

KOMISIJOS REGLAMENTAS (ES) Nr. 278/2012**2012 m. kovo 28 d.****kuriuo dėl dioksinų ir polichlorintų bifenilų koncentracijos nustatymo iš dalies keičiamas
Reglamentas (EB) Nr. 152/2009****(Tekstas svarbus EEE)**

EUROPOS KOMISIJA,

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) 2002 m. gegužės 7 d. Europos Parlamento ir Tarybos direktyvoje 2002/32/EB dėl nepageidaujamų medžiagų gyvūnų pašaruose⁽²⁾ nustatyta didžiausia leidžiamoji dioksinų, furanų ir polichlorintų bifenilų (toliau – PCB) koncentracija pašare ir lygis, kurį pasiekus valstybės narės inicijuoja tyrimus, siekdamos nustatyti tų medžiagų šaltinius;
- (2) 2009 m. sausio 27 d. Komisijos reglamente (EB) Nr. 152/2009, nustatančiame oficialiai pašarų kontrolei taikytinus Bendrijos ėminių ėmimo ir analizės metodus⁽³⁾, pateikti polichlorintų dibenzo-p-dioksinų (toliau – PCDD), polichlorintų dibenzofuranų (toliau – PCDF) ir dioksinų tipo polichlorintų bifenilų (toliau – PCB) koncentracijos nustatymo pašare metodai;
- (3) mėginiai, kuriuose yra didelė polichlorintų dibenzo-p-dioksinų bei polichlorintų dibenzofuranų (toliau – PCDD/F) ir dioksinų tipo PCB koncentracija, gali būti nustatyti taikant atrankinį analizės metodą, pasižymintį visuotinai pripažįstamu rezultatų pagrįstumu ir dideliu našumu (pageidautina, kad būtų atrenkami ėminiai, kurių koncentracija yra tokio lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir būtinai būtų atrinkti ėminiai, kurių didžiausia leidžiamoji koncentracija viršyta). PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentraciją šiuose mėginiuose reikia nustatyti patvirtinamuoju analizės metodu. Todėl tikslinga nustatyti atitinkamus atrankinio metodo reikalavimus, siekiant užtikrinti, kad klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dėl didžiausios leidžiamosios

koncentracijos dalis būtų mažesnė nei 5 proc., ir griežtus patvirtinamųjų analizės metodų reikalavimus. Be to, patvirtinamaisiais metodais galima nustatyti mažą foninį lygį. Visa tai svarbu, kai vėliau atliekamas pokyčių bėgant laikui vertinimas, cheminės medžiagos veikimo vertinimas ir pakartotinis didžiausios leidžiamosios koncentracijos ir lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, vertinimas;

- (4) pakeitus didžiausią leidžiamąją dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentraciją, Direktyvoje 2002/32/EB nustačius ne dioksinų tipo PCB ir susidūrus su būtinybe atnaujinti atrankinių metodų taikymo kriterijus, tapo būtina iš dalies pakeisti dioksinų ir PCB nustatymo pašare taisykles, nustatytas Reglamento (EB) Nr. 152/2009 V priedo B dalyje. Dėl aiškumo ir suprantamumo V priedo B dalį tikslinga pakeisti;
- (5) labai svarbu, kad analizės rezultatų skelbimas ir aiškinimas būtų atliekamas vienodai, siekiant užtikrinti darnų įgyvendinimą Sąjungos mastu;
- (6) todėl Reglamento (EB) Nr. 152/2009 V priedas turėtų būti atitinkamai iš dalies pakeistas;
- (7) 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

Reglamento (EB) Nr. 152/2009 V priedo B dalis iš dalies keičiama pagal šio reglamento priedą.

2 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 28 d.

*Komisijos vardu**Pirmininkas*

José Manuel BARROSO

⁽¹⁾ OL L 165, 2004 4 30, p. 1.

⁽²⁾ OL L 140, 2002 5 30, p. 10.

⁽³⁾ OL L 54, 2009 2 26, p. 1.

PRIEDAS

Reglamento (EB) Nr. 152/2009 V priedo B dalis „DIOKsinų (PCDD/PCDF) IR DIOKsinų TIPO PCB KIEKIO NUSTATYMAS“ pakeičiama taip:

„B. DIOKsinų (PCDD/F) IR PCB KONCENTRACIJOS NUSTATYMAS

I SKYRIUS

Ėminių ėmimo metodai ir analizės rezultatų aiškinimas

1. Tikslas ir taikymo sritis

Ėminiai, skirti polichlorintų dibenzo-p-dioksino (PCDD), polichlorintų dibenzofuranų (PCDF), dioksino tipo polichlorintų bifenilų (PCB) (*) ir ne dioksino tipo PCB koncentracijai pašare oficialiai kontroliuoti, imami vadovaujantis I priedo nuostatomis. Pašaruose tolygiai pasiskirsčiusių medžiagų arba produktų kontrolei turi būti taikomi kiekybiniai reikalavimai, kaip numatyta I priedo 5.A punkte. Laikoma, kad tokiais metodais paimti jungtiniai ėminiai yra reprezentatyvieji partijų arba jų dalių, iš kurių jie paimti, ėminiai. Ar jie atitinka didžiausią leidžiamąją koncentraciją, nustatytą Direktyvoje 2002/32/EB, vertinama pagal laboratoriniuose mėginiuose nustatytą koncentraciją.

(*) Dioksino, furano ir dioksino tipo PCB TEF (toksiškumo ekvivalento koeficientų) lentelė.

PSO TEF, skirti žmonėms keliamai rizikai vertinti, remiantis 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) ir dibenzo-p-furanais (PCDF)		Dioksino tipo PCB: ne orto PCB + mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Ne orto PCB	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
		<i>Mono-orto 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 – chlordinbenzodioksinas; CDF – chlordinbenzofuranas; CB – chlorbifenilas.

Taikant šią V priedo dalį, vartojamos 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 (**) I priede pateiktos apibrėžtys.

(**) OL L 221, 2002 8 17, p. 8.

2. Partijos arba jos dalies atitiktis specifikacijai

2.1. Ne dioksinų tipo PCB

Partija atitinka specifikaciją, jeigu, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, analizės rezultatai neviršija didžiausios leidžiamosios ne dioksinų tipo PCB koncentracijos, nustatytos Direktyva 2002/32/EB.

Partija neatitinka specifikacijos, jeigu, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, viršutiniai ribiniai (***) analizės rezultatai, patvirtinti atlikus kartotinę analizę (****), viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją, nustatytą Direktyva 2002/32/EB.

Į matavimo neapibrėžtį atsižvelgiama 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 didžiausią leidžiamąją koncentraciją,
- nustatant sprendimo ribą (CCa) pagal Sprendimo 2002/657/EB I priedo 3.1.2.5 punktą. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė yra lygi CCa arba už ją didesnė.

Šios aiškinimo taisyklės taikomos analizės rezultatams, gautiems vykdant oficialią mėginio kontrolę. Jeigu analizė atliekama atsiliepiamo į ieškinį arba informacijos tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

(***) Vartojant sampratą „viršutinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas kiekybinio nustatymo ribai. Vartojant sampratą „žemutinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas nulinei ribai. Vartojant sampratą „vidurinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis turi būti prilyginamas pusei kiekybinio nustatymo ribos.

(****) 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.

2.2. PCDD/F ir dioksinų tipo PCB

Partija atitinka specifikacijas, jeigu pavienės analizės rezultatas:

- gautas taikant atrankinį metodą, kai klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis mažesnė nei 5 proc., rodo, kad koncentracija neviršija atitinkamos Direktyva 2002/32/EB nustatytos didžiausios leidžiamosios PCDD/F koncentracijos ir PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos,
- gautas taikant patvirtinamąjį metodą, neviršija atitinkamos Direktyva 2002/32/EB nustatytos didžiausios leidžiamosios PCDD/F koncentracijos ir PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Atliekant atrankinius tyrimus, nustatoma ribinė vertė, taikoma sprendimams dėl ėminių atitikties nustatyto atitinkamo dominančio lygmens PCDD/F koncentracijai arba PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracijai.

Partija neatitinka specifikacijos, jeigu viršutinis ribinis (*****) analizės rezultatas, gautas taikant patvirtinamąjį metodą ir patvirtintas atlikus kartotinę analizę, viršija Direktyvoje 2002/32/EB nustatytą didžiausią leidžiamąją koncentraciją, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį (*****).

Į matavimo neapibrėžtį atsižvelgiama vienu iš šių būdų:

- apskaičiuojant išplėstąją neapibrėžtį, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 proc. pasiklovimo lygis. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jei išmatuota vertė, atėmus U, yra didesnė už didžiausią leidžiamąją koncentraciją. 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,
- nustatant sprendimo ribą (CCa) pagal Sprendimo 2002/657/EB I priedo 3.1.2.5 punktą. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jei išmatuota vertė yra lygi CCa arba už ją didesnė.

Šios aiškinimo taisyklės taikomos analizės rezultatui, gautam vykdant oficialią mėginio kontrolę. Jeigu analizė atliekama atsiliepimo į ieškinį arba informacijos tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

(*****) Vartojant sampratą „viršutinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis į toksiškumo ekvivalentą (toliau – TEQ) turi būti prilyginamas kiekybinio nustatymo ribai. Vartojant sampratą „žemutinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis į TEQ turi būti prilyginamas nulinei ribai. Vartojant sampratą „vidurinė ribinė koncentracija“, kiekvieno kiekybiškai nenustatyto giminingo junginio indėlis į TEQ turi būti prilyginamas pusei kiekybinio nustatymo ribos.

(*****) 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.

3. Rezultatai, viršijantys direktyvos 2002/32/eb ii priede nustatytą lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių

Lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, naudojamas kaip priemonė ėminiams atrinkti, kai būtina nustatyti taršos šaltinį ir imtis priemonių jam sumažinti arba pašalinti. Taikant atrankinius metodus nustatomos atitinkamos ribinės tų ėminių atrankos vertės. Šaltiniui nustatyti ir taršai sumažinti arba jai pašalinti būtinų priemonių imamasi tik jeigu atlikus kartotinę analizę, taikant patvirtinamąjį metodą ir atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, patvirtinama, kad lygis buvo pasiektas (*****).

(*****) Kartotinės analizės, atliekamos vykdant lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, kontrolę, paaiškinimas ir reikalavimai yra identiški nurodytiesiems išnašoje (*****), taikomiems didžiausios leidžiamosios koncentracijos kontrolės atveju.

II SKYRIUS

Mėginių ruošimas ir reikalavimai, keliami analizės metodams, kurie taikomi vykdant oficialią dioksinų (PCDD/F) ir dioksinų tipo PCB koncentracijos kontrolę

1. Taikymo sritis

Šiame priede nustatyti reikalavimai taikomi, kai pašaras tiriamas 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 pašare stebėsena gali būti atliekama siekiant dviejų tikslų:

a) atrinkti tuos mėginius, kuriuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių. Pasirinkus šį būdą, gali būti taikomas mėginių atrankinis metodas, leidžiantis pasiekti didelį ekonominį efektyvumą ir našumą, taip padidinant galimybę aptikti naujus aktyvius cheminės medžiagos veikimo ir rizikos vartotojų sveikatai šaltinius. Prie atrankinių metodų galima priskirti bioanalitinius metodus ir dujų chromatografijos ir (arba) masių spektrometrijos (toliau – 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 lygį mažo, foninio lygio koncentracijos pašarų mėginiuose. Visa tai svarbu siekiant stebėti pokyčius bėgant laikui, poveikio žmonėms vertinimą ir sukuriant 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 dominančią 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 pašarų stebėseną. Jie taip pat svarbūs nustatant giminingų junginių struktūras, kad būtų galima identifikuoti galimus taršos šaltinius. Taikant šiuos metodus šiuo metu naudojama didelės skryos dujų chromatografija ir didelės skryos masių spektrometrija (toliau – HR GC/HRMS).

2. Metodų klasifikavimas pagal jų kiekybinio nustatymo ribą (*****)

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

- 2.1. *Kokybiniai metodai* taikomi norint nustatyti, ar yra tiriamųjų analizių, bet tariamosios analizės koncentracija kiekybiškai nenustatoma. Taikant kokybinius 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.

- 2.2. *Pusiau kiekybiniai metodai* – metodai, kuriuos taikant galima apytikriai nustatyti tariamos analizės koncentraciją, nes skaitinis rezultatas neatitinka kiekybiniais metodams taikomų reikalavimų. Jie gali būti taikomi siekiant gauti informacijos apie analizės koncentracijos verčių intervalą, kad analizę atliekantis asmuo galėtų priimti sprendimą dėl kalibravimo intervalo, kad vėliau būtų galima atlikti patvirtinamąjį bandymą ir kokybės kontrolę. Pavyzdžiui, pusiau kiekybiniais metodais laikomi šie metodai:

a) biologinių principų taikymu pagrįsti metodai, kaip antai ląstelių, juslių arba imuniniai tyrimai (toliau – bioanalitiniai metodai), kuriuos atliekant galima nustatyti tiriamąsias analites, nubrėžti kalibravimo kreivę, atsakyti teigiamai arba neigiamai į klausimą, ar dominančio lygmens koncentracija nėra kartais viršijama, ir išreikšti rezultatą bioanalitiniais ekvivalentais (toliau – BEQ), rodančiais mėginio TEQ vertę;

b) fizikiniai ir cheminiai bandymai (pvz., GC-MS/MS, dujų chromatografija / mažos skiriamosios gebos masių spektrometrija (toliau – GC/LRMS), kuriuos taikant nustatytosios metodo glaudumo charakteristikos neatitinka kiekybinių tyrimų reikalavimų.

- 2.3. *Kiekybiniai metodai* atitinka tuos pačius tikslumo, dinaminio intervalo ir glaudumo reikalavimus kaip ir patvirtinamieji metodai. Kai reikalingas kiekybinis nustatymas, kiekybiniai metodai patvirtinami kaip patvirtinamieji metodai.

3. Pagrindiniai faktai

Apskaičiuojant TEQ lygį, 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 toksiškumo ekvivalentais.

Taikant V priedo B dalį, priimtina specifinė atskiros 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 spektrometrija (GC/HRMS)“ ir (arba) EPA 1613 metode (B redakcija).

Taikant bioanalitinius atrankinius metodus, gauti rezultatai rodytų ne giminingo junginio, o TEQ lygį (*****) ir bus išreikšti BEQ, atsižvelgiant į tai, kad ne visi mėginio ekstrakto junginiai, prisidedantys prie bandymo atsako gavimo, gali atitikti visus TEQ principo reikalavimus.

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).

(*****) Bioanalitiniai metodai nėra specialiai sukurti į TEF sistemą įtrauktiems giminingiems junginiams tirti. Mėginio ekstrakto gali būti kitų struktūriškai susijusių aktyvaus aromatinių angliavandenių (Ah) receptoriaus junginių, prisidedančių prie bendro atsako gavimo. Todėl pagal bioanalitinius rezultatus TEQ lygio mėginyje įvertinti negalima, galima tik jį konstatuoti.

4. Kokybės užtikrinimo reikalavimai

- 4.1. Kiekvieno ėminių ėmimo ir mėginių analizės procedūros etapu turi būti imtasi priemonių kryžminei taršai išvengti.

- 4.2. Ėminiai 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 pašalinami popieriaus dulkių pėdsakai.

- 4.3. Pašaro ėminiai saugomi ir vežami taip, kad nebūtų sugadinti.
- 4.4. 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 išdžiovinami.
- 4.5. Patikrinama, ar reagentai, stikliniai indai ir įranga negali turėti įtakos TEQ ar BEQ pagrįstiems rezultatams.
- 4.6. Atliekamas tuščiasis tyrimas atliekant visą analizę tik be mėginio.
- 4.7. Taikant bioanalitinius metodus, patikrinama, 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 arba kaitinami tokioje temperatūroje, kad nuo paviršiaus būtų pašalinti PCDD/F, dioksinų tipo junginių ir trukdančiųjų junginių pėdsakai.
- 4.8. Ekstrahuojant naudojamų mėginių kiekis turi būti toks, kad būtų paisoma reikalavimų, susijusių su pakankamai siaura darbine sritimi, įskaitant dominančio lygmens koncentraciją.
- 4.9. Specialios nagrinėjamųjų produktų mėginių ruošimo procedūros turi atitikti tarptautiniu mastu pripažintas gaires.

5. Laboratorijoms taikomi reikalavimai

- 5.1. 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.
- 5.2. Laboratorijos atliekamų tyrimų ar bandymų kokybė turi būti įrodyta nuolat sėkmingai dalyvaujant tarplaboratoriniuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB atitinkamose pašarų matricose ir koncentracijos lygio nustatymo tyrimuose.
- 5.3. Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis, siekdamos užtikrinti kokybės kontrolę ir patvirtinti įtartinų mėginių analitinį rezultatą.

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 kiekį. Daugumos giminingų PCB junginių kiekybinio nustatymo riba gali būti ir vieno nanogramo (10^{-9} g) eilės. Matuojant toksiškesnius dioksinų tipo giminingus PCB junginius (visų pirma pakeistusuosius ne orto giminingus junginius), žemesnioji darbinės srities dalis turi atitikti žemesniąją pikogramo (10^{-12} g) eilę. Visų kitų giminingų PCB junginių kiekybinio nustatymo riba gali būti ir vieno nanogramo (10^{-9} g) eilės.

6.2. Didelis atrankumas (specifiškumas)

- 6.2.1. 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 analičių. Taikant 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.
- 6.2.2. 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)

- 6.3.1. 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. Tikslumas išreiškiamas kaip *tikrumas* (išmatuotos analitės koncentracijos sertifikuotoje 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).

- 6.3.2. Taikant bioanalitinius metodus, nustatoma tikroji bioanalizės išgava. Tikroji *bioanalizės* išgava – BEQ lygis, apskaičiuota pagal TCDD arba PCB 126 kalibravimo kreivę, patikslinus pagal tuščiąją vertę ir padalinus iš TEQ lygio, apskaičiuoto taikant GC/HRMS. Jos tikslas – patikslinti tokius veiksnus, kaip PCDD/F ir dioksinų tipo junginių sumažėjimas ekstrahavimo ir gryninimo etapais, kartu ekstrahuoti junginiai, didinantys arba ribojantys atsaką (agonizmo ir antagonizmo efektas), kreivių atitikimo savybė arba toksiškumo ekvivalento koeficiento (toliau – TEF) ir santykinio stiprumo (toliau – REP) verčių skirtumai. Tikroji bioanalizės išgava apskaičiuojama naudojant tinkamus kontrolinius mėginius su panašios struktūros giminingais junginiais, tiriamais dominančios koncentracijos lygmeniu.
- 6.4. *Pagrįstumo tikrinimas dominančios koncentracijos lygmeniu ir bendros kokybės kontrolės priemonės*
- 6.4.1. Atliekamos pagrįstumo tikrinimą ir įprastinę analizę, laboratorijos įrodo metodo tinkamumą dominančio lygmens koncentracijai tirti, pavyzdžiui, dominantį koncentracijos lygmenį padauginus iš 0,5, 1 ir 2, esant priimtinaam kartotinės analizės variacijos koeficientui.
- 6.4.2. 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*
- 6.5.1. 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 akivaizdžiai skirtis nuo procedūrinių 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.
- 6.5.2. 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*
- 6.7.1. Atrankos tikslais galima taikyti ir GC/MS, ir bioanalitinius metodus. Taikant GC/MS metodus, turi būti paisoma 7 punkto reikalavimų. Bioanalitiniais ląstelių metodams taikomi 8 punkte nustatyti specialieji reikalavimai.
- 6.7.2. Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis.
- 6.7.3. 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.

6.7.4. 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 nei apskaičiuota (suminė) koncentracija, 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.

6.7.5. Reikalavimus atitinkančių mėginių kokybės kontrolė

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

6.7.6. 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 atsitiktinės 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 atsižvelgiama 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.

6.7.7. Po atrankinio tyrimo mėginiai, kurie kaip įtariama neatitinka reikalavimų, turi būti visuomet tikrinami taikant patvirtinamąją analizės metodą (GC/HRMS). Šiuos mėginius galima naudoti ir tada, kai vertinamas klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dydis. 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. Atrankinio metodo naudojimo vertinimas grindžiamas reikalavimų neatitinkančių klaidingų mėginių ir bendro patikrintų mėginių skaičiaus palyginimu. Minėta dalis turi būti pakankamai maža, kad atrankinis metodas pasiteisintų.

6.7.8. 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/MS metodams taikomi specialieji reikalavimai, kurių būtina laikytis atliekant atranką arba patvirtinimo tikslais

7.1. Bendrieji reikalavimai

Pašarų, kurių tarša yra maždaug 1 ng PSO-TEQ/kg produkto, kurio drėgnis yra 12 proc., viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas turi neviršyti 20 proc. (remiantis PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma). Jeigu tarša mažesnė, pvz., 0,5 ng PSO-TEQ/kg produkto, viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas gali būti 25–40 proc.

7.2. Išgavos verčių kontrolė

7.2.1. Siekiant patikrinti analizės pagrįstumą, prieš pat taikant analizės metodą, pvz., prieš ekstrahavimą, pridedama 2, 3, 7, 8 pozicijose chlorintų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtais ¹³C atomais ir dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ¹³C 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 ¹³C atomais ir visi 12 dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ¹³C atomais.

- 7.2.2. Taip pat nustatomi santykiniai atsako koeficientai, taikomi tiems giminingiems junginiams, kurių atveju į atitinkamus kalibravimo tirpalus nepridėta jokių žymėtų ^{13}C analogų.
- 7.2.3. Jeigu augalinių ir gyvūninių pašarų sudėtyje yra mažiau kaip 10 proc. riebalų, vidinius etalonus būtina įdėti prieš ekstrahavimą. Jeigu gyvūninių pašarų sudėtyje yra daugiau kaip 10 proc. riebalų, vidiniai etalonai įdedami prieš ekstrahuojant riebalus arba po to. Turi būti atliktas atitinkamas ekstrahavimo efektyvumo pagrįstumo tikrinimas, atsižvelgiant į tai, kuriuo etapu buvo įdėti vidinių etalonų ir ar rezultatai registruojami pagal produktą, ar pagal riebalus.
- 7.2.4. Prieš GC/MS analizę įdedamas vienas arba du (pakaitiniai) išgavos etalonai.
- 7.2.5. Būtina atlikti išgavos kontrolę. Taikant patvirtinamuosius metodus, atskirų vidinių etalonų išgavos vertės turi būti nuo 60 iki 120 proc. Mažesnės ar didesnės atskirų giminingų junginių išgavos vertės, ypač kai kurių heptachlorintų ir oktachlorintų dibenzo-p-dioksinių ir dibenzofuranų, priimtinos su sąlyga, kad jų indėlis į TEQ vertę yra ne didesnis kaip 10 proc. suminės TEQ vertės (remiantis PCDD/F ir dioksinių 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 dioksinių tipo PCB ir chlorinti difenileteriai, atskiriami taikant tinkamus chromatografijos metodus (pageidautina naudoti florisilio, aliuminio oksido ir (arba) anglies kolonėlę).
 - Izomerų atskyrimas, taikant dujų chromatografiją, turi būti < 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 imuniteto tyrimai. Šiame 8 punkte nustatomi bendrieji reikalavimai, taikomi bioanalitiniais metodams.

Taikant atrankinį metodą, iš esmės pripažįstama, kad mėginys atitinka reikalavimus arba jis įtariamas neatitinkąs reikalavimų. 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 dioksinių 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. Bandymo 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 (pokyčio koeficientas). Darbinė sritis – tai dalis, kurioje tas pokyčio koeficientas yra mažesnis nei 15 proc. Žemutinė darbinės srities dalis (registruojamasis lygis) padidinama bent tris kartus ir nustatoma virš procedūrinių tuščiųjų mėginių. Viršutinė darbinės srities dalis paprastai išreiškiama EC₇₀ verte (70 proc. didžiausios efektyviosios koncentracijos), tačiau ji yra žemesnė, jeigu šioje srityje pokyčio koeficientas 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 standartine kreive

- Koncentracija mėginiuose įvertinama lyginant bandymo atsaką ir TCDD (arba PCB 126 ar standartinio PCDD/F ir dioksinių 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 netrūktų 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 nelineinės regresijos būdu. Geresnis kreivių atitikimas pasiekiamas minimaliai sumažinus skirtumą tarp apskaičiuoto ir išmatuoto lygių kreivės darbinėje srityje, pvz., kuo labiau sumažinus liekanų kvadratų sumą (SSR).
- 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 panašia giminingųjų junginių struktūra, tiriami dominančios koncentracijos lygmeniu). Norint patikslinti išgavą, tikroji išgava turi neviršyti reikiamo intervalo (žr. 8.1.4 punktą). Tikslinant išgavą naudojami kontroliniai mėginiai turi atitikti 8.2 punkte nustatytus reikalavimus.

8.1.2.2. Kalibravimas kontroliniais mėginiais

Kaip alternatyva gali būti naudojama kalibravimo kreivė, parengta bent iš keturių dominančio lygio koncentracijos kontrolinių mėginių (žr. 8.2.4 punktą: viena tuščioji matrica ir trys kontroliniai mėginiai, dominančios koncentracijos lygmeniu padauginti iš 0,5, 1 ir 2), kurios nereikėtų tikslinti pagal tuščiąją vertę ir išgavą. Šiuo atveju 2/3 didžiausios leidžiamosios koncentracijos atitinkantis bandymo atsakas (žr. 8.3 punktą) gali būti apskaičiuotas tiesiogiai pagal šiuos mėginius ir naudojamas kaip ribinė vertė. Tikrinant mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamas priemonių, ribine verte gali būti laikoma to lygio, kurį pasiekus imamas 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 sistemos (*****), 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 PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos tikrosios bioanalizės išgavos vertės, kurios turi būti nuo 30 iki 130 proc. Jeigu Sąjungos teisės aktuose būtų iš esmės keičiamos PCDD/F ir dioksinų tipo PCB TEF vertės, šiuos intervalus taip pat reiktų peržiūrėti.

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

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, nes žemutinėje jos intervalo dalyje trūksta duomenų glaudumo. Atsižvelgiama į ekstrahavimo ir gryninimo poveikį. Registruojamasis lygis padidinamas bent tris kartus ir nustatomas virš procedūrinių tuščiųjų mėginių.

8.2. Kontrolinių mėginių naudojimas

8.2.1. Kontroliniai mėginiai turi atitikti į dominančio lygmens koncentracijos intervalą patenkančių PCDD/F ir dioksinų tipo PCB matricą, giminingų junginių struktūrą ir koncentracijos verčių intervalus.

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

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

8.2.4. Gali būti papildomai įtraukta iš 0,5 ir 2 padauginto dominančio lygio koncentracijos 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

BEQ išreikštų bioanalizės rezultatų ir TEQ išreikštų GC/HRMS rezultatų ryšys nustatomas, pavyzdžiui, 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 jie turi būti patikrinti vadovaujantis 8.2.2 punktu.

Ribinės vertės nustatomos priimant sprendimus dėl mėginių atitikties didžiausiai leidžiamajai koncentracijai arba kontroliuojant lygį, kurį pasiekus imamas 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. pasiklovimo 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.

Ribinė vertė (išreikšta BEQ) gali būti apskaičiuota remiantis vienu iš 8.3.1, 8.3.2 ir 8.3.3 punktuose nustatytų būdų (žr. 1 pav.).

8.3.1. Žemutinės 95 proc. prognozavimo intervalo srities taikymas GC/HRMS sprendimo ribai:

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

čia:

BEQ_{DL} BEQ, atitinkantis GC/HRMS sprendimo ribą, t. y. didžiausią leidžiamąją koncentraciją, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį;

$s_{y,x}$ liekamasis standartinis nuokrypis;

$t_{\alpha, f=m-2}$ Stjudento faktorius ($\alpha = 5$ proc., $f =$ laisvės laipsniai, vienpusiai);

m bendras kalibravimo taškų kiekis (j indeksas);

n pakartojimų kiekvienu lygiu skaičius;

x_i GC/HRMS mėginio koncentracija (išreikšta TEQ) i kalibravimo taške;

$\bar{x}$ visų kalibruotų mėginių koncentracijos verčių (išreikštų TEQ) vidurkis;

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2$ kvadratinė suminė vertė, $i = j$ kalibravimo taško indeksas.

8.3.2. Apskaičiavimas pagal bioanalitinius mėginių, užterštų ties GC/HRMS sprendimo riba ir atitinkančią žemutinę galinį duomenų pasiskirstymo atitinkamoje vidutinėje BEQ vertėje tašką, daugkartinės analizės ($n \geq 6$) rezultatus (patikslintus pagal tuščiąją vertę ir išgavą):

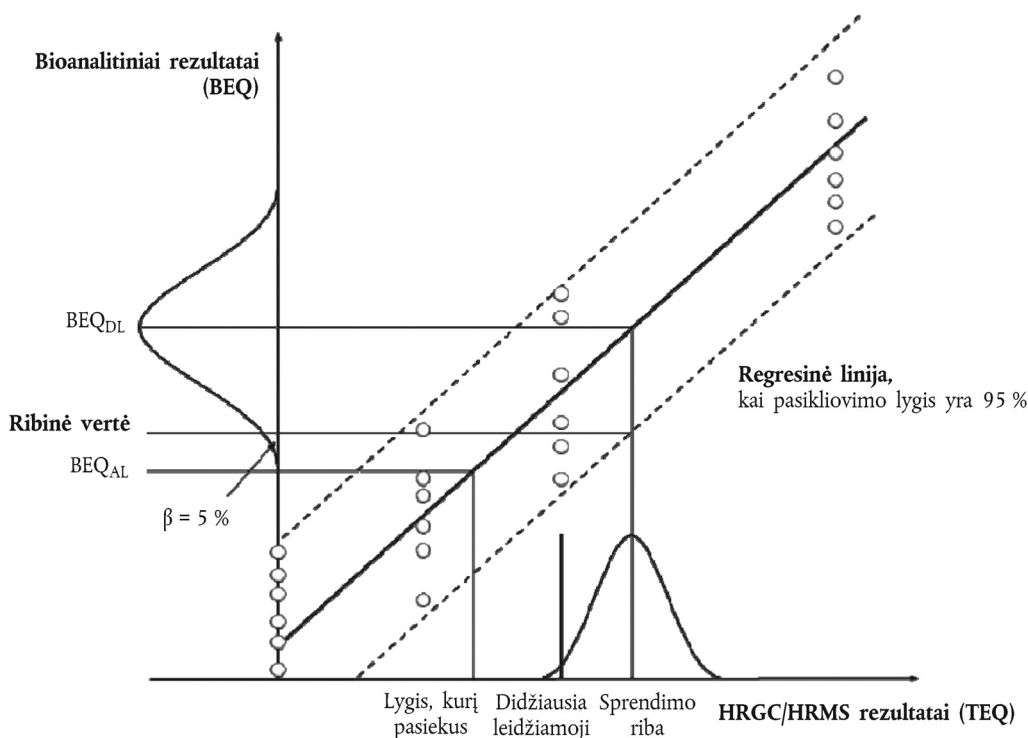
$$\text{ribinė vertė} = \text{BEQ}_{DL} - 1,64 * SN_R$$

čia:

SN_R bioanalizės standartinis nuokrypis BEQ_{DL} taške, išmatuotas atkuriamumo vienoje laboratorijoje sąlygomis.

8.3.3. Mėginių, užterštų esant 2/3 dominančio lygmens koncentracijos, daugkartinės analizės ($n \geq 6$) bioanalitinių rezultatų (išreikštų BEQ ir patikslintų pagal tuščiąją vertę ir išgavą), kaip vidutinės vertės, apskaičiavimas, atsižvelgiant į pastabą, kad minėta koncentracija apytikriai atitiks pagal 8.3.1 arba 8.3.2 punktą nustatytą ribinę vertę.

1 paveikslas



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 žemutinę galinę 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

- 8.4.1. Atliekami bioanalitinių metodų pakartojamumo bandymai, siekiant gauti informacijos apie standartinę 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.
- 8.4.2. Tikrinant pagrįstumą, įrodoma, kad bandymo galimybės leidžia atskirti tuščiąjį mėginį nuo ribinę vertę atitinkančios koncentracijos ir taip identifikuoti mėginius, viršijančius atitinkamą ribinę vertę (žr. 8.1.2 punktą).
- 8.4.3. Turi būti nustatyti tiksliniai junginiai, galimi trukdžiai ir didžiausia toleruotina tuščiojo mėginio koncentracija.
- 8.4.4. Atsako arba pagal jį, triskart nustatius mėginio ekstraktą, apskaičiuotos koncentracijos (įmanoma tik darbinės srities ribose) standartinio nuokrypio dydis negali viršyti 15 proc.
- 8.4.5. Atliekant bioanalitinio metodo efektyvumo per pastovų laiką vertinimą, naudojami nepatikslingi kontrolinio (-ių) mėginio (-ių) rezultatai, išreikšti BEQ (tuščiasis mėginys ir dominančio lygmens koncentracija).
- 8.4.6. Turi būti registruojamos ir tikrinamos procedūrinių tuščiųjų mėginių ir kiekvieno tipo kontrolinių mėginių kokybės kontrolės diagramos, siekiant užtikrinti, kad analitinis efektyvumas atitiktų reikalavimus, visų pirma procedūriniais tuštiesiems mėginiams nustatyto mažiausio reikalaujamo atstumo nuo žemutinės darbinės srities dalies ir kontrolinių mėginių atkuriamumo vienoje laboratorijoje. Procedūriniai tuštieji mėginiai kontroliuojami taip, kad būtų išvengta klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų, kai atliekamas atėmimo veiksmas.

- 8.4.7. 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 pakartotinių ribinių verčių, taikomų įprastiniams mėginiams, kai naudojamos patvirtintos matricos, vertinimą.
- 8.4.8. Metodo efektyvumas gali būti įrodytas žiedinės reakcijos tyrimais. Mėginių žiedinės reakcijos tyrimų rezultatai, apimantys, pvz., 2 kartus didesnę koncentracijos verčių intervalą nei didžiausia leidžiamoji koncentracija, 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.
- 8.4.9. 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**
- 9.1. *Patvirtinamieji metodai*
- 9.1.1. Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų PCDD/F ir PCB giminingų junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidurinė ribinė koncentracija, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir juos būtų galima aiškinti laikantis specialiųjų reikalavimų.
- 9.1.2. Ataskaitoje nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą.
- 9.1.3. Turi būti pateiktos atskirų vidinių etalonų išgavos vertės, jei išgavos vertės neatitinka 7.2.5 punkte nurodyto intervalo, jei viršijama didžiausia leidžiamoji koncentracija ir visais kitais atvejais, kai to prašoma.
- 9.1.4. Kadangi sprendžiant, ar mėginys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametą 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. pasiklojimo lygis. Jeigu PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatomi atskirai, kaip PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma turi būti naudojama atskirų PCDD/F ir dioksinų tipo PCB analizės rezultatų apskaičiuotoji išplėstosios neapibrėžties suma.
- 9.1.5. Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCa (kaip aprašyta 2.2 punkte), šį parametą reikia pranešti.
- 9.1.6. Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir bent jau tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Direktyvoje 2002/32/EB nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija.
- 9.2. Bioanalitiniai atrankiniai metodai**
- 9.2.1. Atrankos rezultatas įvardijamas kaip atitinkantis reikalavimus arba įtariamas neatitinkantis reikalavimų (įtartinas).
- 9.2.2. Be to, gali būti nurodyta PCDD/F ir (arba) dioksinų tipo PCB koncentracija, išreikšta BEQ, o ne TEQ.
- 9.2.3. Jeigu apskaičiuoto BEQ lygio matavimo neapibrėžtis pateikiama kaip, pvz., standartinis nuokrypis, ji turi būti pagrįsta mažiausiai triguba mėginio analize, įskaitant ekstrahavimą, gryninimą ir bandymo atsako nustatymą.
- 9.2.4. Mėginiai, kurių atsakas mažesnis nei registruojamasis lygis, nurodomi kaip nesiekiantys registruojamojo lygio.
- 9.2.5. Dėl kiekvieno mėginio matricos tipo ataskaitoje nurodoma dominančio lygmens koncentracija, kuria grindžiamas vertinimas.
- 9.2.6. Ataskaitoje nurodomas atlikto bandymo tipas, pagrindinis bandymo principas ir kalibravimo rūšis.
- 9.2.7. Ataskaitoje nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą.

III SKYRIUS

Mėginių ruošimas ir reikalavimai, keliami analizės metodams, kurie taikomi vykdant oficialią ne dioksinų tipo PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ir 180) koncentracijos kontrolę

1. Taikomi nustatymo metodai

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

2. Tiriamųjų analizių identifikavimas ir patvirtinimas

2.1. Santykinė sulaikymo trukmė, atsižvelgiant į vidinius ar kontrolinius etalonus (priimtinas nuokrypis yra $\pm 0,25$ proc.).

2.2. Patvirtinamas visų šešių indikatorių PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ir 180) atskyrimas nuo trukdančių 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 PCB 28 ir 31, PCB 52 ir 69 bei taip pat PCB 138, 163 ir 164. Be to, taikant GC/MS, atsižvelgiama į galimus didesnės eilės chlorintų giminingų junginių fragmentų trukdžius.

2.3. GC/MS metodams taikomi reikalavimai

Turi būti stebima bent:

a) du specialieji jonai, kai taikoma HRMS;

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

c) 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 tiksliniu jonu	GC-EI-MS (santykinis nuokrypis)	GC-CI-MS, GC-MS ^a (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 tiksliniu jonu, yra mažesnis nei 10 proc.

2.4. GC/ECD metodams taikomi reikalavimai

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

3. Metodo efektyvumo įrodymas

Metodo efektyvumas patvirtinamas dominančio lygmens koncentracijos intervale (dominančio lygmens koncentracija padauginta iš 0,5–2), taikant priimtą 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 (*****).

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

5. Kokybės kontrolė

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

6. Išgavos kontrolė

- 6.1. Turi būti naudojami tinkami vidiniai etalonai, kurių fizikinės ir cheminės savybės būtų palyginamos su tiriamosiomis analitėmis.
- 6.2. Vidinių etalonų įdėjimas
Įdėjimas į produktus (prieš ekstrahavimą ir gryninimą).
- 6.3. Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami visi šeši indikatoriniai giminingi PCB junginiai su žymėtais izotopais:
- rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes;
 - vidinių etalonų su žymėtais izotopais išgavos vertės turi būti nuo 50 iki 120 proc.;
 - priimtinos mažesnės arba didesnės išgavos vertės, jeigu atskiri giminingi junginiai sudaro mažiau nei 10 proc. šių indikatorinių PCB sumos.
- 6.4. Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami ne visi šeši vidiniai etalonai su žymėtais izotopais arba naudojami kiti vidiniai etalonai:
- atliekama kiekvieno mėginio vidinio (-ių) etalono (-ių) išgavos kontrolė;
 - vidinio (-ių) etalono (-ių) išgavos vertės turi būti nuo 60 iki 120 proc.;
 - rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes.
- 6.5. Nežymėtų giminingų junginių išgavos vertės tikrinamos naudojant žymėtuosius arba kokybės kontrolės mėginius, kurių koncentracijos vertės patenka į dominančio lygmens koncentracijos intervalą. Šių giminingų junginių išgavos vertės laikomos priimtiniomis, jeigu jos yra 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 – + 30 %
Tarpinis glaudumas (RSD, %)	≤ 20 %
Viršutinės ir žemutinės ribinių koncentracijų apskaičiavimo skirtumas	≤ 20 %

9. Rezultatų ataskaita

- 9.1. Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų giminingų PCB junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidurinė ribinė koncentracijos, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir taip būtų galima juos aiškinti laikantis specialiųjų reikalavimų.
- 9.2. Ataskaitoje nurodomas metodas, taikytas atliekant PCB ir lipidų ekstrahavimą.
- 9.3. 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.
- 9.4. 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. pasiklojimo lygis.
- 9.5. Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCa (kaip aprašyta I skyriaus 2.1 punkte), šį parametą reikia pranešti.
- 9.6. Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir bent tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Direktyvoje 2002/32/EB nustatyta didžiausia leidžiamoji koncentracija.“