavimams patvirtinama patvirtinamosios analizės būdu, atlikus GC/HRMS, nors ankstesnės atrankos metu ir būta įtarimų, kad mėginys neatitinka reikalavimų. Tačiau atrankinio metodo naudingumo vertinimas grindžiamas reikalavimų neatitinkančių klaidingų mėginių ir bendro patikrintų mėginių skaičiaus palyginimu. Minėta dalis turi būti pakankamai maža, kad atrankinis metodas pasiteisintų.

- Bent tikrinant pagrįstumą, kai taikomi bioanalitiniai metodai, turi būti įmanoma gauti pagrįstą TEQ lygį, apskaičiuotą ir išreikštą BEQ.
- Taip pat ir tuo atveju, kai bioanalitiniai metodai taikomi pakartojamumo sąlygomis, SSN_r vienoje laboratorijoje paprastai bus mažesnis nei atkuriamumo SSN_r .

7. GC/HRMS METODAMS TAIKOMI SPECIALIEJI REIKALAVIMAI, KURIŲ BŪTINA LAIKYTIŠ ATLIKANT ATRANKĄ ARBA PATVIRTINIMO TIKSLAIS

7.1. Bendrieji reikalavimai

- Maisto produktų, kurių tarša yra maždaug 1 pg PSO-TEQ/g riebalų (remiantis PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma), viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas turi neviršyti 20 proc. Maisto produktams su mažu riebalų kiekiu turi būti taikomi tie patys taršos lygio reikalavimai, jei taršos koncentracija yra maždaug 1 pg PSO-TEQ/g produkto. Jeigu tarša mažesnė, pvz., 0,5 pg PSO-TEQ/g produkto, viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas gali būti 25–40 proc.

7.2. Išgavos kontrolė

- Siekiant patikrinti analizės pagrįstumą, prieš pat taikant analizės metodą, pvz., prieš ekstrahavimą, turi būti pridėdama 2, 3, 7, 8 pozicijose chlorintų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais ir dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais. Turi būti pridėta bent po vieną giminingą junginį, skirtą kiekvienai homologinei eilei nuo tetrachlorintų iki oktachlorintų PCDD/F ir bent po vieną giminingą junginį, skirtą kiekvienai dioksinų tipo PCB homologinei eilei (arba bent po vieną giminingą junginį, skirtą kiekvieno jono, atrinkto taikant masių spektrometriją, registravimo funkcijai atlikti, kad būtų galima stebėti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB). Taikant patvirtinamuosius metodus, naudojami visi 17 2, 3, 7, 8 padėtyse pakeistų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais ir visi 12 dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais.
- Taip pat nustatomi santykiniai atsako koeficientai, taikomi tiems giminingiems junginiams, kurių atveju į atitinkamus kalibravimo tirpalus nepridėta jokių žymėtų ^{13}C analogų.
- Jeigu augalinių ir gyvūninių maisto produktų sudėtyje yra mažiau kaip 10 proc. riebalų, vidinius etalonus būtina įdėti prieš ekstrahavimą. Jeigu gyvūninių maisto produktų sudėtyje yra daugiau kaip 10 proc. riebalų, vidiniai etalonai gali būti įdedami prieš ekstrahuojant riebalus arba po to. Turi būti atliktas atitinkamas ekstrahavimo efektyvumo pagrįstumo tikrinimas, atsižvelgiant į tai, kuriuo etapu buvo įdėta vidinių etalonų ir ar rezultatai registruojami pagal produktą, ar pagal riebalus.
- Prieš GC/MS analizę įdedamas vienas arba du (pakaitiniai) išgavos etalonai.
- Būtina atlikti išgavos kontrolę. Taikant patvirtinamuosius metodus, atskirų vidinių etalonų išgavos vertės turi būti nuo 60 iki 120 proc. Mažesnės arba didesnės atskirų giminingų junginių išgavos vertės, ypač kai kurių heptachlorintų ir oktachlorintų dibenzo-p-dioksinų ir dibenzofuranų, priimtinos su sąlyga, kad jų indėlis į TEQ vertę yra ne didesnis kaip 10 proc. suminės TEQ vertės (remiantis PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma). Taikant GC/MS atrankinius metodus, išgavos vertės turi būti nuo 30 iki 140 proc.

7.3. Trukdančiųjų medžiagų pašalinimas

- PCDD/F nuo trukdančiųjų chlorintų junginių, tokių kaip ne dioksinų tipo PCB ir chlorinti difenileteriai, atskiriami taikant tinkamus chromatografijos metodus (pageidautina naudoti florisilio, aliuminio oksido ir (arba) anglies kolonėlę).
- Pakanka atlikti izomerų atskyrimą, taikant dujų chromatografiją (< 25 proc. nuo 1,2,3,4,7,8-HxCDF smailės iki 1,2,3,6,7,8-HxCDF smailės).

7.4. Kalibravimas standartine kreive

- Kalibravimo kreivės intervalas turi atitikti atitinkamą dominančio lygmens koncentracijos intervalą.

8. SPECIALIEJI BIOANALITINIŲ METODŲ REIKALAVIMAI

Bioanalitiniai metodai – biologinių principų taikymu pagrįsti metodai, pvz., ląstelių, juslių arba imuniniai tyrimai. Šiame 8 punkte nustatomi bendrieji reikalavimai, taikomi bioanalitiniais metodams.

Taikant atrankinį metodą, iš esmės pripažįstama, kad mėginys atitinka reikalavimus arba kad jo atitiktis kelia įtarimų. Šiuo tikslu apskaičiuotas BEQ lygis palyginamas su ribine verte (žr. 8.3 punktą). Ribinės vertės nesiekiantys mėginiai pripažįstami atitinkančiais reikalavimus, o ją siekiančių arba viršijančių mėginių atitiktis pripažįstama keliančia įtarimų, todėl juos būtina ištirti taikant patvirtinamąjį metodą. Praktikoje BEQ lygis, atitinkantis 2/3 didžiausios leidžiamosios koncentracijos, gali būti naudojamas kaip tinkamiausia ribinė vertė, kurią taikant galima užtikrinti mažesnę nei 5 proc. klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalį ir priimtina neatitikimo nustatymo rezultatų dalį. PCDD/F ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumai nustačius skirtingą didžiausią leidžiamąją koncentraciją ir tikrinant mėginių atitiktį be frakcionavimo, būtina nustatyti atitinkamas ribines bioanalizės vertes, taikomas PCDD/F. Tikrinant lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijančius mėginius, ribine verte gali būti laikoma atitinkamo procentinio dydžio dominantanti koncentracija.

Be to, taikant tam tikrus bioanalitinius metodus, gali būti nurodyta BEQ išreikšta orientacinė koncentracija, kai mėginiai atitinka darbinę sritį ir viršija registruojamąjį lygį (žr. 8.1.1 ir 8.1.6 punktus).

8.1. Bandyto atsako vertinimas

8.1.1. Bendrieji reikalavimai

- Kai koncentracija apskaičiuojama pagal TCDD kalibravimo kreivę, bus pastebimas didelis skirtumas tarp žemutinėje ir viršutinėje kreivės dalyse nurodytų koncentracijos verčių (didelis pokyčio koeficientas). Darbinė sritis – tai dalis, kurioje tas pokytis yra mažesnis nei 15 proc. Žemutinė darbinės srities dalis (registruojamasis lygis) dar labiau padidinama (bent tris kartus) ir nustatoma virš tuščiųjų mėginių. Viršutinė darbinės srities dalis paprastai išreiškiama EC_{70} verte (70 proc. didžiausios efektyviosios koncentracijos), tačiau ji yra žemesnė, jeigu šioje srityje pokytis yra didesnis kaip 15 proc. Darbinė sritis nustatoma tikrinant pagrįstumą. Ribinės vertės (žr. 8.3 punktą) turi neabejotinai būti darbinės srities ribose.
- Lygiagrečiai tiriami bent standartiniai tirpalai ir mėginių ekstraktai. Atliekant lygiagrečiuosius tyrimus, standartinio tirpalo arba kontrolinio ekstrakto tyrimas atliekamas 4–6 plokštelės akutėse, o atsakas arba koncentracija gaunami, kai pokytis yra mažesnis nei 15 proc. (įmanoma tik darbinės srities ribose).

8.1.2. Kalibravimas

8.1.2.1. Kalibravimas standartinė kreivė

- Koncentracija mėginiuose gali būti įvertinama lyginant bandymo atsaką ir TCDD (arba PCB 126 ar standartinio PCDD/F ir dioksinų tipo PCB mišinio) kalibravimo kreivę, siekiant apskaičiuoti BEQ lygį ekstrakto, o vėliau ir mėginyje.
- Kalibravimo kreivės turi būti sudarytos iš 8–12 koncentracijos verčių (sugrupuotų bent po dvi), kad jų neturėtų žemutinėje kreivės dalyje (darbinėje srityje). Ypač atkreipiamas dėmesys į tai, kad kreivė atitiktų darbinę sritį. Pati R^2 vertė neturi jokios arba beveik jokios reikšmės vertinant kreivių atitikimo savybę nelinejinės regresijos būdu. Geresnis kreivių atitikimas bus pasiektas minimaliai sumažinus skirtumą tarp apskaičiuoto ir išmatuoto lygių kreivės darbinėje srityje (pvz., kuo labiau sumažinus kvadratu pakeltų likučių sumą).
- Vėliau apskaičiuotoji koncentracija mėginio ekstrakto patikslinama atsižvelgiant į BEQ lygį, apskaičiuotą pagal matricą ir (arba) tuščiąjį tirpiklio mėginį (siekiant atsižvelgti į naudojamų tirpiklių ir cheminių medžiagų priemaišas) ir tikrąją išgavą (apskaičiuotą pagal BEQ lygį tinkamuose kontroliniuose mėginiuose su panašios struktūros giminingais junginiais, tiriamais dominančios koncentracijos lygmeniu). Norint patikslinti išgavą, tikroji išgava turi niekada neviršyti nustatyto intervalo (žr. 8.1.4 punktą). Tikslinant išgavą naudojami kontroliniai mėginiai turi atitikti 8.2 punkte nustatytus reikalavimus.

8.1.2.2. Kalibravimas naudojant kontrolinius mėginius

Kaip alternatyva gali būti naudojama kalibravimo kreivė, parengta bent iš keturių tiriamųjų kieki atitinkančių kontrolinių mėginių (žr. 8.2. punktą: viena tuščioji matrica ir trys kontroliniai mėginiai, dominančios koncentracijos lygmeniu padauginți iš 0,5, 1 ir 2), kurios nereikėtų tikslinti pagal tuščiąją vertę ir išgavą. Šiuo atveju 2/3 didžiausios leidžiamosios koncentracijos atitinkantis tyrimo atsakas (žr. 8.3 punktą) gali būti apskaičiuotas tiesiogiai pagal šiuos mėginius ir naudojamas kaip ribinė vertė. Tikrinant mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ribine verte gali būti laikoma to lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, procentinė dalis.

8.1.3. Atskiras PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatymas

Ekstraktai gali būti dalijami į frakcijas, kurių sudėtyje yra PCDD/F ir dioksinų tipo PCB, kad būtų galima atskirai nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB TEQ lygius (išreikštus BEQ). Frakcijos, kurios sudėtyje yra dioksinų tipo PCB, rezultatams įvertinti geriausia naudoti standartinę PCB 126 kalibravimo kreivę.

8.1.4. Tikrosios bioanalizės išgavos vertės

Tikroji bioanalizės išgava apskaičiuojama analizuojant tinkamus kontrolinius mėginius su panašios struktūros giminingais junginiais, tiriamais dominančios koncentracijos lygmeniu, ir kurie, palyginti su TEQ lygiu, yra išreikšti kaip BEQ lygio procentinis dydis. Priklausomai nuo taikomos analizės tipo ir TEF⁽¹⁾, dėl TEF ir REP koeficientų, taikomų dioksinų tipo PCB, tikrosios dioksinų tipo PCB išgavos vertės, palyginti su PCDD/F, gali būti mažesnės. Dėl to, kai PCDD/F ir dioksinų tipo PCB yra nustatomi atskirai, tikrosios bioanalizės išgavos vertės turi būti tokios: dioksinų tipo PCB – nuo 25 iki 60 proc., PCDD/F – nuo 50 iki 130 proc. (intervalai, taikomi TCDD kalibravimo kreivei). Dioksinų tipo PCB indėlis į PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumą skirtingose matricose ir mėginiuose skiriasi, tad tuos intervalus atitinka tikrosios bioanalizės išgavos verčių, kurios turi būti nuo 30 iki 130 proc., suma.

8.1.5. Išgavos verčių kontrolė po gryninimo

— Tikrinant pagrįstumą patikrinama, ar gryninant nesumažėjo junginių. Turi būti išgrynintas (kai n yra bent 3) tuščiasis mėginys, į kurį įdėta įvairių giminingų junginių mišinio, ir, taikant GC/HRMS analizę, patikrinta išgava ir kintamumas. Išgava turi būti nuo 60 iki 120 proc., visų pirma tų giminingų junginių, kurių indėlis į TEQ lygį įvairiuose mišiniuose viršija 10 proc.

8.1.6. Registruojamasis lygis

— Kai registruojami BEQ lygiai, registruojamasis lygis nustatomas pagal atitinkamų matricų mėginius, kuriuose yra tipiškos struktūros giminingų junginių, o ne pagal etalonų kalibravimo kreivę, kadangi žemutinėje jos intervalo dalyje trūksta duomenų glaudumo. Turi būti atsižvelgiama į ekstrahavimo ir gryninimo poveikį. Registruojamasis lygis padidinamas (bent tris kartus) ir nustatomas virš tuščiųjų mėginių.

8.2. Kontrolinių mėginių naudojimas

— Kontroliniai mėginiai išreiškia į dominančio lygmens koncentracijos (didžiausios leidžiamosios koncentracijos ar lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių) intervalą patenkančių PCDD/F ir dioksinų tipo PCB mėginių matricą, giminingų junginių struktūrą ir koncentracijos verčių intervalus.

— Į kiekvieną bandymų eilę turi būti įtraukiamas dominančios koncentracijos lygmeniu tiriamas tuščiasis mėginys, arba pageidautina tuščioji matrica, ir kontrolinis mėginys. Šie mėginiai turi būti ekstrahuojami ir tiriami tuo pat metu tapačiomis sąlygomis. Naudojant kontrolinį mėginį, palyginti su tuščiuoju mėginiu, turi būti gautas akivaizdžiai aukštesnės vertės atsakas, taip užtikrinant tyrimo tinkamumą. Šiuos mėginius galima naudoti tuščiosios vertės ir išgavos tikslinimo tikslais.

— Išgavos tikslinimo tikslais atrinkti kontroliniai mėginiai turi atitikti bandomuosius mėginius, t. y. koncentracija negali būti nepakankamai įvertinta dėl giminingų junginių struktūros.

— Gali būti papildomai įtraukta iš 0,5 ir 2 padauginto dominančio koncentracijos lygio kontrolinių mėginių, siekiant įrodyti, kad dominančių koncentracijos verčių bandymas tinka dominančio lygmens koncentracijai kontroliuoti. Šie mėginiai gali būti kartu naudojami apskaičiuojant BEQ lygį bandomuosiuose mėginiuose (žr. 8.1.2.2 punktą).

8.3. Ribinių verčių nustatymas

Turi būti nustatomas BEQ išreikštų bioanalizės rezultatų ir TEQ išreikštų GC/HRMS rezultatų ryšys (pvz., atliekant kalibravimo matricomis bandymus, naudojant iš 0, 0,5, 1 ir 2 padaugintos didžiausios leidžiamosios koncentracijos žymėtus kontrolinius mėginius ir kiekvienu lygiu atliekant šešis pakartojimus (n = 24)). Remiantis šiuo ryšiu galima įvertinti korekcijos koeficientus (tuščiąją vertę ir išgavą), tačiau kiekvienoje bandymų eilėje jie tikrinami įtraukiant tuščiąjį mėginį arba tuščiąją matricą ir išgavos mėginius (žr. 8.2 punktą).

Ribinės vertės nustatomos priimant sprendimą dėl mėginių atitikties didžiausiai leidžiamajai koncentracijai arba kontroliuojant lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, jei taikytina, atitinkamo dominančio lygmens koncentraciją nustatant arba atskirai PCDD/F ir dioksinų tipo PCB, arba PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumai. Jos atitinka žemutinę bioanalitinių rezultatų pasiskirstymo dalį (patikslinus pagal tuščiąją vertę ir išgavą), atitinkančią GC/HRMS sprendimo ribą, remiantis 95 proc. pasiskirstymo lygiu, kai klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis yra mažesnė nei 5 proc. ir SSN_R yra mažesnis nei 25 proc. GC/HRMS sprendimo riba reiškia didžiausią leidžiamąją koncentraciją, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Praktikoje ribinė vertė (išreikšta BEQ) gali būti apskaičiuota remiantis vienu iš toliau nustatytų būdų (žr. 1 pav.).

⁽¹⁾ Dabartiniai reikalavimai grindžiami TEF, paskelbtais leidinyje *Toxicol. Sci.* 93 (M. Van den Berg *et al.*, 93 (2), 223–241 (2006)).

Ribinių verčių apskaičiavimas, remiantis 95 proc. pasiklovimo lygiu, darant prielaidą, kad klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis yra mažesnė nei 5 proc., o SSN_R yra mažesnis nei 25 proc.: 1) remiantis žemutine 95 proc. prognozavimo intervalo sritimi ties HRGC/HRMS sprendimo riba; 2) remiantis mėginių, užterštų ties HRGC/HRMS sprendimo riba ir atitinkančia žemutinį galinį duomenų pasiskirstymo (paveiksle atvaizduota išlenkta kreive) atitinkamoje vidutinėje BEQ vertėje tašką, daugkartine analize ($n \geq 6$).

8.3.4. Ribinėms vertėms taikomi apribojimai

Pagal SSN_R , gautą tikrinant pagrįstumą ir naudojant ribotą skaičių mėginių, kurių matricos ir (arba) giminingų junginių struktūros skiriasi, apskaičiuotos BEQ pagrįstos ribinės vertės gali būti didesnės nei TEQ pagrįsta dominančio lygmens koncentracija, atsižvelgiant į didesnę glaudumą, skirtingai nei įprastinėmis sąlygomis, kai reikia kontroliuoti nežinomą galimų giminingų junginių struktūrų spektrą. Tokiais atvejais ribinės vertės apskaičiuojamos pagal SSN_R , kai jis yra 25 proc., arba pasirenkama dvi trečiosios dominančio lygmens koncentracijos.

8.4. Efektyvumo charakteristikos

- Kadangi taikant bioanalitinius metodus negalima naudoti vidinių etalonų, turi būti atliekami pakartojamumo tyrimai, siekiant gauti informacijos apie standartinį nuokrypį per tos pačios eilės tyrimus ir tarp skirtingų eilių tyrimų. Pakartojamumas turi būti mažesnis nei 20 proc., atkuriamumas vienoje laboratorijoje – mažesnis nei 25 proc. Tai grindžiama apskaičiuota koncentracija, išreikšta BEQ ir patikslinta pagal tuščiąją vertę ir išgavą.
- Tikrinant pagrįstumą, turi būti įrodoma, kad tyrimo galimybės leidžia atskirti tuščiąjį mėginį nuo ribinę vertę atitinkančios koncentracijos ir taip identifikuoti mėginius, viršijančius atitinkamą ribinę vertę (žr. 8.1.2 punktą).
- Turi būti nustatyti tiksliniai junginiai, galimi trukdžiai ir didžiausia toleruotina tuščiojo mėginio koncentracija.
- Atsako arba pagal jį, triskart nustatčius mėginio ekstraktą, apskaičiuotos koncentracijos (įmanoma tik darbinės srities ribose) standartinio nuokrypio dydis turi neviršyti 15 proc.
- Atliekant bioanalitinio metodo efektyvumo per pastovų laiką vertinimą, naudojami nepatikslingi kontrolinio (-ių) mėginio (-ių) rezultatai, išreikšti BEQ (tuščiasis mėginys ir dominančio lygmens koncentracija).
- Turi būti registruojamos ir tikrinamos tuščiųjų mėginių ir kiekvieno tipo kontrolinių mėginių kokybės kontrolės diagramos, siekiant užtikrinti, kad analitinis efektyvumas atitiktų reikalavimus, visų pirma tuštiesiems mėginiams nustatyto mažiausio reikalaujamo atstumo nuo žemutinės darbinės srities dalies ir kontrolinių mėginių atkuriamumo vienoje laboratorijoje. Tuštieji mėginiai turi būti gerai kontroliuojami, kad būtų išvengta klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų, kai atliekamas atėmimo veiksmas.
- Turi būti renkami tiriant įtartinus mėginius ir 2–10 proc. reikalavimus atitinkančių mėginių (mažiausiai 20 mėginių vienai matricai) taikytos GC/HRMS rezultatai; jie naudojami vertinant atrankinio metodo efektyvumą ir BEQ bei TEQ ryšį. Ši duomenų bazė gali būti naudojama atliekant pakartotinį ribinių verčių, taikomų įprastiniams mėginiams, kai naudojamos patvirtintos matricos, vertinimą.
- Metodo efektyvumas gali būti įrodytas žiedinės reakcijos tyrimais. Mėginių žiedinės reakcijos tyrimų rezultatai, apimantys, pvz., 2 kartus didesnę koncentracijos verčių intervalą nei didžiausia leidžiama koncentracija, taip pat gali būti įtraukti į klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies vertinimą, jeigu pavyksta įrodyti, kad laboratorija yra tinkamai kvalifikuota. Mėginiai imami taip, kad būtų atsižvelgta į dažniausiai pasitaikančias giminingų junginių struktūras ir šaltinių įvairovę.
- Atsitikus incidentui, ribinės vertės gali būti vertinamos pakartotinai, siekiant atsižvelgti į šio konkretaus incidento metu naudotas konkrečias matricas ir giminingų junginių struktūras.

9. REZULTATŲ ATASKAITA

Patvirtinamieji metodai

- Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų PCDD/F ir PCB giminingų junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidutinė ribinė koncentracija, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir juos būtų galima aiškinti laikantis specialųjų reikalavimų.
- Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir pranešamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausia leidžiama koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, išreikšti riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 proc. (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); kitiems mėginiams lipidų kiekio nustatyti nebūtina.

- Turi būti pateiktos atskirų vidinių etalonų išgavos vertės, jei išgavos vertės neatitinka 7.2 punkte nurodyto intervalo, jei viršijama didžiausia leidžiamoji koncentracija ir visais kitais atvejais, kai to prašoma.
- Kadangi sprendžiant, ar mėginys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametą taip pat reikia pranešti. Todėl analizės rezultatai ataskaitoje pateikiami kaip $x \pm U$, čia x – analizės rezultatas, U – išplėstoji matavimo neapibrėžtis, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 proc. pasiklovimo lygis. Jeigu PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatomi atskirai, apskaičiuojant PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumą naudojama apskaičiuota atskirų PCDD/F ir dioksinų tipo PCB analizės rezultatų išplėstųjų neapibrėžčių suma.
- Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCa (kaip aprašyta II priedo IV.2 punkte), šį parametą reikia pranešti.
- Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir bent tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija.

Bioanalitiniai atrankiniai metodai

- Atrankos rezultatas įvardijamas kaip atitinkantis reikalavimus arba įtariamą neatitinkantį reikalavimų (*itartinas*).
- Be to, gali būti nurodyta PCDD/F ir (arba) dioksinų tipo PCB koncentracija, išreikšta BEQ, o ne TEQ (žr. III priedo 2 punktą).
- Jeigu apskaičiuoto BEQ lygio matavimo neapibrėžtis pateikiama kaip, pavyzdžiui, standartinis nuokrypis, ji turi būti pagrįsta mažiausiai triguba mėginio analize (įskaitant ekstrahavimą, gryninimą ir bandymo atsako nustatymą).
- Mėginiai, kurių atsakas mažesnis nei registruojamasis lygis, nurodomi kaip nesiekiantys registruojamojo lygio.
- Dėl kiekvieno mėginio matricos tipo ataskaitoje nurodoma dominančio lygmens koncentracija (didžiausia leidžiamoji koncentracija, lygis, kurį pasiekus imamas priemonių), kuria grindžiamas vertinimas.
- Ataskaitoje nurodomas atlikto tyrimo tipas, pagrindinis tyrimo principas ir kalibravimo rūšis.
- Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir pranešamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamas priemonių, išreikšti riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 proc. (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); kitiems mėginiams lipidų kiekio nustatyti nebūtina.

III PRIEDO priedėlis

PSO TEF, skirti žmonėms keliamai rizikai vertinti, pagrįsti Pasaulio sveikatos organizacijos (PSO) tarptautinės cheminės saugos programos (IPCS) specialistų posėdžio, surengto 2005 m. birželio mėn. Ženevoje, išvadomis (*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).*)

Giminingas junginys	TEF vertė	Giminingas junginys	TEF vertė
Dibenzo-p-dioksinais (PCDD)		Dioksinų tipo PCB: ne orto PCB ir mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<i>Ne orto PCB</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		
Dibenzofuranai (PCDF)		<i>Mono-orto PCB</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		

Vartojamos santrumpos: T – tetra; Pe – penta; Hx – hekso; Hp – hepta; O – okta; CDD – chlordibenzodioksinas; CDF – chlordibenzofuranas; CB – chlorbifenilas.

IV PRIEDAS

Mėginių ruošimas ir reikalavimai, keliami analizės metodams, kurie taikomi vykdant oficialią ne dioksinų tipo PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ir 180) koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolę**1. Taikomi nustatymo metodai**

Dujų chromatografija su elektronų pagavos detekcija (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS arba lygiaverčiai metodai.

2. Tiriamųjų analizių identifikavimas ir patvirtinimas

— Santykinė sulaikymo trukmė, atsižvelgiant į vidinius ar kontrolinius etalonus (priimtinas nuokrypis yra +/- 0,25 proc.).

— Visi šeši indikatoriniai PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ir 180) atskiriami nuo trukdančiųjų medžiagų, visų pirma nuo kartu išplaunamų PCB, taikant dujų chromatografiją, ypač jeigu mėginių koncentracija neviršija teisėtų ribų ir turi būti patvirtintas neatitikimas.

Pastaba. Nustatyta, kad dažnai kartu išplaunami yra, pvz., PCB 28 ir 31, PCB 52 ir 69, taip pat PCB 138, 163 ir 164. Be to, taikant GC/MS, turi būti atsižvelgiama į galimus didesnės eilės chlorintų giminingų junginių fragmentų trukdžius.

— GC/MS metodams:

— Turi būti stebima bent:

— du specialieji jonai, kai taikoma HRMS,

— du specialieji jonai, kurių $m/z > 200$, arba trys specialieji jonai, kurių $m/z > 100$, kai taikoma LRMS,

— 1 pradinis ir 2 antriniai jonai, kai taikoma tandeminė masių spektrometrija (MS-MS).

— Didžiausios leidžiamos nuokrypos, taikomos atrinktų masių fragmentų pertekliaus santykiams:

Santykinis pasirinktų masių fragmentų pertekliaus santykio nuokrypis nuo teorinio arba tikslinio jono (dažniausiai kontroliuojamo jono) ir identifikacinio (-ių) jono (-ų) kalibravimo etalono.

Santykinis identifikacinio (-ių) jono (-ų) intensyvumas, palyginti su tiksliu jonu	GC-EI-MS (santykinis nuokrypis)	GC-CI-MS, GC-MS ⁿ (santykinis nuokrypis)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20–50 %	± 15 %	± 25 %
> 10–20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(*) Yra pakankamai masių fragmentų, kurių santykinis intensyvumas didesnis kaip 10 proc., todėl nerekomenduojama naudoti identifikacinio (-ių) jono (-ų), kurio (-ių) santykinis intensyvumas, palyginti su tiksliu jonu yra mažesnis kaip 10 proc.

— GC/ECD metodams:

Leidžiamąsias nuokrypas viršijantys rezultatai patvirtinami naudojant dvi dujų chromatografijos kolonėles, kai nejudrios fazės yra skirtingo poliškumo.

3. Metodo efektyvumo įrodymas

Patvirtinimas dominančio lygmens koncentracijos intervale (dominančio lygmens koncentracija padauginta iš 0,5–2), taikant priimtina pakartotos analizės pokyčio koeficientą (žr. 8 punkte nustatytus tarpinio glaudumo reikalavimus).

4. Kiekybinio nustatymo riba

Tuščiosios vertės turi neviršyti 30 proc. taršos lygio, atitinkančio didžiausią leidžiamąją koncentraciją (¹).

5. Kokybės kontrolė

Nuolatinė tuščiųjų mėginių kontrolė, žymėtų etalonų ir kokybės kontrolės mėginių analizė, dalyvavimas atitinkamos srities tarplaboratoriniuose tyrimuose su atitinkamomis matricomis.

(¹) Primygtinai rekomenduojama, kad tuščiosios reagento vertės indėlis į teršalo kiekį mėginyje būtų mažesnis. Laboratorija privalo rūpintis, kad tuščiųjų verčių pokytis būtų kontroliuojamas, ypač kai tuščiosios vertės yra atimamos.

6. Išgavos kontrolė

- Turi būti naudojami tinkami vidiniai etalonai, kurių fizikinės ir cheminės savybės būtų palyginamos su tiriamosiomis analitėmis.
- Vidinių etalonų įdėjimas:
 - Įdėjimas į produktus (prieš ekstrahavimą ir gryninimą).
 - Taip pat galima įdėti į ekstrahuotus riebalus (prieš gryninimą), jei didžiausia leidžiamoji koncentracija yra išreikšta riebalų pagrindu.
- Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami visi šeši indikatoriniai giminingi PCB junginiai su žymėtais izotopais:
 - rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes,
 - paprastai priimtinos vidinių etalonų su žymėtais izotopais išgavos vertės nuo 50 iki 120 proc.,
 - mažesnės arba didesnės išgavos vertės priimtinos, jeigu atskiri giminingi junginiai sudaro mažiau nei 10 proc. šešių indikatorinių PCB sumos.
- Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami ne visi šeši vidiniai etalonai su žymėtais izotopais arba naudojami kiti vidiniai etalonai:
 - kiekvieno mėginio vidinio (-ių) etalono (-ų) išgavos kontrolė,
 - priimtinos vidinio (-ių) etalono (-ų) išgavos vertės – nuo 60 iki 120 proc.,
 - rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes.
- Nežymėtų giminingų junginių išgavos vertės tikrinamos naudojant žymėtuosius arba kokybės kontrolės mėginius, kurių koncentracijos vertės patenka į dominančio lygmens koncentracijos intervalą. Priimtinos šių giminingų junginių išgavos vertės – nuo 70 iki 120 proc.

7. Laboratorijoms taikomi reikalavimai

Pagal Reglamento (EB) Nr. 882/2004 nuostatas laboratorijos turi gauti patvirtintos institucijos, veikiančios pagal ISO vadovą 58, akreditaciją, kad užtikrintų analizės kokybę. Laboratorijos turi būti akredituotos pagal EN ISO/IEC 17025 standartą.

8. Efektyvumo charakteristikos. Šešių indikatorinių PCB, atitinkančių dominančio lygmens koncentraciją, sumai taikomi kriterijai

Tikrumas	– 30 iki + 30 %
Tarpinis glaudumas (RSD, %)	≤ 20 %
Viršutinės ir žemutinės ribinių koncentracijų apskaičiavimo skirtumas	≤ 20 %

9. Rezultatų ataskaita

- Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų PCB giminingų junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidutinė ribinė koncentracija, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir juos būtų galima aiškinti laikantis specialųjų reikalavimų.
- Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir pranešamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija, išreikšta riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 proc. (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); kitiems mėginiams lipidų kiekio nustatyti nebūtina.
- Turi būti pateiktos atskirų vidinių etalonų išgavos vertės, jei išgavos vertės neatitinka 6 punkte nurodyto intervalo, jei viršijama didžiausia leidžiamoji koncentracija ir visais kitais atvejais, kai to prašoma.
- Kadangi sprendžiant, ar mėginys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametą taip pat reikia pranešti. Todėl analizės rezultatai ataskaitoje pateikiami kaip $x \pm U$, čia x – analizės rezultatas, U – išplėstoji matavimo neapibrėžtis, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 proc. pasikliovimo lygis.
- Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCa (kaip aprašyta II priedo IV.1 punkte), šį parametą reikia pranešti.
- Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir (bent) tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija.