

KOMISIJAS REGULA (ES) Nr. 278/2012**(2012. gada 28. marts),****ar ko groza Regulu (EK) Nr. 152/2009 attiecībā uz dioksīnu un polihlorbifenilu daudzumu noteikšanu****(Dokuments attiecas uz EEZ)**

EIROPAS KOMISIJA,

ņemot vērā Līgumu par Eiropas Savienības darbību,

ņemot vērā Eiropas Parlamenta un Padomes 2004. gada 29. aprīļa Regulu (EK) Nr. 882/2004 par oficiālo kontroli, ko veic, lai nodrošinātu atbilstības pārbaudi saistībā ar dzīvnieku barības un pārtikas aprites tiesību aktiem un dzīvnieku veselības un dzīvnieku labturības noteikumiem⁽¹⁾, un jo īpaši tās 11. panta 4. punktu,

tā kā:

- (1) Eiropas Parlamenta un Padomes 2002. gada 7. maija Direktīva 2002/32/EK par nevēlamām vielām dzīvnieku barībā⁽²⁾ nosaka dioksīnu, furānu un polihlorbifenilu (PCB) maksimāli pieļaujamās daudzumus barībā un darbības robežlielumus izpētes uzsākšanai, ko dalībvalstis veic, lai identificētu šo vielu avotus.
- (2) Komisijas 2009. gada 27. janvāra Regulā (EK) Nr. 152/2009, ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes barības oficiālajai kontrolei⁽³⁾, norādītas metodes polihlorbībenzo-p-dioksīnu (PCDD), polihlorbībenzofurānu (PCDF) un dioksīniem līdzīgu polihlorbifenilu (PCB) daudzumu noteikšanai barībā.
- (3) Skrīninga analīzes metodi ar plaši pieņemamu validāciju un lielu jaudu var izmantot, lai identificētu paraugus ar ievērojamu PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrāciju (vēlams atlasīt paraugus, kuros pārsniegts darbības robežlielums un nodrošināt tādu paraugu atlasī, kuros pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija). PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācija šajos paraugos jānosaka ar apstiprinošas analīzes metodi. Tāpēc attiecīgi ir jānosaka atbilstīgas prasības skrīninga metodes izmantošanai, pārliecinoties par to, ka maksimāli pieļaujamā koncentrācija attiecībā pret šķietami atbilstošu attiecību ir mazāka par 5 %, kā arī stingras prasības attiecībā uz apstiprinošas analīzes metodēm. Turklāt apstiprinošas

metodes ļauj noteikt koncentrāciju arī mazā fona diapazonā. Tas ir svarīgi attiecībā uz laika tendenci un iedarbības novērtējuma pārraudzību un maksimāli pieļaujamās koncentrācijas un darbības robežlielumu atkārtotu novērtēšanu.

- (4) Ņemot vērā dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB maksimāli pieļaujamās koncentrācijas koriģēšanu un Direktīvā 2002/32/EK noteiktās prasības attiecībā uz PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, kā arī nepieciešamību atjaunināt kritērijus skrīninga metodēm, ir jāgroza noteikumi par dioksīnu un PCB noteikšanu barībā, ko paredz Regulas (EK) Nr. 152/2009 V pielikuma B daļa. Lai noteikumi būtu skaidri un saprotami, ir lietderīgi aizstāt V pielikuma B daļu.
- (5) Lai visā Savienībā nodrošinātu saskaņotu piemērošanas veidu, ir ļoti svarīgi analīžu rezultātus paziņot un interpretēt vienādi.
- (6) Tādēļ attiecīgi jāgroza Regulas (EK) Nr. 152/2009 V pielikums.
- (7) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pārtikas aprites un dzīvnieku veselības pastāvīgās komitejas atzinumu, un ne Eiropas Parlaments, ne Padome nav izteikusi pret tiem iebildumus,

IR PIENĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Regulas (EK) Nr. 152/2009 V pielikuma B daļu groza saskaņā ar šīs regulas pielikumu.

2. pants

Šī regula stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

To piemēro no spēkā stāšanās dienas.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 2012. gada 28. martā

Komisijas vārdā –
priekšsēdētājs
José Manuel BARROSO

⁽¹⁾ OV L 165, 30.4.2004., 1. lpp.

⁽²⁾ OV L 140, 30.5.2002., 10. lpp.

⁽³⁾ OV L 54, 26.2.2009., 1. lpp.

PIELIKUMS

Regulas (EK) Nr. 152/2009 V pielikuma B daļu "DIOKSĪNU (PCDD/PCDF) UN DIOKSĪNIEM LĪDŽĪGU PCB DAUDZUMU NOTEIKŠANA" aizstāj ar:

"B. DIOKSĪNU (PCDD/PCDF) UN PCB DAUDZUMU NOTEIKŠANA

I NODAĻA

Paraugu ņemšanas un analīžu rezultātu interpretācijas metodes1. **Mērķis un darbības joma**

Polihlordibenzo-p-dioksīnu (PCDD), polihlordibenzofurānu (PCDF), dioksīniem līdzīgu polihlorbifenilu (PCB) (*) un tādu PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, paraugus, kas paredzēti barības oficiālajai kontrolei, ņem saskaņā ar I pielikuma noteikumiem. Attiecībā uz tādu vielu vai produktu kontroli, kas vienmērīgi sadalīti visā barībā, piemēro I pielikuma 5.A punktā paredzētās kvantitatīvās prasības. Tā iegūtos kopparaugus uzskata par raksturīgiem tām partijām vai apakšpartijām, no kurām tie ņemti. Atbilstību Direktīvā 2002/32/EK noteiktajai maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai konstatē, pamatojoties uz laboratorijas paraugus noteikto daudzumu.

(*) Toksiskuma ekvivalences koeficientu (TEF) tabula dioksīniem, furāniem un dioksīniem līdzīgiem PCB:
Pasaules Veselības organizācijas toksiskuma ekvivalences koeficienti WHO-TEF kaitīgās iedarbības bīstamības riska novērtēšanai uz cilvēka organismu, pamatojoties uz Pasaules Veselības organizācijas (PVO) Starptautiskās Ķīmiskās drošības programmas (SKĶDP) ekspertu sanāksmē 2005. gada jūnijā Ženēvā izteiktajiem atzinumiem (Martin van den Berg et al., 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. lpp., (2006)).

Radniecīgā viela	TEF vērtība	Radniecīgā viela	TEF vērtība
Polihlordibenzo-p-dioksīni ("PCDD") un polihlordibenzofurāni ("PCDF")		"Dioksīniem līdzīgi" PCB: neorto PCB + mono-orto PCB	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Neorto 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		

Lietotie saīsinājumi: "T" = tetra; "Pe" = penta; "Hx" = hekša; "Hp" = hepta; "O" = okta; "CDD" = hlordibenzodioksīns; "CDF" = hlordibenzofurāns; "CB" = hlorbifenils.

Šajā V pielikuma daļā piemēro definīcijas, kas norādītas Komisijas 2002. gada 14. augusta Lēmuma 2002/657/EK I pielikumā, ar ko īsteno Padomes Direktīvu 96/23/EK par analīzes metožu veiktspēju un rezultātu interpretēšanu (**).

(**) OV L 221, 17.8.2002., 8. lpp.

2. Partijas vai apakšpartijas atbilstība specifiskajai

2.1. Attiecībā uz PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem

Partija atbilst specifiskajai, ja analīzes rezultāts nepārsniedz PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Partija neatbilst specifiskajai, ja augšējā robeža (***) analīžu rezultātam, kas apstiprināts otrreizējā analīzē (****), pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Mērījumu neprecizitāti ņem vērā atbilstoši vienai no šādām pieejām:

- aprēķinot izvērsto neprecizitāti, izmantojot pārklāšanās koeficientu 2, kas nodrošina aptuveni 95 % ticamības pakāpi. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja, atņemot U no izmērītās vērtības, iegūtā vērtība ir virs maksimāli pieļaujamās koncentrācijas,
- nosakot izšķiršanas robežu (CC_a) saskaņā ar Lēmuma 2002/657/EK I pielikuma 3.1.2.5. apakšpunktu. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja izmērītā vērtība ir vienāda ar CC_a vai virs tās.

Šos interpretācijas noteikumus piemēro analīzes rezultātam, kas iegūts parauga oficiālajā kontrolē. Ja analīze vajadzīga aizstāvības vai arbitražas nolūkos, piemēro valsts tiesību aktus.

(***) "Augšējās robežas" jēdzienā jāizmanto kvantitatīvās noteikšanas robeža, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu. "Apakšējās robežas" jēdzienā jāizmanto nulle, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu. "Vidējās robežas" jēdzienā jāizmanto puse no kvantitatīvās noteikšanas robežas, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu.

(****) Otrreizējā analīze ir nepieciešama, lai izslēgtu iekšējās savstarpējas piesārņošanas iespēju vai paraugu nejausu samainīšanu. Pirmo analīzi izmanto atbilstības pārbaudei, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti. Ja analīze tiek veikta saistībā ar piesārņojumu, otrreizēju analīzi apstiprinājuma gūšanai var neveikt, ja vien ir iespējams izsekot tam, ka analīzei atlasītie paraugi ir saistīti ar notikušo piesārņojumu.

2.2. Attiecībā uz PCDD/F un dioksīniem līdzīgiem PCB

Partija atbilst specifiskajai, ja vienas analīzes rezultāts:

- kas veikta, izmantojot skrīninga metodi ar šķietamās atbilstības attiecību mazāku par 5 %, norāda, ka koncentrācija nepārsniedz attiecīgo PCDD/PCDF maksimāli pieļaujamo koncentrāciju un PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summu, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK,
- kas veikta, izmantojot apstiprinošu metodi, nepārsniedz attiecīgo PCDD/PCDF maksimāli pieļaujamo koncentrāciju un PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summu, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Veicot skrīningu, jānosaka robežvērtība, kas jāņem vērā testos pieņēmumu izteikšanai par parauga atbilstību attiecīgajai vajadzīgajai koncentrācijai, kas noteikta attiecībā uz PCDD/PCDF vai PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summu.

Partija neatbilst specifiskajai, ja augšējā robeža (*****) analīžu rezultātam, kas iegūts ar apstiprinošu metodi un apstiprināts otrreizējā analīzē, pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti (*****).

Mērījumu neprecizitāti ņem vērā atbilstoši vienai no šādām pieejām:

- aprēķinot izvērsto neprecizitāti, izmantojot pārklāšanās koeficientu 2, kas nodrošina aptuveni 95 % ticamības līmeni. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja, atņemot U no izmērītās vērtības, iegūtā vērtība ir virs maksimāli pieļaujamās koncentrācijas. Ja PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgus PCB nosaka atsevišķi, PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB atsevišķu analīžu rezultātu aprēķinātā izvērtās neprecizitātes summa jāizmanto kā PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summa,
- nosakot izšķiršanas robežu (CC_a) saskaņā ar Komisijas Lēmuma 2002/657/EK I pielikuma 3.1.2.5. punktu. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja izmērītā vērtība ir vienāda ar CC_a vai virs tās.

Šos interpretācijas noteikumus piemēro analīžu rezultātiem, kas iegūti parauga oficiālajā kontrolē. Ja analīze vajadzīga aizstāvības vai arbitrāžas nolūkos, piemēro valsts tiesību aktus.

(*****) "Augšējās robežas" jēdzienā jāizmanto kvantitatīvās noteikšanas robeža, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu toksiskā ekvivalenta koncentrācijā (TEQ). "Apakšējās robežas" jēdzienā jāizmanto nulle, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu TEQ. "Vidējās robežas" jēdzienā jāizmanto puse no kvantitatīvās noteikšanas robežas, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu TEQ.

(******) Otrreizējā analīze ir nepieciešama, lai izslēgtu iekšējās savstarpējas piesārpošanās iespēju vai paraugu nejaušu samainīšanu. Pirmo analīzi, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti, izmanto atbilstības pārbaudei. Ja analīzi veic saistībā ar piesārņojumu, tad apstiprinājumu ar otrreizēju analīzi var neveikt, ja vien analīzei atlasītie paraugi caur izsekojamību ir saistīti ar šo piesārņojumu.

3. **Rezultāti, kas pārsniedz darbības robežlielumus, kā noteikts direktīvas 2002/32/EK II pielikumā**

Darbības robežlielumi paredzēti izmantošanai paraugu atlasē tajos gadījumos, kad ir jāidentificē piesārņojuma avots un jāveic pasākumi, lai to samazinātu vai novērstu. Skrīninga metodes nosaka šo paraugu atlasē piemērotas robežvērtības. Nepieciešamās darbības avota identificēšanai un piesārņojuma samazināšanai vai novēršanai tiek veiktas tikai tad, ja otrreizējā analīzē ar apstiprinošu metodi un ņemot vērā mērījumu neprecizitāti (*****), tiek apstiprināta darbības robežlieluma pārsniegšana.

(******) Skaidrojums un prasības attiecībā uz otrreizējās analīzes darbības robežlielumu kontroli ir identiskas (*****) zemsvītras piezīmē norādītajām prasībām attiecībā uz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju.

II NODAĻA

Paraugu gatavošana un prasības attiecībā uz analīzes metodēm, ko izmanto dioksīnu (PCDD/PCDF) un dioksīniem līdzīgu PCB daudzumu oficiālai kontrolei barībā

1. **Piemērošanas joma**

Šajā pielikumā noteiktās prasības piemēro, ja barību analizē, lai veiktu 2,3,7,8-aizvietoto polihlordibenzo-p-dioksīnu un polihlordibenzofurānu (PCDD/F) un dioksīniem līdzīgu polihlorbifenilu (dioksīniem līdzīgu PCB) daudzumu oficiālu kontroli, kā arī regulāru pārbaudi vajadzībām.

PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB klātbūtnes uzraudzību barībā var veikt divos dažādos nolūkos:

a) lai atlasītu tos paraugus, kuros PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB daudzumi pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju vai darbības robežlielumus. Šī pieeja var ietvert skrīninga metodi, kas ļauj paraugu atlasē veikt rentabli un jaudīgi, tādējādi palielinot iespējas atklāt jaunus gadījumus, kas var pakļaut patērētājus būtiskiem veselības apdraudējumu riskiem. Skrīninga metodes var ietvert gan bioanalīžu metodes, gan GC/MS metodes. Tās būtu jāpiemēro ar mērķi nepieļaut šķietami atbilstošu rezultātu iegūšanu. PCDD/F koncentrācija un PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summa šajos paraugos ar būtisku koncentrāciju jānosaka/jāapstiprina, izmantojot apstiprinošu metodi;

b) lai noteiktu PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB daudzumus barības paraugos zema fona līmeņu diapazonā. Tas ir svarīgi, lai sekotu līdzī tendencēm laikā, iedzīvotāju riska novērtējumam un izveidotu datu bāzi iespējamam iedarbības koncentrācijas un maksimāli pieļaujamās koncentrācijas atkārtotam novērtējumam. Šis mērķis ir sasniedzams ar apstiprinošām metodēm, kas vajadzīgas, lai precīzi identificētu un kvantificētu PCDD/F un dioksīniem līdzīgus PCB ar noteiktu ticamību. Šīs metodes var izmantot rezultātu apstiprināšanai, kas iegūti ar skrīninga metodēm, un zemu fona līmeņu noteikšanai, veicot barības kontroli. Tām ir arī svarīga nozīme radniecīgo vielu noteikšanā, lai identificētu iespējamā piesārņojuma avotu. Pašlaik šajās metodēs izmanto augstas izšķirtspējas gāzes hromatogrāfiju/augstas izšķirtspējas masspektrometriju (HRGC/HRMS).

2. **Metozu klasifikācija atbilstīgi to kvantitatīvajai pakāpei (*****)**

(******) Adaptēts attiecībā uz PCDD/F un dioksīniem līdzīgiem savienojumiem no dokumenta "Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines" ("Pamatnostādnes skrīninga metozu validēšanai attiecībā uz veterināro zāļu atliekām"), ES references laboratorijas (ESRL) attiecībā uz veterināro zāļu un piesārņotāju atliekām dzīvnieku izcelsmes pārtikā Fužerā, Berlīnē un Bilthovenā, 20/1/2010, http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_en.htm

- 2.1. *Kvalitatīvo metožu izmantošana ļauj saņemt apstipriņošu/neaustipriņošu signālu par nosakāmās vielas klātbūtni bez kvantitatīvās norādes par šķietami analizējamās vielas koncentrāciju. Kvalitatīvas metodes var nodrošināt puskvantitatīvu rezultātu iegūšanu, taču tās izmanto vienīgi apstipriņoša/neaustipriņoša pieņēmuma ziņojumam, lai norādītu, vai daudzumi pārsniedz vai nepārsniedz konkrētas robežas, piemēram, noteikšanas robežas, kvantitatīvās noteikšanas robežas vai robežvērtības.*

Attiecībā uz PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB maksimāli pieļaujamās koncentrācijas barībā kontroli un darbības robežlielumiem var piemērot tādas skrīninga metodes, kuru pamatā ir analīžu rezultāta un robežvērtības salīdzinājums un kuras sniedz apstipriņošu/neaustipriņošu pieņēmumu attiecībā uz norādi par interesējošās koncentrācijas iespējamo pārsniegšanu.

- 2.2. *Puskvantitatīvās metodes ir metodes, kas sniedz aptuvenu norādi par šķietami analizējamās vielas koncentrāciju, savukārt skaitliskais rezultāts neatbilst kvantitatīvo metožu prasībām. Puskvantitatīvās metodes var izmantot informācijas iegūšanai par analizējamās vielas koncentrācijas diapazonu, lai analītiķis varētu noteikt kalibrēšanas diapazonu vēlāk veicamajam apstipriņošajam testam un kvalitātes kontroles vajadzībām. Tādēļ par puskvantitatīvajām metodēm uzskata turpmāk minētās metodes:*

a) metodes, kuru pamatā ir bioloģisko principu izmantošana, piemēram, šūnu testi, receptoru testi vai imūntesti (turpmāk bioanalīžu metodes), un ar kurām var noteikt analizējamo vielu, ietver kalibrēšanas līkni, apstipriņošu/neaustipriņošu pieņēmumu attiecībā uz norādi par interesējošās koncentrācijas iespējamo pārsniegšanu un ļauj ziņot par rezultātu kā bioanalīzes ekvivalentu (BEQ), kas norāda uz TEQ vērtībām paraugā;

b) fizikāli ķīmiskais tests (piemēram, gāzu hromatogrāfija-masspektrometrija/masspektrometrija (GC-MS/MS) vai gāzu hromatogrāfija/zemas izšķirtspējas masspektrometrija (GC/LRMS)), kurā izmērītās metodes precizitātes rādītāji neatbilst kvantitatīvo testu prasībām.

- 2.3. *Kvantitatīvās metodes atbilst tādām pašām prasībām attiecībā uz pareizību, dinamisko diapazonu un precizitāti, kādas attiecināmas uz apstipriņošām metodēm. Ja ir vajadzīga kvantifikācija, kvantitatīvās metodes validē kā apstipriņošās metodes.*

3. **Vispārīga informācija**

Lai aprēķinātu toksiskuma ekvivalenta koncentrāciju (TEQ), katras vielas koncentrāciju konkrētajā paraugā reizina ar vielas attiecīgo toksiskuma ekvivalenta koeficientu (TEF), ko nosaka Pasaules Veselības organizācija un kas minēts šā pielikuma papildinājumā, pēc tam šos reizinājumus summē, lai iegūtu dioksīniem līdzīgu savienojumu kopējo koncentrāciju, kas izteikta toksiskuma ekvivalentos (TEQ).

Tikai šīs regulas V pielikuma B daļā atsevišķas radniecīgās vielas kvantitatīvās noteikšanas pieņemtā specifiskā robeža ir tāda analizējamās vielas koncentrācija parauga ekstraktā, kurai atbilst instrumenta atbilde pie diviem atšķirīgiem joniem, kurus kontrolē pie mazāk jutīgā signāla S/T (signāla/trokšņa) attiecības 3:1, un tādiem kritērijiem, kas norādīti, piemēram, standartā prEN 16215 (Dzīvnieku barība – dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB noteikšana ar gāzu hromatogrāfiju/augstas izšķirtspējas masspektrometriju (GC/HRMS) un PCB indikatora noteikšanai (GC/HRMS)) un/vai EPA metodes 1613 pārskatītajā B variantā.

Bioanalīžu skrīninga metodes radniecīgās vielas līmenī nesniegs rezultātus, bet vienīgi norādi (*****) par TEQ līmeni, kas izteikts bioanalīžu ekvivalentos (BEQ), lai apstiprinātu faktu, ka ne visi parauga ekstraktā esošie savienojumi, kas testā rada signālu, var atbilst visām TEQ principa prasībām.

Skrīninga un apstipriņošās metodes var piemērot tikai konkrētas matricēšanas kontroles vajadzībām, ja metodes ir pietiekami jutīgas, lai noteiktu koncentrācijas ticamību vajadzīgajā līmenī (darbības robežlielums vai maksimāli pieļaujamā koncentrācija).

(*****) Bioanalīžu metodes nav īpaši paredzētas tām radniecīgajām vielām, kas iekļautas TEF shēmā. Citi strukturāli radniecīgi AhR aktīvi savienojumi var būt parauga ekstraktā, kas ietekmē vispārējo signālu. Tādēļ TEQ līmeni paraugā nevar noteikt ar bioanalīžu rezultātiem un tos var vienīgi izmantot kā norādi.

4. **Kvalitātes nodrošināšanas prasības**

- 4.1. Jāveic pasākumi, lai nevienā no paraugu ņemšanas un analīzes procedūras posmiem nepieļautu paraugu savstarpēju piesārņošanu.

- 4.2. Paraugi jāuzglabā un jātransportē stikla, alumīnija, polipropilēna vai polietilēna konteineros, kas piemēroti paraugu uzglabāšanai un kas neietekmē tajos esošo PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB daudzumus. No parauga konteinerā jāizvāc papīra putekļu pēdas.

- 4.3. Paraugi jāuzglabā un jātransportē tā, lai saglabātu barības parauga integritāti.
- 4.4. Vajadzības gadījumā katru laboratorijas paraugu rūpīgi sasmalcina un samaisa, izmantojot apstrādi, kas nodrošina pilnīgu homogenizāciju (piemēram, samaļ tā, lai paraugs pilnībā izietu caur 1 mm sietu). Pārlietu mitri paraugi pirms sasmalcināšanas jāizžāvē.
- 4.5. Jāveic reaģentu, stikla trauku un aprīkojuma kontrole, lai nepieļautu ar TEQ vai BEQ pamatoto rezultātu ietekmēšanu.
- 4.6. Jāveic tukšā analīze, izpildot pilnībā visu analīzes procedūru bez analizējamā parauga.
- 4.7. Attiecībā uz bioanalīžu metodēm jāpārbauda visi analizē izmantotie stikla trauki un šķīdinātāji, vai tajos nav savienojumi, kas traucē noteicamo savienojumu konstatēšanu darba diapazonā. Stikla traukus skalo ar šķīdinātājiem vai karsē temperatūrā, kas piemērota PCDD/PCDF, dioksīniem līdzīgu savienojumu daļiņu un traucējošu savienojumu likvidēšanai no to virsmas.
- 4.8. Ekstrācijai izmantojamā parauga daudzumam jābūt pietiekami lielam, lai tiktu ievērotas prasības attiecībā uz pietiekami zemu darba diapazonu, tostarp interesējošo koncentrāciju.
- 4.9. Īpašajām paraugu sagatavošanas procedūrām, ko izmanto attiecīgajiem produktiem, ir jābūt apstiprinātām saskaņā ar starptautiski pieņemtām vadlīnijām.

5. PRASĪBAS LABORATORIJĀM

- 5.1. Saskaņā ar Regulas (EK) Nr. 882/2004 noteikumiem laboratorijas akreditē atzīta iestāde, kas darbojas saskaņā ar ISO Guide 58, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās piemēro analīžu kvalitātes nodrošināšanu. Laboratorijas akreditē, ievērojot EN ISO/IEC 17025 standartu.
- 5.2. Laboratoriju kompetence ir jāpierāda ar pastāvīgu un veiksmīgu piedalīšanos starplaboratoriju pētījumos, kuros nosaka PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgus PCB attiecīgajās barības matricās un koncentrācijas diapazonos.
- 5.3. Laboratorijas, kurās paraugu regulārai kontrolei izmanto skrīninga metodes, izveido ciešu sadarbību ar laboratorijām, kas izmanto apstiprinošu metodi gan attiecībā uz kvalitātes kontroli, gan iespējami inficētu paraugu analīzes rezultātu apstiprināšanu.

6. Pamatprasības, kas jāievēro attiecībā uz dioksīnu (PCDD/PCDF) un dioksīniem līdzīgu PCB analīzes procedūru

- 6.1. *Zems darba diapazons un kvantitatīvās noteikšanas robežas*

PCDD/PCDF nosakāmajiem daudzumiem jābūt augšējo femtogramu (10^{-15} g) robežās, jo daži no tādiem savienojumiem ir ārkārtīgi toksiski. Attiecībā uz lielāko daļu PCB radniecīgo vielu kvantitatīvās noteikšanas robeža nanogramu (10^{-9} g) robežās ir pietiekama. Lai izmērītu toksiskākas dioksīniem līdzīgu PCB radniecīgās vielas (jo īpaši neorto aizvietotās radniecīgās vielas), darba diapazona zemākais punkts atbilst zemākajam pikogramam (10^{-12} g) līmenim. Attiecībā uz visām pārējām PCB radniecīgām vielām kvantitatīvās noteikšanas robeža nanogramu (10^{-9} g) robežās ir pietiekama.
- 6.2. *Augsta selektivitāte (specifiskums)*
 - 6.2.1. Jāatsķir PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgi PCB no daudziem citiem vienlaikus ekstrahētiem un varbūtēji traucējošiem savienojumiem, kuru koncentrācija līdz vairākām kārtām pārsniedz nosakāmās vielas koncentrāciju. Attiecībā uz GC/MS metodēm ir jādiferencē tādas atšķirīgas radniecīgās vielas kā toksiskās vielas (piemēram, septiņpadsmit 2,3,7,8-aizvietotie PCDD/PCDF un divpadsmit dioksīniem līdzīgi PCB) un citas radniecīgās vielas.
 - 6.2.2. Bioanalīžu metodēm ir jānodrošina, ka noteicamos savienojumus var noteikt kā PCDD/PCDF un/vai dioksīniem līdzīgu PCB summu. Paraugu attīra, lai likvidētu savienojumus, kas rada šķietami neatbilstošus rezultātus, vai savienojumus, kas var mazināt signālu, radot šķietami atbilstošus rezultātus.
- 6.3. *Liela precizitāte (ticamība un precizitāte, biotesta acīmredzamā atgūstamība)*
 - 6.3.1. Attiecībā uz GC/MS metodēm ir jānodrošina pareizs patiesās koncentrācijas novērtējums paraugā. Liela precizitāte ir vajadzīga, lai noteiktā TEQ līmeņa ticamības dēļ nevarētu noraidīt parauga analīzes rezultātus. Precizitāti izsaka kā *ticamību* (starpība starp analizējamās vielas vidējo vērtību, kas izmērīta, analizējot sertificētu materiālu, un tās sertificēto vērtību, kas izteikta procentos) un *precizitāti* (RSD_R relatīvā standartnovirze, ko aprēķina no rezultātiem, kas iegūti saskaņā ar reproducējamības nosacījumiem).

- 6.3.2. Attiecībā uz bioanalīžu metodēm ir jānosaka biotesta acīmredzamā atgūstamība. Biotesta acīmredzamā atgūstamība ir BEQ līmenis, kas aprēķināts no TCDD vai PCB 126 kalibrēšanas līknes, kas koriģēta atbilstīgi tukšajam paraugam, pēc tam dalot ar GC/HRMS noteikto TEQ līmeni. Tā rezultātā jākorrigē tādi koeficienti kā PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu savienojumu zudums ekstrakcijas laikā un attīrīšanas posmos, vienlaikus ekstrahēti savienojumi, kas palielina vai samazina signālu (agonistiska un antagonistiska iedarbība), līknes atbilstības kvalitāte vai atšķirības starp toksiskuma ekvivalences koeficientu (TEF) un relatīvās potences (REP) vērtībām. Biotesta acīmredzamā atgūstamība tiek aprēķināta no piemērotiem standartparaugiem ar dažādām reprezentatīvām radniecīgām vielām aptuveni interesējošā koncentrācijā.
- 6.4. *Validācija vajadzīgās koncentrācijas diapazonā un vispārīgi kvalitātes kontroles pasākumi*
- 6.4.1. Laboratorijas pierāda metodes veikspēju vajadzīgās koncentrācijas diapazonā, piemēram, 0,5, 1 un 2 reizes vajadzīgā koncentrācijā ar atbilstošu variācijas koeficientu atkārtotai analīzei validēšanas procedūras un regulāras analīzes laikā.
- 6.4.2. Kvalitātes iekšējās kontroles nolūkos regulāri izdara tukšo paraugu analīzes un kontrolparaugu analīzes ar standartvielu piedevas analīzi vai kontrolparaugu analīzi (ja iespējams, ieteicams izmantot sertificētu standartmateriālu). Lai pārliecinātos, ka analīzes veikspēja atbilst prasībām, izveido un pārbauda tukšo paraugu analīžu, kontrolparaugu analīžu ar standartvielu piedevas analīzi vai kontrolparaugu analīžu kvalitātes kontroles grafikus.
- 6.5. *Kvantitatīvās noteikšanas robeža*
- 6.5.1. Attiecībā uz bioanalīžu skrīninga metodēm kvantitatīvās noteikšanas robežas (LOQ) nav obligāti jānosaka, taču metodei ir jāpierāda, ka tā var diferencēt tukšā parauga vērtību un robežvērtību. Lai noteiktu BEQ līmeni, jānosaka ziņojamā līmeņa robeža to paraugu analizēšanai, kuros uzrādītais signāls ir zem šā līmeņa. Ir jāpierāda, ka ziņojamais līmenis atšķiras no procedūras tukšajiem paraugiem vismaz ar koeficientu 3 un tā signāls ir zemāks par darba diapazonu. Tādēļ tas jāapņēma no paraugiem, kuros noteicamie savienojumi aptuveni atbilst vajadzīgajam obligātajam līmenim, un nevis no S/T attiecības vai tukšās analīzes.
- 6.5.2. Kvantitatīvās noteikšanas robežai apstiprinošajā metodē ir jābūt aptuveni vienai piektdaļai no vajadzīgās koncentrācijas.
- 6.6. *Analītiskie kritēriji*
- Lai iegūtu ticamus rezultātus, izmantojot apstiprinošās vai skrīninga metodes, TEQ vai BEQ vērtībai ir jāatbilst turpmāk minētajiem kritērijiem atkarībā no tā, vai vērtība tiek noteikta kā TEQ kopējā summa (kā PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summa) vai PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgiem PCB katram atsevišķi:

	Skrīnings, kurā izmantotas bioanalīžu metodes vai fizikāli ķīmiskās metodes	Apstiprinošas metodes
Šķietami atbilstoša attiecība (*)	ne vairāk kā 5 %	
Ticamība		no – 20 % līdz + 20 %
Atkārtojamība (RSD _p)	ne vairāk kā 20 %	
Reproducējamība laboratorijā (RSD _R)	ne vairāk kā 25 %	ne vairāk kā 15 %

(*) attiecībā uz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju.

- 6.7. *Īpašas prasības skrīninga metodēm*
- 6.7.1. Skrīningā var izmantot gan GC/MS, gan bioanalīžu metodes. Attiecībā uz GC/MS metodēm jāievēro 7. punktā noteiktās prasības. Īpašas prasības attiecībā uz šūnu bioanalīžu metodēm tiek noteiktas 8. punktā.
- 6.7.2. Laboratorijas, kas paraugu regulārai kontrolei izmanto skrīninga metodes, izveido ciešu sadarbību ar laboratorijām, kas izmanto apstiprinošu metodi.
- 6.7.3. Skrīninga metodes veikspējas pārbaude ir vajadzīga regulāras analīzes laikā, veicot analīzes kvalitātes kontroli un metožu pastāvīgu validēšanu. Atbilstošu rezultātu kontrolei ir vajadzīga ilgstoša programma.

6.7.4. Pārbauda iespējamo šūnas signāla slāpēšanu un citotoksicitāti.

Regulārā skrīninga laikā parauga ekstrakta 20 % izmēra ar pievienotu 2,3,7,8-TCDD, kas atbilst vajadzīgajai koncentrācijai, vai bez tā, lai pārbaudītu, vai parauga ekstraktā esošās traucējošās vielas iespējami neslāpē signālu. Parauga ar standartvielu piedevu izmērīto koncentrāciju salīdzina ar parauga ekstrakta, kam nav pievienota standartviela, koncentrācijas summu, pieskaitot standartvielu piedevu koncentrāciju. Ja šī izmērītā koncentrācija pārsniedz aprēķināto (summu) koncentrāciju par vairāk nekā 25 %, tas norāda uz iespējamo signāla slāpēšanu un attiecīgo paraugu iesniedz, lai veiktu GC/HRMS apstiprinošu analīzi. Rezultātus kontrolē, izmantojot kvalitātes kontroles grafikus.

6.7.5. Atbilstošu paraugu kvalitātes kontrole.

Atkarībā no parauga matricas un laboratorijas pieredzes aptuveni no 2 līdz 10 % atbilstošu paraugu apstiprina ar GC/HRMS metodēm.

6.7.6. Šķietami atbilstošu attiecību noteikšana, izmantojot kvalitātes kontroles datus.

Jānosaka šķietami atbilstošu rezultātu attiecība, kas iegūti, veicot tādu paraugu skrīningu, kuros nosakāmā koncentrācija ir zem vai virs maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai darbības robežlieluma. Faktiskajām šķietami atbilstošajām attiecībām jābūt mazākām par 5 %. Ja atbilstošu paraugu kvalitātes kontroles laikā no vienas matricas/matricu grupas var iegūt vismaz 20 apstiprinātus rezultātus, secinājumi par šķietami atbilstošu attiecību ir iegūstami no šīs datu bāzes. Paraugu rezultātus, kas analizēti, izmantojot salīdzinošus testus vai piesārņojuma gadījumus, un kuru koncentrācijas diapazons aptver, piemēram, 2 reizes lielāku maksimāli pieļaujamo koncentrāciju (MPK), arī var iekļaut obligātajos šķietami atbilstošas attiecības novērtēšanas 20 rezultātos. Paraugos iekļauj visbiežāk izmantojamās radniecīgās vielas, kas iegūtas no dažādiem avotiem.

Lai gan skrīninga testus būtu vēlams veikt, lai noteiktu paraugus, kuros pārsniegts darbības robežlielums, kritērijs šķietami atbilstošu attiecību noteikšanai ir maksimāli pieļaujamā koncentrācija, ņemot vērā apstiprinošas metodes mērījumu neprecizitāti.

6.7.7. Iespējami neatbilstoši paraugi, kas iegūti, veicot skrīningu, vienmēr jāpārbauda ar apstiprinošas analīzes metodi (GC/HRMS). Šos paraugus var arī izmantot, lai novērtētu šķietami neatbilstošu rezultātu proporciju. Attiecībā uz skrīninga metodēm šķietami neatbilstošu rezultātu attiecība ir rezultātu frakcija, kas apstiprināti par atbilstošiem ar GC/HRMS apstiprinošo analīzi, arī tad, ja iepriekšējā skrīningā iegūtais paraugs tika uzskatīts par iespējami neatbilstošu. Skrīninga metodes priekšrocību novērtējuma pamatā jābūt šķietami neatbilstošu paraugu un pārbaudīto paraugu kopējā skaita salīdzinājumam. Šai attiecībai jābūt pietiekami mazai, lai skrīninga metodi izmantotu lietderīgi.

6.7.8. Bioanalīžu metodes, vismaz saskaņā ar validēšanas nosacījumiem, nodrošina atbilstošu norādi par TEQ līmeni, kas aprēķināts un izteikts kā BEQ.

Starplaboratoriju pētījumos iegūtā RSD_f parasti būs mazāka par reproducējamības RSD_R , tostarp attiecībā uz bioanalīžu metodēm, kas veiktas saskaņā ar atkārtojamības nosacījumiem.

7. Īpašas prasības, kas jāievēro attiecībā uz gc/ms metodēm, kuras izmanto skrīningam vai apstiprināšanai

7.1. Vispārīgas prasības

Starpība starp augšējās robežas koncentrāciju un apakšējās robežas koncentrāciju nedrīkst pārsniegt 20 % pārtikas produktiem, kuros piesārņojums ir aptuveni 1 pg WHO-TEQ uz kilogramu produkta ar 12 % mitruma saturu (kuras pamatā ir PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summa). Ja piesārņojuma koncentrācija ir mazāka, piemēram, 0,50 pg WHO-TEQ uz kilogramu produkta, starpība starp augšējās robežas un apakšējās robežas koncentrāciju var būt no 25 % līdz 40 %.

7.2. Atgūstamības kontrole

7.2.1. Lai analīzes procedūra būtu derīga, sākot izpildīt analīzi, tas ir, pirms ekstrakcijas, jāpievieno ar ^{13}C iezīmēti 2,3,7,8-hloroizvietoti PCDD/F iekšējie standarti un ar ^{13}C iezīmēti dioksīniem līdzīgu PCB iekšējie standarti. Katrai tetra- līdz oktahloratvasināto PCDD/PCDF homologu grupai jāpievieno vismaz viena radniecīga viela un vismaz viena radniecīga viela jāpievieno katrai dioksīniem līdzīgu PCB homologu grupai (tāpat jāpievieno vismaz viena radniecīga viela uz katru maspektrometrijai izraudzīto reģistrējamo jonu funkciju, ko izmanto PDDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB uzraudzībai). Attiecībā uz apstiprinošām metodēm tiek izmantoti visi 17 ar ^{13}C iezīmēti 2,3,7,8-aizvietoti PCDD/PCDF iekšējie standarti un visi 12 ar ^{13}C -iezīmēti dioksīniem līdzīgu PCB iekšējie standarti.

- 7.2.2. Izmantojot attiecīgus kalibrēšanas šķīdumus, nosaka relatīvā signāla koeficientus tām radniecīgajām vielām, kurām nav pievienots ar ^{13}C iezīmēts analogs.
- 7.2.3. Pirms ekstrakcijas iekšējie standarti obligāti jāpievieno augu un dzīvnieku izcelsmes barībai, kurā ir mazāk nekā 10 % tauku. Dzīvnieku izcelsmes barības, kas satur vairāk par 10 % tauku, analizēšanai iekšējos standartus pievieno pirms vai pēc tauku ekstrakcijas. Atkarībā no tā, kurā analīzes posmā sāk izmantot iekšējos standartus un vai rezultātu ziņojuma pamatā ir produkts vai tikai tauki, jāveic atbilstīga veikspējas validācija.
- 7.2.4. Pirms GC/MS analīzes jāpievieno 1 vai 2 atgūstamības (surogāta) standartu(-i).
- 7.2.5. Nepieciešams veikt atgūstamības kontroli. Attiecībā uz apstiprinotajiem metodēm atsevišķu iekšējo standartu atgūstamībai jābūt intervālā no 60 % līdz 120 %. Lielāka vai mazāka atsevišķu radniecīgo vielu, jo īpaši dažu hepta- un oktahloratvasināto dibenzo-p-dioksīnu un dibenzofurānu atgūstamība ir pieņemama ar nosacījumu, ka to daļa TEQ vērtībā nepārsniedz 10 % no kopējās TEQ vērtības (kuras pamatā ir PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summa). Ja piemēro GC/MS skrīninga metodes, atgūstamībai jābūt intervālā no 30 % līdz 140 %.
- 7.3. *Traucējošu vielu likvidēšana*
- PCDD/PCDF atdalīšanu no tādiem traucējošiem hloratvasinātiem savienojumiem kā PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, un hloratvasinātiem difenilēteriem veic ar piemērotām hromatogrāfijas metodēm (ieteicams ar florisila, alumīnija oksīda un/vai oglekļa kolonnas),
 - izomēru atdalīšana ar gāzu hromatogrāfiju nepārsniedz 25 % pilnas amplitūdas robežās starp 1,2,3,4,7,8-HxCDF un 1,2,3,6,7,8-HxCDF.
- 7.4. *Kalibrēšana ar standartlīkni*
- Kalibrēšanas līknes diapazons ietver vajadzīgās koncentrācijas atbilstošo diapazonu.

8. Īpašas prasības attiecībā uz bioanalīžu metodēm

Bioanalīžu metodes ir metodes, kuru pamatā ir tādu bioloģisko principu izmantošana kā šūnu testi, receptoru testi vai imūntesti. Ar šo 8. punktu tiek noteiktas prasības attiecībā uz bioanalīžu metodēm kopumā.

Skrīninga metode faktiski paraugu klasificē kā atbilstošu vai iespējami neatbilstošu. Tādēļ aprēķinātais BEQ līmenis tiek salīdzināts ar robežvērtību (skatīt 8.3. apakšpunktu). Paraugi, kuros nosakāmā koncentrācija ir zem robežvērtības, tiek uzskatīti par atbilstīgiem, savukārt paraugi, kuros nosakāmā koncentrācija ir vienāda ar robežvērtību vai virs tās, tiek uzskatīti par iespējami neatbilstīgiem, kas jāanalizē ar apstiprinotajiem metodi. Praksē BEQ līmenis, kas atbilst 2/3 maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, var tikt izmantots par vispiemērotāko robežvērtību, nodrošinot šķietami atbilstošu attiecību mazāku par 5 % un pieņemamāku attiecību šķietami neatbilstīgiem rezultātiem. Attiecībā uz atsevišķām PCDD/F maksimāli pieļaujamām koncentrācijām un PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summu, veicot paraugu atbilstības pārbaudi bez frakcionēšanas, PCDD/F ir vajadzīgas atbilstošas biotesta robežvērtības. Attiecībā uz tādu paraugu pārbaudi, kuros darbības robežlielums ir pārsniegts, piemērota robežvērtība būtu attiecīgās vajadzīgās koncentrācijas atbilstoša procentuālā daļa.

Turklāt izmantojot konkrētas bioanalīžu metodes, paredzamo koncentrāciju, kas izteikta BEQ, var norādīt paraugiem darba diapazonā un paraugiem, kuros pārsniegta ziņojamā līmeņa robeža (skatīt 8.1.1. un 8.1.6. apakšpunktu).

- 8.1. *Testa signāla novērtējums*
- 8.1.1. *Vispārīgas prasības*
- Aprēķinot koncentrāciju no TCDD kalibrēšanas līknes, līknes variāciju koeficients (CV) zemākajā un augstākajā punktā būs krasi atšķirīgs. Darba diapazons ir zona, kurā CV ir mazāks par 15 %. Darba diapazona zemākais punkts (ziņojamā līmeņa robeža) jānosaka vismaz ar koeficientu 3, kas lielāks par procedūras tukšo paraugu. Darba diapazona augstāko punktu parasti apzīmē ar EC_{70} vērtību (70 % maksimāli efektīvās koncentrācijas), bet zemāko norāda, ja CV šajā diapazonā ir augstāks par 15 %. Darba diapazonu nosaka validēšanas laikā. Robežvērtībām (skatīt 8.3. apakšpunktu) jāatbilst darba diapazonam.
 - Standartšķīdumi un parauga ekstrakti jāanalizē vismaz divas reizes. Izmantojot divreiz analizēta parauga ekstraktu, standartšķīdums vai kontrolekstrakta analīze, ko sadala 4 līdz 6 porcijās uz plāksnes, atbilst signālam vai koncentrācijai (tikai iespējams darba diapazonā), kurā CV ir mazāks par 15 %.
- 8.1.2. *Kalibrēšana*
- 8.1.2.1. *Kalibrēšana ar standartlīkni*
- Koncentrāciju paraugos aprēķina, salīdzinot testa signālu ar TCDD (vai PCB 126 vai PCDD/PCDF/dioksīniem līdzīgu PCB standartmaisījuma) kalibrēšanas līkni BEQ līmeņa noteikšanai ekstraktā un pēc tam paraugā.

- Kalibrēšanas līknes ietver no 8 līdz 12 koncentrācijām (kas pārbaudītas vismaz divas reizes) ar pietiekamu skaitu koncentrāciju līknes zemākajā daļā (darba diapazons). Īpaša uzmanība jāpievērš līknes atbilstības kvalitātei darba diapazonā. Nelineārā regresijā R^2 vērtībai pašai par sevi nav būtiskas nozīmes atbilstības ticamības noteikšanā. Piemērotāku atbilstību sasniedz, samazinot atšķirību starp aprēķinātajām un novērojamajām koncentrācijām līknes darba diapazonā, piemēram, samazinot atlikušo pakāpes summu.
- Aprēķināto koncentrāciju parauga ekstraktā pēc tam koriģē atbilstīgi BEQ līmenim, ko aprēķina atbilstīgi matricēs/šķīdinātāja tukšajam paraugam (ņemot vērā lietoto šķīdinātāju un ķīmikāliju piemaisījumus), un acīmredzamajai atgūstamībai (ko aprēķina pēc BEQ līmeņa piemērotos standartparaugos ar reprezentatīviem radniecīgiem paraugiem vajadzīgā koncentrācijā). Lai veiktu atgūstamības korekciju, acīmredzamajai atgūstamībai jābūt vajadzīgajā diapazonā (skatīt 8.1.4. apakšpunktu). Standartparaugiem, kurus izmanto atgūstamības korekcijai, jāatbilst 8.2. apakšpunktā noteiktajām prasībām.

8.1.2.2. Kalibrēšana ar standartparaugiem

Lai mazinātu nepieciešamību veikt tukšā parauga korekciju un atgūstamību, var izmantot kalibrēšanas līkni, kas iegūta no vismaz 4 standartparaugiem (skatīt 8.2.4. apakšpunktu: no viena matricēs tukšā parauga un trīs standartparaugiem 0,5, 1 un 2 reizes vajadzīgajā koncentrācijā), kuros ir aptuveni vajadzīgā koncentrācija. Šajā gadījumā testa signālu, kas atbilst 2/3 maksimāli pieļaujamās koncentrācijas (skatīt 8.3. apakšpunktu), var aprēķināt tieši no šiem paraugiem un izmantot par robežvērtību. Tādu paraugu pārbaudei, kuros pārsniegti darbības robežlīmeņi, par robežvērtību var uzskatīt šo darbības robežlīmeņu atbilstīgu procentuālo daļu.

8.1.3. PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB atsevišķa noteikšana

Ekstraktus var sašķelt frakcijās, kas satur PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgus PCB, ļaujot noteikt PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB atsevišķus TEQ līmeņus (BEQ). PCB 126 standarta kalibrēšanas līkni vēlams izmantot, lai novērtētu dioksīniem līdzīgu PCB saturošas frakcijas rezultātus.

8.1.4. Biotesta acīmredzamā atgūstamība

“Biotesta acīmredzamo atgūstamību” aprēķina no piemērotiem standartparaugiem ar reprezentatīvam radniecīgām vielām, kurās ir aptuveni vajadzīgā koncentrācija un kuras salīdzinājumā ar TEQ līmeni izteiktas kā BEQ līmeņa procentuālā daļa. Atkarībā no testa veida un izmantotās TEF (******) atšķirības starp dioksīniem līdzīgu PCB TEF un REP koeficientiem salīdzinājumā ar PCDD/PCDF var radīt zemu dioksīniem līdzīgu PCB acīmredzamo atgūstamību. Tādēļ, ja tiek veikta PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB atsevišķa noteikšana, biotesta acīmredzamā atgūstamība dioksīniem līdzīgiem PCB ir intervālā no 25 % līdz 60 %, PCDD/PCDF intervālā no 50 % līdz 130 % (diapazoni attiecas uz TCDD kalibrēšanas līkni). Tā kā dioksīniem līdzīgu PCB daļa PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summā var būt izteikta ar dažādām matricēm un paraugiem, biotesta acīmredzamā atgūstamība attiecībā uz PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summu atspoguļo šo sastāvu un atgūstamībai jābūt intervālā no 30 % līdz 130 %. Ja Savienības tiesību aktos pastāv būtiski pārskatītu TEF vērtību ierobežojumi attiecībā uz PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgiem PCB, šie diapazoni ir jāpārskata.

(*****) Spēkā esošo prasību pamatā ir TEF, kas publicēta M. Van den Berg et al, *Toxicol Sci* 93 (2), 223.–241. lpp (2006.).

8.1.5. Atgūstamības kontrole attīrīšanai

Veicot attīrīšanu, savienojumu zudumu pārbauda validēšanas laikā. Tukšais paraugs, kam pievienots standarts ar dažādu radniecīgo vielu maisījumu, jāiesniedz attīrīšanai (vismaz $n = 3$), pārbaudot atgūstamību un atšķirību GC/HRMS analizē. Atgūstamībai jābūt 60 % līdz 120 % intervālā, jo īpaši attiecībā uz radniecīgām vielām, kuru devums TEQ līmenim dažādos maisījumos pārsniedz 10 %.

8.1.6. Ziņojamā līmeņa robeža

Ziņojot par BEQ līmeņiem, ziņojamā līmeņa robežu nosaka no attiecīgajiem matricēs paraugiem, tostarp parastām radniecīgām vielām, un nevis no standartu kalibrēšanas līknes tās zemās precizitātes dēļ līknes zemākajā diapazonā. Jāņem vērā ekstrakcijas un attīrīšanas procedūras ietekme. Ziņojamā līmeņa robežu nosaka ar koeficientu ne mazāku par 3 virs procedūras tukšajiem paraugiem.

8.2. Standartparaugu izmantošana

8.2.1. Standartparaugu ietver parauga matrici, radniecīgās vielas un PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB, kuros ir aptuveni vajadzīgā koncentrācija, koncentrācijas diapazonus.

8.2.2. Tukšā matricē un attiecīgos gadījumos procedūras tukšais paraugs un standartparaugs vajadzīgajā koncentrācijā jāiekļauj visās analīžu sērijās. Šos paraugus ekstrahē un analizē vienlaikus identiskos apstākļos. Standartparauga signālam ievērojami jāpārsniedz tukšā parauga signāls, lai nodrošinātu testa piemērotību. Šos paraugus var izmantot tukšajām korekcijām un atgūstamības korekcijām.

8.2.3. Standartparaugi, kas izvēlēti atgūstamības korekcijai, ir reprezentatīvi attiecībā uz testa paraugiem, kas nozīmē, ka radniecīgās vielas nevar radīt pazeminātus koncentrācijas rezultātus.

8.2.4. Papildu standartparaugus, kuros attiecīgā koncentrācija ir, piemēram, 0,5 un 2 reizes lielāka par vajadzīgo koncentrāciju, var iekļaut, lai pierādītu testa veiktspēju vajadzīgajā diapazonā vajadzīgās koncentrācijas kontrolei. Lai testa paraugos aprēķinātu BEQ līmeņus, šos paraugus var kombinēt (skatīt 8.1.2.2. apakšpunktu).

8.3. Robežvērtību noteikšana

Jānosaka saistība starp bioanalīžu rezultātiem BEQ un GC/HRMS rezultātiem TEQ, piemēram, veicot ar matrici iezīmētas kalibrēšanas analīzes, kurās izmanto standartparaugus ar standartvielu piedevu, kas ir 0,5, 1 un 2 reizes lielāka par maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, atkārtojot 6 reizes katrā līmenī ($n = 24$). Korekcijas koeficientus (tukšais paraugs un atgūstamība) var aprēķināt no šīs saistības, taču tie jāpārbauda saskaņā ar 8.2.2. apakšpunktu.

Robežvērtības nosaka attiecībā uz pieņēmumiem par parauga atbilstību maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai vai darbības robežlielumu kontrolei, ja nepieciešams ar attiecīgām vajadzīgajām koncentrācijām, kas noteiktas vai nu PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgiem PCB katram atsevišķi, vai PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summai. Tos atspoguļo bioanalīžu rezultātu sadalīšanas zemākais beigu punkts (korģēts atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai), kas atbilst GC/HRMS izšķiršanas robežai, kuras pamatā ir 95 % ticamības līmenis, nosakot, ka šķietamās atbilstības attiecība ir mazāka par 5 % un RSD_R mazāka par 25 %. GC/HRMS izšķiršanas robeža ir maksimāli pieļaujamā koncentrācija, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Robežvērtību (BEQ) var aprēķināt atbilstīgi vienai no 8.3.1., 8.3.2. un 8.3.3. apakšpunktā noteiktajām pieejām (skatīt 1. attēlu).

8.3.1. Prognozējamā intervāla zemākās 95 % robežas izmantošana pie GC/HRMS izšķiršanas robežas:

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

kur:

BEQ_{DL} BEQ atbilst GC/HRMS izšķiršanas robežai, kas ir maksimāli pieļaujamā koncentrācija, ietverot mērījumu neprecizitāti.

$s_{y,x}$ atlikusī standartnovirze

$t_{\alpha, f=m-2}$ pārbaudāmais koeficients ($\alpha = 5\%$, $f =$ vienaspusēja brīvības pakāpe)

m kalibrēšanas punktu kopējais skaits (indekss "j")

n atkārtoto mērījumu skaits katrā līmenī

x_i GC/HRMS kalibrēšanas punkta "i" parauga koncentrācija (TEQ)

\bar{x} visu kalibrēšanas paraugu koncentrāciju vidējā vērtība (TEQ)

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2$ kvadrātu summas parametrs, $i =$ kalibrēšanas punkta "i" indekss

8.3.2. Aprēķināšana no bioanalīžu rezultātiem (korģēti atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai), kas iegūti no paraugu, kas piesārņoti pie GC/HRMS izšķiršanas robežas, vairākkārtējām analīzēm ($n \geq 6$), izsakot tos kā datu izplatīšanas zemāko beigu punktu attiecīgajā vidējā BEQ vērtībā:

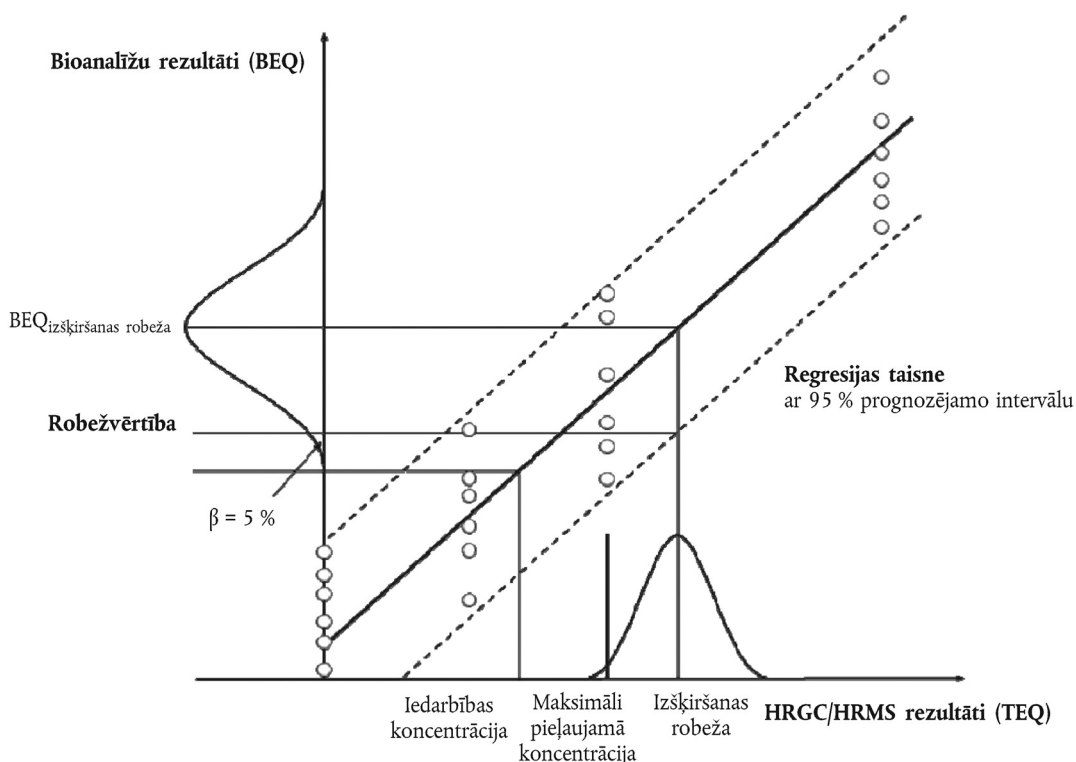
$$\text{Robežvērtība} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 * \text{SD}_R$$

kur:

SD_R biotesta rezultātu standartnovirze ar BEQ_{DL} , kas izmērīta saskaņā ar starplaboratorijas reproducējamības nosacījumiem.

8.3.3. Bioanalīžu rezultātu vidējās vērtības aprēķināšana (BEQ korģēta atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai) no paraugu, kas piesārņoti pie 2/3 vajadzīgās koncentrācijas, vairākkārtējas analīzes ($n \geq 6$), kuras pamatā ir novērojums, ka šī koncentrācija aptuveni atbildīs 8.3.1. apakšpunktā vai 8.3.2. apakšpunktā noteiktajai robežvērtībai.

1. attēls



Robežvērtību aprēķināšanas pamatā ir 95 % ticamības līmenis, kas ietver šķietami atbilstošu attiecību, kas nav lielāka par 5 %, un RSD_R , kas nav lielāka par 25 % un kas iegūta no: 1) 95 % prognozējamā intervāla zemākās robežas pie HRGC/HRMS izšķiršanas robežas; 2) paraugu, kas piesārņoti pie HRGC/HRMS izšķiršanas robežas, vairākkārtējas analīzes ($n \geq 6$), kura izteikta kā datu izplatīšanas zemākais beigu punkts (grafikā attēlota zvaniņveidīgas līknes formā) atbilstošajā vidējā BEQ vērtībā.

8.3.4. Robežvērtību ierobežojumi

Ar BEQ pamatotās robežvērtības, kas aprēķinātas no validēšanas laikā iegūtajām RSD_R , izmantojot ierobežota skaita paraugus ar atšķirīgām matricu/radniecīgo vielu īpašībām, var būt augstākas par vajadzīgajām koncentrācijām, kuru pamatā ir TEQ, to lielākas precizitātes dēļ, ko nevar iegūt regulārajā analīzē, ja ir jākontrolē nezināms iespējami radniecīgo vielu īpašību spektrs. Šādos gadījumos robežvērtības aprēķina no $RSD_R = 25 \%$ vai ieteicams izmantot divas trešdaļas vajadzīgās koncentrācijas.

8.4. Veiktspējas rādītāji

- 8.4.1. Bioanalīžu metožu atkārtojamības testus veic, lai iegūtu informāciju par standartnovirzi testa sēriju ietvaros un to starplaikā. Atkārtojamībai jābūt mazākai par 20 %, reproducējamībai laboratorijā jābūt mazākai par 25 %. To pamatā ir aprēķinātie līmeņi BEQ pēc tukšā parauga un atgūstamības korekcijas.
- 8.4.2. Validēšanas procesa ietvaros jāuzrāda tests, lai atšķirtu tukšo paraugu no koncentrācijas pie robežvērtības, ļaujot veikt paraugu identificēšanu virs atbilstošās robežvērtības (skatīt 8.1.2. apakšpunktu).
- 8.4.3. Jādefinē nosakāmie savienojumi, iespējamie traucējumi un maksimāli pieļaujamā tukšā parauga koncentrācija.
- 8.4.4. Parauga ekstrakta, ja to nosaka trijos atkārtojumos, procentuālā standartnovirze signālā vai koncentrācija, kas aprēķināta no signāla (iespējams tikai darba diapazonā), nedrīkst pārsniegt 15 %.
- 8.4.5. Standartparauga(-u) nekorigētos rezultātus, kas izteikti BEQ (tukšais paraugs un vajadzīgā koncentrācija), izmanto bioanalīžu metodes veiktspējas novērtēšanai konstantā periodā.
- 8.4.6. Izveido un pārbauda procedūras tukšos paraugus un katra veida standartparauga kvalitātes kontroles grafikus, lai pārliecinātos, ka analīžu veiktspēja atbilst prasībām, jo īpaši attiecībā uz procedūras tukšajiem paraugiem un, konkrēti, vajadzīgo minimālo atšķirību darba diapazona zemākajā punktā un standartparaugiem attiecībā uz reproducējamību laboratorijā. Procedūras tukšie paraugi jākontrolē tā, lai paraugu atdalīšanas laikā nepieļautu šķietami atbilstošu rezultātu iegūšanu.

- 8.4.7. Rezultātus, kas iegūti no iespējami inficētu paraugu GC/HRMS analizēm, un 2 % līdz 10 % atbilstošu paraugu (ne mazāk kā 20 paraugu uz vienu matrici) apkopo un izmanto, lai novērtētu skrīninga metodes veiktspēju un BEQ un TEQ saistību. Šo datu bāzi var izmantot robežvērtību, kas piemērojamas regulārajiem paraugiem attiecībā uz validācijas matricām, atkārtotam novērtējumam.
- 8.4.8. Efektīvas metodes veiktspēju var arī pierādīt, piedaloties salīdzinošu testu veikšanā. Paraugu rezultātus, kuri analizēti, izmantojot salīdzinošus testus, un kuru koncentrācijas diapazons aptver, piemēram, divreiz lielāku maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, var iekļaut šķietami atbilstošas attiecības novērtējumā, ja laboratorija var pierādīt tās veiktspējas efektivitāti. Paraugos iekļauj visbiežāk izmantojamās radniecīgās vielas, kas iegūtas no dažādiem avotiem.
- 8.4.9. Piesārņošanas gadījumos robežvērtības var atkārtoti novērtēt, atspoguļojot šā konkrētā piesārņojuma īpašo matrici un radniecīgo vielu īpašības.
- 9. Rezultātu ziņošana**
- 9.1. *Apstiprināšanas metodes*
- 9.1.1. Ciktāl to nodrošina izmantotā analīžu procedūra, analīžu rezultātos iekļauj atsevišķu PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB radniecīgo vielu koncentrācijas, ziņojot par apakšējo, augšējo un vidējo robežu, lai rezultātu ziņojumā iekļautu pēc iespējas pilnīgāku informāciju un tādējādi dotu iespēju interpretēt rezultātus saskaņā konkrētām prasībām.
- 9.1.2. Ziņojumā norāda PCDD/PCDF, dioksīniem līdzīgu PCB un lipīdu ekstrahēšanā izmantoto metodi.
- 9.1.3. Jānorāda atsevišķu iekšējo standartu atgūstamība, ja atgūstamība nav 7.2.5. apakšpunktā norādītajās robežās, ja ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija un pārējos gadījumos pēc pieprasījuma.
- 9.1.4. Tā kā, lemjot par parauga atbilstību, ir jāņem vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāsniedz arī šis parametrs. Līdz ar to analīžu rezultātus paziņo kā "x +/- U", kur x ir analīzes rezultāts un U – mērījumu paplašinātā neprecizitāte, izmantojot pārklāšanās koeficientu 2, kas nodrošina aptuveni 95 % ticamības līmeni. Ja PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgus PCB nosaka atsevišķi, tad atsevišķo PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB analīžu rezultātu aprēķinātā izvērsts neprecizitātes summa jāizmanto kā PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summa.
- 9.1.5. Ja, piemērojot CCa (kā aprakstīts 2.2. punktā), tiek ņemta vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāpaziņo arī šis parametrs.
- 9.1.6. Rezultāti jāizsaka tādās pašās vienībās un ar (vismaz) tādu pašu nozīmīgu rādītāju skaitu kā maksimāli pieļaujamā koncentrācija, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK.
- 9.2. *Bioanalīžu skrīninga metodes*
- 9.2.1. Skrīninga rezultāts jāizsaka kā "atbilstīgs" vai "iespējami neatbilstīgs".
- 9.2.2. Papildus tam var norādīt PCDD/PCDF un/vai dioksīniem līdzīgu PCB rezultātu, kas izteikts BEQ (nevis TEQ).
- 9.2.3. Ja aprēķinātajai BEQ vērtībai tiek norādīta mērījumu neprecizitāte, piemēram, kā standartnovirze, tās pamatā jābūt parauga trīskāršai analīzei, ietverot analīzes signāla ekstrakciju, attīrīšanu un noteikšanu.
- 9.2.4. Paraugi, kuros signāls ir zem ziņojamā līmeņa robežas, jāizsaka kā paraugi "zem ziņojamā līmeņa robežas".
- 9.2.5. Attiecībā uz visiem parauga matricēs veidiem ziņojumā norāda novērtējuma pamatā esošo vajadzīgo koncentrāciju.
- 9.2.6. Ziņojumā norāda izmantotā testa veidu, testa pamatprincipus un kalibrēšanas veidu.
- 9.2.7. Ziņojumā ietver PCDD/PCDF, dioksīniem līdzīgu PCB un lipīdu ekstrahēšanā izmantotās metodes.

III NODAĻA

Paraugu gatavošana un prasības attiecībā uz analīzes metodēm, ko izmanto PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, daudzumu oficiālai kontrolei (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180)

1. Piemērojamās noteikšanas metodes

Gāzu hromatogrāfija/elektronu satveres detektors (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS vai līdzvērtīgas metodes.

2. Nosakāmās vielas koncentrācijas noteikšana un apstiprināšana

- 2.1. Relatīvais aiztures laiks attiecībā uz iekšējiem standartiem vai etalonstandartiem (pieņemamā novirze no +/- 0,25 %).
- 2.2. Visu sešu PCB indikatoru (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 un PCB 180) atdalīšana no traucējošajām vielām, izmantojot gāzu hromatogrāfiju, tostarp vienlaikus eluējot ar PCB, jo īpaši, ja paraugu koncentrācija atbilst atļautajai robežkoncentrācijai un ja ir jāapstiprina neatbilstība.

Piezīme. Radniecīgās vielas, kuras bieži vienlaikus eluē ir, piemēram, PCB 28/31, PCB 52/69 un PCB 138/163/164. Attiecībā uz GC/MS metodēm jāapsver arī iespējamie traucējumi, ko rada izteikti hloratvasināto radniecīgo vielu fragmenti.

2.3. Prasības GC/MS paņēmieniem

Tiek veikta uzraudzība attiecībā uz:

- a) ne mazāk kā diviem konkrētiem joniem HRMS metodēm;
- b) ne mazāk kā diviem konkrētiem joniem $m/z > 200$ robežās vai trīs konkrētiem joniem $m/z > 100$ robežās LRMS metodēm;
- c) ne mazāk kā 1 prekursoru un 2 produkta joniem MS-MS metodēm.

Maksimāli pieļaujamā pielāide attiecībā uz atlasīto masas fragmentu kopīgo koncentrāciju.

Atlasīto masas fragmentu kopīgās koncentrācijas relatīvā novirze no teorētiskās kopīgās koncentrācijas vai kalibrēšanas standarta attiecībā uz nosakāmo jonu (jākontrolē joni, kuros ir vislielākā kopīgā koncentrācija) un jona(-u) apzīmētāju:

Jona(-u) apzīmētāju relatīvā intensitāte salīdzinājumā ar nosakāmo jonu	GC-EI-MS (relatīvā novirze)	GC-CI-MS, GC-MS ⁿ (relatīvā novirze)
mazāk par 50 %	ne vairāk kā 10 %	ne vairāk kā 20 %
no 20 % līdz 50 %	ne vairāk kā 15 %	ne vairāk kā 25 %
no 10 % līdz 20 %	ne vairāk kā 20 %	ne vairāk kā 30 %
ne vairāk kā 10 %	ne vairāk kā 50 % (*)	ne vairāk kā 50 % (*)

(*) Ir pieejams pietiekami liels skaits masas fragmentu ar relatīvo intensitāti mazāku par 10 %, tādēļ nav ieteicams izmantot jona(-u) apzīmētājus ar relatīvo intensitāti mazāku par 10 %, salīdzinot ar nosakāmo jonu..

2.4. Prasības GC/ECD paņēmieniem:

Rezultātus, kas pārsniedz pielaidi, apstiprina ar divām GC kolonnām, kuru stacionārās fāzes ir ar atšķirīgu polaritāti.

3. Metodes veiktspējas pierādīšana

Metodes veiktspēja tiek pierādīta vajadzīgās koncentrācijas diapazonā (0,5, līdz 2 reizes vajadzīgajā koncentrācijā) ar piemērotu atkārtotas analīzes variāciju koeficientu (skatīt 8. punktu par starpposmu precizitātes prasībām).

4. Kvantifikācijas robeža

Tukšā parauga vērtības nedrīkst pārsniegt 30 % piesārņojuma koncentrācijas, kas atbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai (*****).

(*****) Vēlams izmantot mazāku reaģenta tukšā parauga koncentrācijas daļu nekā piesārņojuma koncentrācija paraugā. Laboratorija ir atbildīga par tukšā parauga koncentrāciju variācijas kontroli, jo īpaši, ja koncentrācija tukšajā paraugā tiek aprēķināta pēc starpības.

5. Kvalitātes kontrole

Regulāri jāveic tukšo paraugu kontrole, analīzes ar inficēto paraugu un kvalitātes kontrolparaugu, līdzdalība starplaboratoriju pētījumos par attiecīgajām matricēm.

6. Atgūstamības kontrole

- 6.1. Jāizmanto piemēroti iekšējie standarti ar fizikāli ķīmiskām īpašībām, kas līdzvērtīgas nosakāmās vielas īpašībām.
- 6.2. Iekšējo standartu pievienošana:
Pievienošana produktiem (pirms ekstrakcijas un attīrīšanas procesa).
- 6.3. Prasības attiecībā uz metodēm, kurās izmanto visu sešu ar izotopu iezīmētu PCB indikatoru radniecīgās vielas:
- rezultātus koriģē atbilstīgi iekšējo standartu atgūstamībai;
 - ar izotopu iezīmētu iekšējo standartu atgūstamībai jābūt intervālā no 50 % līdz 120 %;
 - ir pieņemama lielāka vai mazāka atsevišķu radniecīgo vielu atgūstamība, kuru daļa sešu PCB indikatoru summā nepārsniedz 10 %.
- 6.4. Prasības attiecībā uz metodēm, kurās neizmanto visus sešus ar izotopu iezīmētus iekšējos standartus vai citus iekšējos standartus:
- iekšējā(-o) standarta(-u) atgūstamības kontroli veic attiecībā uz visiem paraugiem;
 - iekšējā(-o) standarta(-u) atgūstamībai jābūt intervālā no 60 % līdz 120 %;
 - rezultātus koriģē atbilstīgi iekšējo standartu atgūstamībai.
- 6.5. Neiezīmētu radniecīgo vielu atgūstamība jāpārbauda, izmantojot paraugus ar standartvielu piedevu vai kvalitātes kontrolparaugus, kuros nosakāmā koncentrācija ir vajadzīgās koncentrācijas diapazonā. Šo radniecīgo vielu atgūstamība ir uzskatāma par pieņemamu, ja tā ir intervālā no 70 % līdz 120 %.

7. Prasības laboratorijām

Saskaņā ar Regulas (EK) Nr. 882/2004 noteikumiem laboratorijas akreditē atzīta iestāde, kas darbojas saskaņā ar ISO Guide 58, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās piemēro analīžu kvalitātes nodrošināšanu. Laboratorijas akreditē, ievērojot EN ISO/IEC 17025 standartu.

8. Veikspējas parametri: kritēriji sešu PCB indikatoru summas noteikšanai vajadzīgajā koncentrācijā

Ticamība	no – 30 līdz + 30 %
Starpposmu precizitāte (RSD %)	ne vairāk kā 20 %
Starpība starp apakšējās un augšējās robežas aprēķiniem	ne vairāk kā 20 %

9. Rezultātu paziņošana

- 9.1. Ciktāl to nodrošina izmantotā analīžu procedūra, analīžu rezultātos iekļauj atsevišķu PCB radniecīgo vielu koncentrācijas, ziņojot par apakšējo, augšējo un vidējo robežu, lai rezultātu ziņojumā iekļautu pēc iespējas pilnīgāku informāciju un tādejādi dotu iespēju interpretēt rezultātus saskaņā konkrētām prasībām.
- 9.2. Ziņojumā norāda PCB un lipīdu ekstrahēšanā izmantoto metodi.
- 9.3. Jānorāda atsevišķu iekšējo standartu atgūstamība, ja atgūstamība nav 6. punktā norādītajās robežās, ja ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija un pārejos gadījumos pēc pieprasījuma.
- 9.4. Tā kā, lemjot par parauga atbilstību, ir jāņem vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāsniedz arī šis parametrs. Līdz ar to analīžu rezultātus paziņo kā "x +/- U", kur x ir analīzes rezultāts un U – mērījumu paplašinātā neprecizitāte, izmantojot pārklāšanās koeficientu 2, kas nodrošina aptuveni 95 % ticamības līmeni.
- 9.5. Ja, piemērojot CCa (kā aprakstīts I nodaļas 2.1. apakšpunktā), tiek ņemta vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāpaziņo arī šis parametrs.
- 9.6. Rezultāti jāizsaka tādās pašās vienībās un ar (vismaz) tādu pašu nozīmīgu rādītāju skaitu kā maksimāli pieļaujamā koncentrācija, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK."