

## II

(Nelegislatīvi akti)

## REGULAS

## KOMISIJAS REGULA (ES) Nr. 709/2014

(2014. gada 20. jūnijs),

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 <sup>(1)</sup>, un jo īpaši tās 11. panta 4. punktu,

tā kā:

- (1) Komisijas Regulā (EK) Nr. 152/2009 <sup>(2)</sup> norādītas metodes polihlordibenzo-p-dioksīnu (PCDD), polihlordibenzofurānu (PCDF) un dioksīniem līdzīgu polihlorbifenilu (PCB) daudzumu noteikšanai barībā.
- (2) Būtu jānosaka prasības attiecībā uz skrīninga metodēm, kuras identificē 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), un kurām ir liela jauda. Attiecībā uz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju šo skrīninga metožu šķietami atbilstošā attiecība nedrīkstētu pārsniegt 5 %.
- (3) Ja rezultāti, kas gūti ar skrīninga metodi, pārsniedz robežvērtību, oriģinālais paraugs jāanalizē, izmantojot metodi, kas spēj noteikt un kvantitatīvi novērtēt izlasē ietvertu PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB. Turpmāk tekstā šādas metodes sauc par "apstiprinošām metodēm". Tehniskais progress un attīstība liecina, ka papildus gāzu hromatogrāfijas/augstas izšķirtspējas masspektrometrijai (GC-HRMS) būtu jāatļauj izmantot gāzu hromatogrāfijas/tandēma masas spektrometriju (GC-MS/MS) kā apstiprināšanas metodi, lai pārbaudītu atbilstību maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai.
- (4) Ņemot vērā pieredzi, kas gūta, piemērojot pašreiz spēkā esošos noteikumus, būtu lietderīgi spēkā esošajos noteikumos veikt grozījumu attiecībā uz atkārtotās analīzes nepieciešamību, atbilstības vērtēšanu atkārtotās analīzes gadījumā un prasību par pieņemamu starpību starp rezultātu augšējo un apakšējo robežu.
- (5) Tāpēc attiecīgi būtu jāgroza Regula (EK) Nr. 152/2009.
- (6) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pārtikas aprites un dzīvnieku veselības pastāvīgās komitejas atzinumu,

<sup>(1)</sup> OV L 165, 30.4.2004., 1. lpp.

<sup>(2)</sup> Komisijas 2009. gada 27. janvāra Regulā (EK) Nr. 152/2009, ar ko nosaka paraugu ņemšanas un analīzes metodes barības oficiālajai kontrolei (OV L 54, 26.2.2009., 1. lpp.).

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*.

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

Briselē, 2014. gada 20. jūnijā

Komisijas vārdā –  
priekšsēdētājs  
José Manuel BARROSO

\_\_\_\_\_

## PIELIKUMS

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

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

## I NODAĻA

**Paraugu ņemšanas un analīžu rezultātu interpretācijas metodes****1. Mērķis un darbības joma**

Tādu 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 5.1. punktā paredzētās kvantitatīvās prasības. Minētajā veidā iegūtos kopparaugus uzskata par raksturīgiem tām partijām vai apakšpartijām, no kurām tie ņemti. Atbilstību Direktīvā 2002/32/EK noteiktajiem maksimāli pieļaujamajiem daudzumiem konstatē, pamatojoties uz laboratorijas paraugos noteikto daudzumu.

Šajā B daļā piemēro definīcijas, kas noteiktas Komisijas Lēmuma 2002/657/EK (\*) I pielikumā.

Papildus minētajām definīcijām šajā B daļā piemēro arī šādas definīcijas.

"*Skrīninga metodes*" ir metodes, ko izmanto to paraugu atlasei, kuros PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācija pārsniedz maksimālo pieļaujamo koncentrāciju vai intervences līmeni. Tās nodrošina iespēju rentabli apstrādāt lielu daudzumu paraugu, tādējādi uzlabojot izredzes atklāt jaunus incidentus ar augstu patērētāju eksponētību un apdraudējumu to veselībai. Skrīninga metožu pamatā ir bioanalīzes vai GC-MS metodes. Rezultātus no paraugiem, kas pārsniedz robežvērtību, lai pārbaudītu atbilstību maksimālajai pieļaujamajai koncentrācijai, pārbauda ar pilnīgu atkārtotu analīzi no sākotnējā parauga, izmantojot apstiprināšanas metodi.

"*Apstiprināšanas metodes*" ir metodes, ar kurām iegūst pilnīgu informāciju vai papildu informāciju, kas vajadzīga PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB precīzai kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai maksimālajā vai (vajadzības gadījumā) intervences līmenī. Šādas metodes izmanto gāzu hromatogrāfiju/augstas izšķirtspējas masspektrometriju (GC-HRMS) vai gāzu hromatogrāfiju/tandēma masspektrometriju (GC-MS/MS).

**2. Partijas vai apakšpartijas atbilstība maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai****2.1. Attiecībā uz PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem**

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

Partija neatbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, ja lielākais analītiskais rezultāts (\*), kas apstiprināts otrreizējā analīzē (\*), pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti. Atbilstības pārbaudei izmanto divās noteikšanās iegūto rezultātu vidējo vērtību, 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 (CCa) saskaņā ar Lēmuma 2002/657/EK I pielikuma 3.1.2.5. apakšpunktu. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja izmērītā vērtība ir vienāda ar CCa vai virs tās.

Šā punkta 1., 2. un 3. rindkopu piemēro analīzes rezultātam, kas iegūts parauga oficiālajā kontrolē. Ja analīze vajadzīga aizstāvības vai arbitrāžas nolūkos, piemēro valsts tiesību aktus.

## 2.2. Attiecībā uz PCDD/F un dioksīniem līdzīgiem PCB

Partija atbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, ja tādas atsevišķas 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 apstiprināšanas 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 pieņemumu izteikšanai par parauga atbilstību attiecīgajai maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, kas noteikta attiecībā uz PCDD/PCDF vai PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summu.

Partija neatbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, ja lielākais analītiskais rezultāts <sup>(5)\*</sup>, kas apstiprināts otrreizējā analīzē, pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti <sup>(6)\*</sup>. Atbilstības pārbaudei izmanto divās noteikšanās iegūto rezultātu vidējo vērtību, 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. Ja PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgus PCB nosaka atsevišķi, PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB atsevišķu analīžu rezultātu aprēķinātā izvērstās neprecizitātes summa jāizmanto kā PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summa,
- nosakot izšķiršanas robežu (CCa) saskaņā ar Lēmuma 2002/657/EK I pielikuma 3.1.2.5. apakšpunktu. Partija vai apakšpartija nav atbilstoša, ja izmērītā vērtība ir vienāda ar CCa vai virs tās.

Šā punkta 1.–4. rindkopu piemēro analīzes rezultātam, kas iegūts parauga oficiālajā kontrolē. Ja analīze vajadzīga aizstāvības vai arbitrāžas nolūkos, piemēro valsts tiesību aktus.

## 3. Rezultāti, kas pārsniedz intervences līmeņus [iedarbības robežlielumus], kā noteikts Direktīvas 2002/32/EK II pielikumā

Intervences līmeņi paredzēti izmantošanai paraugu atlasē tajos gadījumos, kad ir jāidentificē piesārņojuma avots un jāveic pasākumi, lai piesārņojumu samazinātu vai novērstu. Skrīninga metodes nosaka šo paraugu atlasē piemērotas robežvērtības. Ja avota identificēšanai un piesārņojuma samazināšanai vai novēršanai jāveic plašas darbības, var būt lietderīgi apstiprināt intervences līmeņa pārsniegšanu, veicot otrreizēju analīzi ar apstiprināšanas metodi un ņemot vērā mērījumu neprecizitāti <sup>(7)\*</sup>.

### II NODAĻA

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

### 1. Piemērošanas joma

Šajā nodaļā 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 citām regulāru pārbaūžu vajadzībām.

PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB klātbūtnes uzraudzību barībā var veikt, izmantojot divus dažādus analītisko metožu veidus.

#### a) Skrīninga metodes

Skrīninga metožu izmantošanas mērķis ir atlasīt paraugus, kuros PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācija pārsniedz maksimālo pieļaujamo koncentrāciju vai intervences līmeni. Skrīninga metodēm būtu jānodrošina iespēja rentabli apstrādāt lielu daudzumu paraugu, tādējādi uzlabojot izredzes atklāt jaunus incidentus ar augstu patērētāju eksponētību un apdraudējumu to veselībai. Tās būtu jāpiemēro ar mērķi nepieļaut šķietami atbilstošu rezultātu iegūšanu. Tās var ietvert gan bioanalīžu metodes, gan GC-MS metodes.

Ar skrīninga metodēm salīdzina analītisko rezultātu un robežvērtību, sniedzot apstiprinošu/neapstiprinošu lēmumu attiecībā uz maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa pārsniegšanu. PCDD/F un PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summas koncentrācija paraugos, kas, iespējams, neatbilst maksimālajai pieļaujamajai koncentrācijai, ir jānosaka/jāapstiprina, izmantojot apstiprināšanas metodi.

Turklāt, izmantojot skrīninga metodes, var iegūt norādes par PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB līmeni paraugā. Ja piemēro bioanalīzes skrīninga metodes, rezultātu izsaka bioanalīzes ekvivalentos (BEQ), savukārt, ja piemēro fizikāli ķīmiskās GC-MS metodes, to izsaka toksicitātes ekvivalentos (TEQ). Ar skrīninga metodēm iegūtie rezultāti, kas izteikti skaitliski, ir piemēroti, lai pierādītu atbilstību vai iespējamu neatbilstību, vai intervences līmeņu pārsniegšanu un lai norādītu koncentrācijas atbilstošo diapazonu, ja turpmāk tiks izmantotas apstiprināšanas metodes. Tās nav piemērotas tādiem nolūkiem kā fona līmeņu novērtēšana, uzņemta daudzuma novērtēšana, līmeņu tendenču izsekošana laikā vai maksimālās pieļaujamās koncentrācijas un intervences līmeņa atkārtota novērtēšana.

#### b) Apstiprināšanas metodes

Ar apstiprināšanas metodēm var nepārprotami identificēt un kvantitatīvi noteikt PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB klātbūtni paraugā, un tās sniedz pilnu informāciju radniecīgās vielas līmenī. Tādēļ ar šīm metodēm var kontrolēt maksimālo pieļaujamās koncentrācijas un intervences līmeņu, tostarp apstiprināt rezultātus, kas iegūti, izmantojot skrīninga metodes. Turklāt rezultāti var tikt izmantoti citiem nolūkiem, piemēram, lai noteiktu zemu fona līmeņus pārtikas uzraudzībā, uzraudzītu tendences laikā, novērtētu eksponētību un izveidotu datubāzi intervences līmeņu un maksimālo pieļaujamo koncentrāciju iespējamai atkārtotai novērtēšanai. Turklāt tiem ir būtiska nozīme arī radniecīgo struktūru noteikšanā, lai identificētu iespējamā piesārņojuma avotu. Šajās metodēs izmanto GC-HRMS. Lai apstiprinātu atbilstību vai neatbilstību maksimālajai pieļaujamajai koncentrācijai, var izmantot arī GC-MS/MS.

## 2. Vispārīga informācija

Lai aprēķinātu toksicitātes ekvivalenta koncentrāciju (TEQ), katras vielas koncentrāciju konkrētajā paraugā reizina ar vielas attiecīgo toksiskās ekvivalences faktoru (TEF) (sk. (1)\* zemsvītras piezīmi I nodaļā), pēc tam šos reizinājumus summē, lai iegūtu dioksīniem līdzīgu savienojumu kopējo koncentrāciju, kas izteikta toksicitātes ekvivalentos (TEQ).

Šajā B daļā atsevišķas radniecīgās vielas kvantitatīvās noteikšanas pieņemtā specifiskā robeža ir zemākā analizējamās vielas koncentrācija, ko var izmērīt ar pietiekamu statistisku ticamību, kas atbilst identifikācijas kritērijiem, kuri aprakstīti starptautiski atzītos standartos, piemēram, standartā EN 16215:2012 (Dzīvnieku barība. Dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB noteikšana ar GC-HRMS metodi un PCB indikatoru noteikšana ar GC-HRMS metodi) un/vai EPA 1613. un 1668. metodes pārskatītajā redakcijā.

Atsevišķas radniecīgas vielas kvantitatīvās noteikšanas robežu var identificēt kā

- a) analizējamās vielas koncentrāciju parauga ekstraktā, kas izraisa atbilstošu reakciju pie diviem dažādiem joniem, kurus uzrauga ar signāla/trokšņa attiecību 3:1 mazāk jutīgam izejas datu signālam; vai
- b) ja tehnisku iemeslu dēļ signāla/trokšņa attiecības aprēķins nenodrošina ticamus rezultātus, zemākais koncentrācijas punkts kalibrēšanas līknē, kas dod pieņemamu ( $\leq 30\%$ ) un pastāvīgu (mērot vismaz analītisko paraugu sēriju sākumā un beigās) novirzi no vidējās signāla relatīvās attiecības pret masas vienību, kuru aprēķina visiem kalibrēšanas līknes punktiem katrā paraugu sērijā. LOQ aprēķina pēc zemākā koncentrācijas punkta, ņemot vērā iekšējos standartus un parauga daudzumu.

Bioanalīžu skrīninga metodes radniecīgās vielas līmenī nesniegs rezultātus, bet vienīgi norādi<sup>(8)\*</sup> 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 apstiprināšanas metodes var piemērot tikai konkrētas matricē kontroles vajadzībām, ja metodes ir pietiekami jutīgas, lai ticami noteiktu daudzumu intervences līmenī vai maksimāli pieļaujamajā koncentrācijā.

## 3. Kvalitātes nodrošināšanas prasības

- 3.1. Jāveic pasākumi, lai nevienā no paraugu ņemšanas un analīzes procedūras posmiem nepieļautu paraugu savstarpēju piesārņošanu.
- 3.2. 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 jāaizvāc papīra putekļu pēdas.

- 3.3. Paraugi jāuzglabā un jātransportē tā, lai saglabātu barības parauga integritāti.
- 3.4. Vajadzības gadījumā katru laboratorijas paraugu rūpīgi sasmalcina un samaisa, izmantojot apstrādi, kas nodrošina pilnīgu homogenizāciju (piem., samaļ tā, lai paraugs pilnībā izietu caur 1 mm sietu). Pārlietu mitri paraugi pirms sasmalcināšanas jāizžāvē.
- 3.5. Jāveic reagentu, stikla trauku un aprīkojuma kontrole, lai nepieļautu ar TEQ vai BEQ pamatoto rezultātu ietekmēšanu.
- 3.6. Jāveic tukšā analīze, izpildot pilnībā visu analīzes procedūru bez analizējamā parauga.
- 3.7. 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.
- 3.8. Ekstrācijai izmantojamā parauga daudzumam jābūt pietiekami lielam, lai tiktu ievērotas prasības attiecībā uz pietiekami zemu darba diapazonu, tostarp maksimāli pieļaujamo vai intervences līmeņa koncentrāciju.
- 3.9. Īpašajām paraugu sagatavošanas procedūrām, ko izmanto attiecīgajiem produktiem, ir jābūt apstiprinātām saskaņā ar starptautiski pieņemtām vadlīnijām.

#### 4. Prasības laboratorijām

- 4.1. Saskaņā ar Regulas (EK) Nr. 882/2004 noteikumiem laboratorijas akreditē atzīta iestāde, kas darbojas saskaņā ar standartu *ISO Guide 58*, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās piemēro analīžu kvalitātes nodrošināšanu. Laboratorijas akreditē, ievērojot EN ISO/IEC 17025 standartu.
- 4.2. 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.
- 4.3. Laboratorijas, kurās paraugu regulārai kontrolei izmanto skrīninga metodes, izveido ciešu sadarbību ar laboratorijām, kas izmanto apstiprināšanas metodes, gan attiecībā uz kvalitātes kontroli, gan iespējami inficētu paraugu analīzes rezultātu apstiprināšanu.

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

- 5.1. *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 pikogramu ( $10^{-12}$  g) līmenim. Attiecībā uz visām pārējām PCB radniecīgām vielām kvantitatīvās noteikšanas robeža nanogramu ( $10^{-9}$  g) robežās ir pietiekama.

- 5.2. *Augsta selektivitāte (specifiskums)*

- 5.2.1. Jāatšķir 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 (piem., septiņpadsmit 2,3,7,8-aizvietotie PCDD/PCDF un divpadsmit dioksīniem līdzīgi PCB) un citas radniecīgās vielas.
- 5.2.2. 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.

- 5.3. *Liela precizitāte (ticamība un precizitāte, biotesta acīmredzamā atgūstamība)*
- 5.3.1. Attiecībā uz GC-MS metodēm ir jānodrošina pareizs patiesās koncentrācijas novērtējums paraugā. Liela precizitāte ir vajadzīga, lai noteiktā TEQ līmeņa mazās 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, kuri iegūti saskaņā ar reproducējamības nosacījumiem).
- 5.3.2. 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 TEQ līmeni, kas noteikts, izmantojot apstiprināšanas metodi. Tā rezultātā jākorģē 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 toksiskās ekvivalences faktora (TEF) un relatīvās potences (REP) vērtībām. Biotesta acīmredzamā atgūstamība tiek aprēķināta no piemērotiem standartparaugiem ar dažādām reprezentatīvām radniecīgām vielām aptuveni interesējošā koncentrācijā.
- 5.4. *Validācija maksimāli pieļaujamās koncentrācijas diapazonā un vispārīgi kvalitātes kontroles pasākumi*
- 5.4.1. Validēšanas procedūras un regulārās analīzes gaitā laboratorijas pierāda metodes veikspēju maksimāli pieļaujamās koncentrācijas diapazonā, piemēram, maksimāli pieļaujamā koncentrācijas  $x0,5$ ,  $x1$  un  $x2$  ar atbilstošu variācijas koeficientu atkārtotai analīzei.
- 5.4.2. 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.
- 5.5. *Kvantitatīvās noteikšanas robeža*
- 5.5.1. 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 trīs un tā signāls ir zemāks par darba diapazonu. Tādēļ tas jāaprēķina no paraugiem, kuros noteicamie savienojumi aptuveni atbilst vajadzīgajam obligātajam līmenim, un nevis no S/T attiecības vai tukšās analīzes.
- 5.5.2. Kvantitatīvās noteikšanas robežai apstiprināšanas metodē ir jābūt aptuveni vienai piektdaļai no maksimāli pieļaujamās koncentrācijas.
- 5.6. *Analītiskie kritēriji*

Lai iegūtu ticamus rezultātus, izmantojot apstiprināšanas vai skrīninga metodes, attiecīgi TEQ vai BEQ vērtībai maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa diapazonā 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	Apstiprināšanas metodes
Šķietami atbilstoša attiecība <sup>(1)</sup>	ne vairāk kā 5 %	
Ticamība		no – 20 % līdz + 20 %
Atkārtojamība ( $RSD_r$ )	ne vairāk kā 20 %	
Reproducējamība laboratorijā ( $RSD_R$ )	ne vairāk kā 25 %	ne vairāk kā 15 %

<sup>(1)</sup> attiecībā uz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju.

### 5.7. Īpašas prasības skrīninga metodēm

- 5.7.1. Skrīningā var izmantot gan GC-MS, gan bioanalīžu metodes. Attiecībā uz GC-MS metodēm jāievēro 6. punktā noteiktās prasības. Īpašas prasības attiecībā uz šūnu bioanalīžu metodēm tiek noteiktas 7. punktā.
- 5.7.2. Laboratorijas, kas paraugu regulārai kontrolei izmanto skrīninga metodes, izveido ciešu sadarbību ar laboratorijām, kas izmanto apstiprināšanas metodi.
- 5.7.3. Skrīninga metodes veikspējas pārbaude ir vajadzīga regulāras analīzes laikā, veicot analīzes kvalitātes kontroli un metožu pastāvīgu validēšanu. Atbilstošu rezultātu kontrolei ir vajadzīga ilgstoša programma.
- 5.7.4. Pārbaude uz šūnas signāla iespējamo slāpēšanu un citotoksicitāti.

Regulārā skrīninga gaitā 20 % no paraugu ekstraktiem veic mērījumus, pievienojot 2,3,7,8-TCDD, kas atbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai vai intervences līmenim, un bez tā, lai pārbaudītu, vai parauga ekstraktā esošās traucējošās vielas iespējami neslēpē 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 ir vairāk nekā par 25 % zemāka nekā aprēķinātā (summu) koncentrācija, tas norāda uz iespējamo signāla slāpēšanu, un attiecīgajam paraugam veic apstiprināšanas analīzi ar GC-HRMS. Rezultātus kontrolē, izmantojot kvalitātes kontroles grafikus.

### 5.7.5. Atbilstošu paraugu kvalitātes kontrole

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

### 5.7.6. Šķietami atbilstošu paraugu proporcijas noteikšana, izmantojot kvalitātes kontroles datus

Ir jānosaka tādu šķietami atbilstošu rezultātu proporcija, kas iegūti, veicot skrīningu paraugiem, kuros ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis. Faktiski, šķietami atbilstošu rezultātu proporcijai jābūt mazākai par 5 %. Ja atbilstošu paraugu kvalitātes kontroles gaitā no vienas matricēs/matricu grupas var iegūt vismaz 20 apstiprinātus rezultātus, secinājumus par šķietami atbilstošu rezultātu proporciju iegūst no šīs datu bāzes. Rezultātus no paraugiem, kas analizēti, izmantojot salīdzinošus testus, vai kas analizēti saistībā ar piesārņojuma gadījumiem un kuru koncentrācijas diapazons aptver, piemēram, 2x lielāku maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, arī var iekļaut obligātajos 20 rezultātos, kuri jāvērtē attiecībā uz šķietamo atbilstību. Paraugos iekļauj visbiežāk izmantojamās radniecīgās vielas, kas iegūtas no dažādiem avotiem.

Lai gan skrīninga testus būtu vēlams veikt, lai noteiktu paraugus, kuros pārsniegts intervences līmenis, kritērijs šķietami atbilstošu rezultātu proporcijas noteikšanai ir maksimāli pieļaujamā koncentrācija, ņemot vērā apstiprināšanas metodes mērījumu neprecizitāti.

- 5.7.7. Potenciāli neatbilstošiem paraugiem, kas iegūti, veicot skrīningu, vienmēr veic pilnīgu atkārtotu analīzi no sākotnējā parauga, izmantojot apstiprināšanas analīzes metodi. Šos paraugus var izmantot arī, lai novērtētu šķietami neatbilstošu rezultātu proporciju. Attiecībā uz skrīninga metodēm šķietami neatbilstošu rezultātu proporcija ir to rezultātu frakcija, kas atzīti par atbilstošiem ar apstiprināšanas 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.

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

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

## 6. Īpašas prasības, kas jāievēro attiecībā uz GC-MS metodēm, kuras izmanto skrīningam vai apstiprināšanai

### 6.1. Pieļaujamā starpība starp PVO TEQ lielāko un mazāko analītisko rezultātu

Lai apstiprinātu, ka ir pārsniegta maksimālā pieļaujamā koncentrācija vai (vajadzības gadījumā) intervences līmeņi, starpība starp lielāko un mazāko analītisko rezultātu nedrīkst pārsniegt 20 %.



## 6.2. Atgūstamības kontrole

- 6.2.1. Lai analīzes procedūra būtu derīga, sākot izpildīt analīzi, tas ir, pirms ekstrakcijas, jāpievieno ar  $^{13}\text{C}$  iezīmēti 2,3,7,8-hloroizvietoti PCDD/F iekšējie standarti un ar  $^{13}\text{C}$  iezīmēti dioksīniem līdzīgu PCB iekšējie standarti. Katrai tetra- līdz oktahloratvasināto PCDD/PCDF homologo grupai jāpievieno vismaz viena radniecīga viela un vismaz viena radniecīga viela jāpievieno katrai dioksīniem līdzīgu PCB homologo grupai (tāpat jāpievieno vismaz viena radniecīga viela uz katru masspektrometrijai izraudzīto reģistrējamo jonu funkciju, ko izmanto PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB uzraudzībai). Attiecībā uz apstiprināšanas metodēm tiek izmantoti visi 17 ar  $^{13}\text{C}$  iezīmēti 2,3,7,8-aizvietoti PCDD/PCDF iekšējie standarti un visi 12 ar  $^{13}\text{C}$ -iezīmēti dioksīniem līdzīgu PCB iekšējie standarti.
- 6.2.2. Izmantojot attiecīgus kalibrēšanas šķīdumus, nosaka relatīvā signāla koeficientus tām radniecīgajām vielām, kurām nav pievienots ar  $^{13}\text{C}$  iezīmēts analogs.
- 6.2.3. 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.
- 6.2.4. Pirms GC-MS analīzes jāpievieno 1 vai 2 atgūstamības (surogāta) standarts(-i).
- 6.2.5. Nepieciešams veikt atgūstamības kontroli. Attiecībā uz apstiprināšanas 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 %.

## 6.3. 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 kolonnu).
- 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.

## 6.4. Kalibrēšana ar standartlīkni

Kalibrēšanas līknes diapazons ietver maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa atbilstošo diapazonu.

## 6.5. Īpaši kritēriji apstiprināšanas metodēm

- GC-HRMS:

Augstas izšķirtspējas masspektrometrijā (HRMS) izšķirtspēja parasti ir lielāka par vai vienāda ar 10 000 visam masas diapazonam 10 % atstarpē starp signāliem.

Papildu identifikācijas un apstiprināšanas kritēriju ievērošana, kā aprakstīts starptautiski atzītos standartos, piemēram, standartā EN 16215:2012 (Dzīvnieku barība. Dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB noteikšana ar GC-HRMS metodi un PCB indikatoru noteikšana ar GC-HRMS metodi) un/vai EPA 1613. un 1668. metodes pārskatītajā redakcijā.

- GC-MS/MS:

Vismaz divu īpašu prekursoru jonu, kuriem ir viens konkrēts atbilstošs pārejas produkta jons, uzraudzība visām marķētajām un nemarkētajām analizējamajām vielām analīzes jomā.

Maksimālā atļautā  $\pm 15$  % pielaiide relatīvajai jonu intensitātei, atlasītiem produkta pārejas joniem salīdzinājumā ar aprēķinātajām vai noteiktajām vērtībām (kalibrēšanas standarta vidējais rādītājs), piemērojot identiskus MS/MS apstākļus, jo īpaši sadursmes enerģiju un sadursmes gāzes spiedienu katrā analizējamās vielas pārejā.

Katra četrpola izšķirtspēja jānosaka vienāda ar vai augstāka par masas vienības izšķirtspēju (masas vienības izšķirtspēja – pietiekama izšķirtspēja, lai atdalītu vienas masas vienības divus pīķus), lai mazinātu iespējamus traucējumus interesējošajām analizējamajām vielām.

Papildu identifikācijas un apstiprināšanas kritēriju ievērošana, kā aprakstīts starptautiski atzītos standartos, piemēram, standartā EN 16215:2012 (Dzīvnieku barība. Dioksīnu un dioksīniem līdzīgo PCB noteikšana ar GC-HRMS metodi un PCB indikatoru noteikšana ar GC-HRMS metodi) un/vai EPA 1613. un 1668. metodes pārskatītajā redakcijā.

## 7. 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 7. 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 (sk. 7.3. 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 apstiprināšanas metodi. Praksē BEQ līmenis, kas atbilst 2/3 maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai, var tikt izmantots par robežvērtību, ja tiek nodrošināta šķietami atbilstoša attiecība, kas ir mazāka par 5 %, un pieņemama attiecība 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 ir pārsniegti intervences līmeņi, piemērota robežvērtība būtu attiecīgā intervences līmeņa 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 (sk. 7.1.1. un 7.1.6. apakšpunktu).

### 7.1. Testa signāla novērtējums

#### 7.1.1. 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) ir jānosaka vismaz ar koeficientu trīs virs tukšā parauga procedūrā iegūtā rezultāta. Darba diapazona augstāko punktu parasti apzīmē ar  $EC_{70}$  vērtību (70 % no maksimāli efektīvās koncentrācijas), bet zemāko norāda, ja CV šajā diapazonā ir augstāks par 15 %. Darba diapazonu nosaka validēšanas laikā. Robežvērtībām (sk. 7.3. apakšpunktu) jāatbilst darba diapazonam.
- Standartsķīdumi un parauga ekstrakti jāanalizē vismaz divas reizes. Izmantojot divreiz analizēta parauga ekstraktu, standartsķīdums vai kontrolekstrakta analīze, ko sadala 4 līdz 6 porcijās uz plāksnes, atbilst signālam vai koncentrācijai (iespējams tikai darba diapazonā), kurā CV ir mazāks par 15 %.

#### 7.1.2. Kalibrēšana

##### 7.1.2.1. 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 reprezentatīvajiem radniecīgiem paraugiem ap maksimāli pieļaujamo koncentrāciju vai intervences līmeni). Lai veiktu atgūstamības korekciju, acīmredzamajai atgūstamībai jābūt vajadzīgajā diapazonā (sk. 7.1.4. apakšpunktu). Standartparaugiem, kurus izmanto atgūstamības korekcijai, jāatbilst 7.2. apakšpunktā noteiktajām prasībām.

#### 7.1.2.2. Kalibrēšana ar standartparaugiem

Lai mazinātu nepieciešamību veikt tukšā parauga korekciju un atgūstamību, var izmantot kalibrēšanas līkni, kas iegūta no vismaz 4 standartparaugiem (sk. 7.2.4. apakšpunktu: no viena matricēs tukšā parauga un trim standartparaugiem, kuros maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis ir attiecīgi 0,5x, 1x un 2x). Šajā gadījumā testa signālu, kas atbilst 2/3 no maksimāli pieļaujamās koncentrācijas (sk. 7.3. apakšpunktu), var aprēķināt tieši no šiem paraugiem un izmantot par robežvērtību. Tādu paraugu pārbaudei, kuros pārsniegti intervences līmeņi, par robežvērtību var uzskatīt šo intervences līmeņu atbilstīgu procentuālo daļu.

#### 7.1.3. 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.

#### 7.1.4. Biotesta acīmredzamā atgūstamība

“Biotesta acīmredzamo atgūstamību” aprēķina no piemērotiem standartparaugiem ar reprezentatīvām radniecīgām vielām, kurās ir aptuveni maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis un kuras salīdzinājumā ar TEQ līmeni izteiktas kā BEQ līmeņa procentuālā daļa. Atkarībā no testa veida un izmantotā 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 20 % 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 TEF vērtības Savienības tiesību aktos attiecībā uz PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgiem PCB tiek būtiski pārskatītas, šie diapazoni ir jāpārskata.

#### 7.1.5. 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 ar apstiprināšanas metodi. Atgūstamībai jābūt 60 % līdz 120 % intervālā, jo īpaši attiecībā uz radniecīgām vielām, kuru devums TEQ līmenim dažādos maisījumos pārsniedz 10 %.

#### 7.1.6. 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.

### 7.2. Standartparaugu izmantošana

7.2.1. Standartparaugi ietver parauga matrici, radniecīgās vielas un PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB, kuros ir aptuveni maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis, koncentrācijas diapazonus.

7.2.2. Tukšā matricē un attiecīgos gadījumos procedūras tukšais paraugs un standartparaugs maksimāli pieļaujamajā koncentrācijā vai intervences līmenī ir 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.

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

7.2.4. Papildu standartparaugus, kuros maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis ir, piemēram, 0,5 un 2 reizes lielāks par maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, var iekļaut, lai pierādītu testa veiktspēju vajadzīgajā diapazonā maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa kontrolei. Lai testa paraugus aprēķinātu BEQ līmeņus, šos paraugus var kombinēt (sk. 7.1.2.2. apakšpunktu).

## 7.3. Robežvērtību noteikšana

Jānosaka saistība starp bioanalīžu rezultātiem BEQ un apstiprināšanas metodes izmantojuma rezultātā iegūtajiem rezultātiem TEQ, piemēram, veicot ar matrici iezīmētas kalibrēšanas analīzes, kurās izmanto standartparaugus ar standartvielu piedevu, kas ir 0, 0,5, 1 un 2 reizes lielāka par maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, atkārtotot 6 reizes katrā līmenī (n = 24). Korekcijas koeficientus (tukšais paraugs un atgūstamība) var aprēķināt no šīs saistības, taču tie jāpārbauda saskaņā ar 7.2.2. apakšpunktu.

Lai pieņemtu lēmumu par parauga atbilstību maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa kontroles kritērijiem, ir jānosaka robežvērtības, ja nepieciešams, nosakot maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeni attiecībā uz PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgiem PCB katram atsevišķi, vai PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summai. Tos atspoguļo bioanalīžu rezultātu sadalīšanas zemākais beigu punkts (koriģēts atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai), kas atbilst apstiprināšanas metodes izšķiršanas robežai, kuras pamatā ir 95 % ticamības līmenis, nosakot, ka šķietamās atbilstības attiecība ir mazāka par 5 % un  $RSD_R$  ir mazāka par 25 %. Apstiprināšanas metodes izšķiršanas robeža ir maksimāli pieļaujamā koncentrācija, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Robežvērtību (BEQ) var aprēķināt atbilstīgi vienai no 7.3.1., 7.3.2. un 7.3.3. apakšpunktā noteiktajām pieejām (sk. 1. attēlu).

## 7.3.1. Prognozējamā intervāla zemākās 95 % robežas izmantošana pie apstiprināšanas metodes izšķiršanas robežas:

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

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 ( $\alpha = 5\%$ ,  $f =$  vienusēja brīvības pakāpe)

$m$  kalibrēšanas punktu kopējais skaits (indekss "j")

$n$  atkārtoto mērījumu skaits katrā līmenī

$x_i$  Ar apstiprināšanas metodi noteiktā 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

7.3.2. Aprēķināšana no bioanalīžu rezultātiem (koriģēti atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai), kas iegūti no paraugu, kuri piesārņoti pie apstiprināšanas metodes izšķiršanas robežas, vairākkārtējam analizēm ( $n \geq 6$ ), izsakot tos kā datu izplatīšanas zemāko beigu punktu attiecīgajā vidējā BEQ vērtībā:

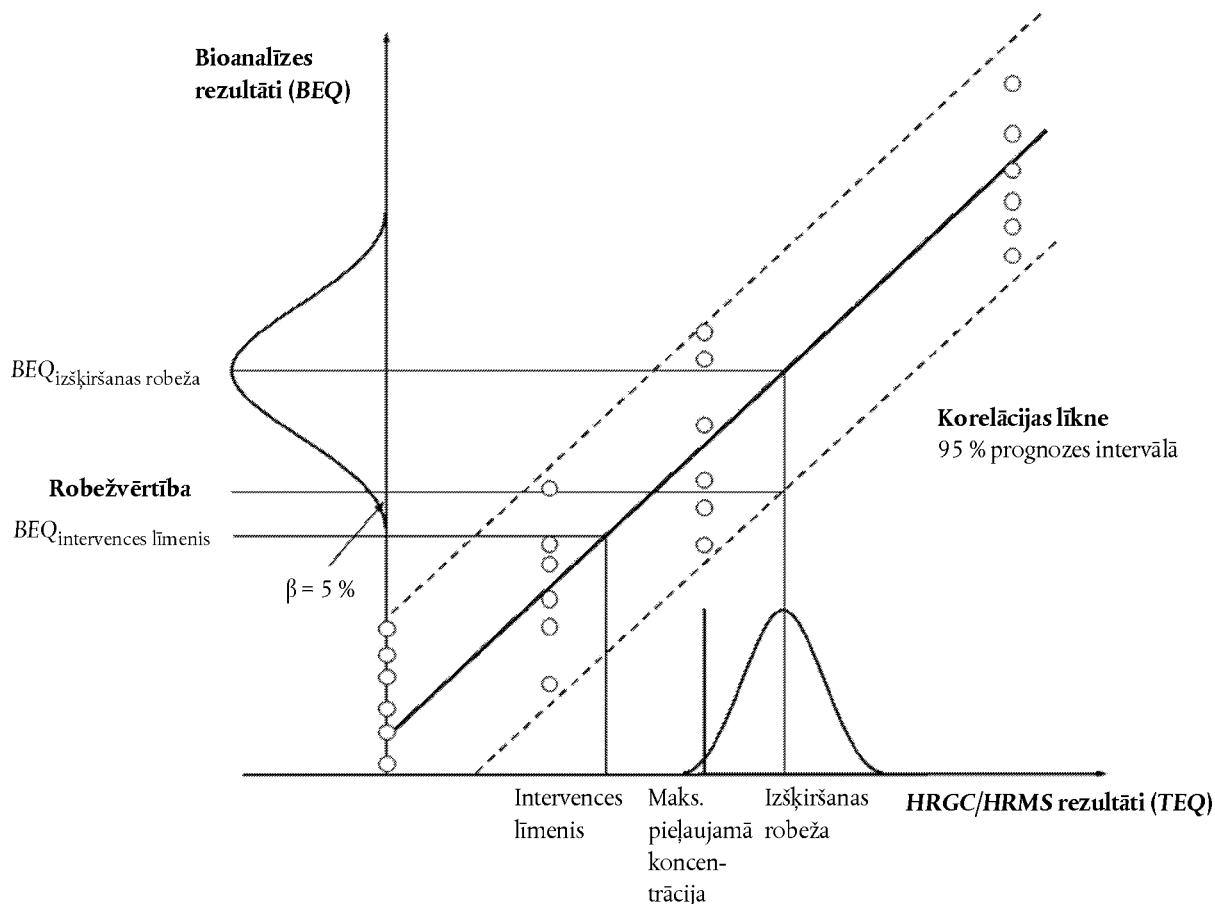
$$\text{Robežvērtība} = BEQ_{DL} - 1,64 \times SD_R$$

kur:

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

- 7.3.3. Bioanalīžu rezultātu vidējās vērtības aprēķināšana (BEQ korigēta atbilstīgi tukšajam paraugam un atgūstamībai), veicot tādu paraugu, kuru piesārņojums ir  $2/3$  no maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa, vairākkārtējas analīzes ( $n \geq 6$ ), kuras pamatā ir novērojums, ka šī koncentrācija aptuveni atbildīs 7.3.1. apakšpunktā vai 7.3.2. apakšpunktā noteiktajai robežvērtībai:

1. attēls



1. attēls Robežvērtību aprēķināšanas pamatā ir 95 % ticamības līmenis ar šķietami atbilstošo paraugu proporciju, kura nav lielāka par 5 %, un  $RSD_R$  kas nav lielāka par 25 % un kas iegūta no:

- 1) 95 % prognozes intervāla zemākās robežas pie apstiprināšanas metodes izšķiršanas robežas;
- 2) to paraugu, kas piesārņoti pie apstiprināšanas metodes izšķiršanas robežas, vairākkārtējas analīzes ( $n \geq 6$ ), kura izteikta kā datu izplatīšanas zemākais beigu punkts (grafikā attēlota zvanveidīgas līknes formā) atbilstošajā vidējā BEQ vērtībā.

#### 7.3.4. Robežvērtību ierobežojumi

Ar BEQ pamatotās robežvērtības, kas aprēķinātas no validēšanas laikā iegūtajām  $RSD_R$ , izmantojot nelielu skaitu paraugu ar atšķirīgām matricu/radniecīgo vielu īpašībām, var būt augstākas par maksimāli pieļaujamajām koncentrācijām vai intervences līmeņiem, 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 maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai intervences līmeņa.

#### 7.4. Veiktspējas rādītāji

- 7.4.1. Tā kā attiecībā uz bioanalīžu metodēm nav iespējams izmantot iekšējos standartus, bioanalīžu metožu atkārtotamības testus veic, lai iegūtu informāciju par standartnovirzi testa sēriju ietvaros un to starplaikā. Atkārtotamībai jābūt mazākai par 20 %, reproducējamībai laboratorijā jābūt mazākai par 25 %. To pamatā ir aprēķinātie līmeņi BEQ pēc tukšā parauga un atgūstamības korekcijas.
- 7.4.2. Validēšanas procesa ietvaros jāuzrāda tests, lai atšķirtu tukšo paraugu no koncentrācijas pie robežvērtības, ļaujot veikt paraugu identifikāciju virs atbilstošās robežvērtības (sk. 7.1.2. apakšpunktu).
- 7.4.3. Jādefinē nosakāmie savienojumi, iespējamie traucējumi un maksimāli pieļaujamā tukšā parauga koncentrācija.

- 7.4.4. Parauga ekstrakta, ja to nosaka trijos atkārtojumos, procentuālā standartnovirze signālā vai koncentrācija, kas aprēķināta no signāla (iespējams tikai darba diapazonā), nedrīkst pārsniegt 15 %.
- 7.4.5. Standartparauga(-u) nekorģētos rezultātus, kas izteikti BEQ (tukšais paraugs un maksimāli pieļaujamā koncentrācija vai intervences līmenis), izmanto bioanalīžu metodes veikspējas novērtēšanai konstantā periodā.
- 7.4.6. Izveido un pārbauda procedūras tukšos paraugus un katra veida standartparauga kvalitātes kontroles grafikus, lai pārliecinātos, ka analīžu veikspēja 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.
- 7.4.7. Rezultātus, kas ar apstiprināšanas metodēm iegūti no iespējami inficētiem paraugiem, un 2 % līdz 10 % atbilstošu paraugu (ne mazāk kā 20 paraugi uz vienu matrici) apkopo un izmanto, lai novērtētu skrīninga metodes veikspēju un BEQ un TEQ saistību. Šo datubāzi var izmantot to robežvērtību atkārtotam novērtējumam, kas piemērojamas regulāriem paraugiem attiecībā uz validācijas matricēm.
- 7.4.8. Efektīvas metodes veikspēju 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 veikspējas efektivitāti. Paraugos iekļauj visbiežāk izmantojamās radniecīgās vielas, kas iegūtas no dažādiem avotiem.
- 7.4.9. Piesārņošanas gadījumos robežvērtības var atkārtoti novērtēt, atspoguļojot šā konkrētā piesārņojuma īpašo matrici un radniecīgo vielu īpašības.

## 8. Rezultātu ziņošana

### 8.1. Apstiprināšanas metodes

- 8.1.1. Ciktāl to nodrošina izmantotā analīžu procedūra, analīžu rezultātos iekļauj atsevišķu PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB radniecīgo vielu koncentrācijas, ziņojot par mazāko, lielāko un vidējo analītisko rezultātu, lai rezultātu ziņojumā iekļautu pēc iespējas pilnīgāku informāciju un tādējādi dotu iespēju interpretēt rezultātus saskaņā konkrētām prasībām.
- 8.1.2. Ziņojumā norāda PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB ekstrahēšanā izmantoto metodi.
- 8.1.3. Ja atgūstamība nav 6.2.5. apakšpunktā norādītajās robežās, ja ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija (šādā gadījumā – atgūstamība attiecībā uz vienu no divām otrreizējām analīzēm) un pārējos gadījumos pēc pieprasījuma ir jānorāda atsevišķu iekšējo standartu atgūstamība.
- 8.1.4. Lemjot par parauga atbilstību, ir jāņem vērā mērījumu neprecizitāte, tāpēc 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 izvērstās neprecizitātes summa jāizmanto kā PCDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB summa.
- 8.1.5. Ja, piemērojot CCa (kā aprakstīts šīs B daļas I nodaļas 2.2. punktā), tiek ņemta vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāpaziņo arī šis parametrs.
- 8.1.6. Rezultāti jāizsaka tādās pašās vienībās un ar (vismaz) tādu pašu nozīmīgu rādītāju skaitu kā maksimāli pieļaujamā koncentrācija, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK.

### 8.2. Bioanalīžu skrīninga metodes

- 8.2.1. Skrīninga rezultāts jāizsaka kā "atbilstīgs" vai "iespējami neatbilstīgs".
- 8.2.2. Papildus tam var norādīt PCDD/PCDF un/vai dioksīniem līdzīgu PCB rezultātu, kas izteikts BEQ (nevis TEQ).
- 8.2.3. Paraugi, kuros signāls ir zem ziņojamā līmeņa robežas, jāizsaka kā paraugi "zem ziņojamā līmeņa robežas".

- 8.2.4. Attiecībā uz visiem parauga matricēs veidiem ziņojumā norāda novērtējuma pamatā esošo maksimāli pieļaujamo koncentrāciju vai intervences līmeni.
- 8.2.5. Ziņojumā norāda izmantotā testa veidu, testa pamatprincipus un kalibrēšanas veidu.
- 8.2.6. Ziņojumā norāda PCDD/PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB ekstrahēšanā izmantoto metodi.
- 8.2.7. Attiecībā uz paraugiem, par kuriem ir aizdomas, ka tie nav atbilstoši, ziņojumā jāiekļauj piezīme par veicamajiem pasākumiem. PCDD/F un PCDF un dioksīniem līdzīgu PCB summas koncentrācija šajos paraugos ar ievērojamu koncentrāciju ir jānosaka/jāapstiprina, izmantojot apstiprināšanas metodi.

### III NODAĻA

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

##### 1. Piemērošanas joma

Šajā nodaļā noteiktās prasības piemēro, ja barību analizē, lai veiktu tādu PCB, kas nav līdzīgi dioksīniem, daudzumu oficiālu kontroli, kā arī citām regulāru pārbažu vajadzībām.

##### 2. Piemērojamās noteikšanas metodes

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

##### 3. Nosakāmās vielas identificēšana un apstiprināšana

- 3.1. Relatīvais aiztures laiks attiecībā uz iekšējiem standartiem vai etalonstandartiem (pieņemamā novirze no  $\pm 0,25$  %).
- 3.2. 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.

[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.]

##### 3.3. Prasības attiecībā uz GC-MS metodēm

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 trim konkrētiem joniem  $m/z > 100$  robežās LRMS metodēm;
- c) ne mazāk kā 1 prekursoru un 2 produkta joniem MS-MS metodēm.

Maksimāli pieļaujamā pielaide 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 <sup>n</sup> (relatīvā novirze)
vairāk 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 % <sup>(1)</sup>	ne vairāk kā 50 % <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> 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.

#### 3.4. Prasības GC-ECD paņēmieniem:

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

#### 4. Metodes veiktspējas pierādīšana

Metodes veiktspēja tiek pierādīta maksimāli pieļaujamās koncentrācijas diapazonā (0,5 līdz 2 reizes maksimāli pieļaujamajā koncentrācijā) ar piemērotu atkārtotas analīzes variāciju koeficientu (sk. 9. punktu par starpposmu precizitātes prasībām).

#### 5. Kvantitatīvās noteikšanas robeža

Tukšā parauga vērtības nedrīkst pārsniegt 30 % no piesārņojuma koncentrācijas, kas atbilst maksimāli pieļaujamajai koncentrācijai (<sup>10</sup>)\*.

#### 6. Kvalitātes kontrole

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

#### 7. Atgūstamības kontrole

7.1. Jāizmanto piemēroti iekšējie standarti ar fizikāli ķīmiskām īpašībām, kas līdzvērtīgas nosakāmās vielas īpašībām.

7.2. Iekšējo standartu pievienošana:

Pievienošana produktiem (pirms ekstrakcijas un attīrīšanas procesa).

7.3. 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 summa nepārsniedz 10 %.

7.4. 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.

7.5. Neiezīmētu radniecīgo vielu atgūstamība jāpārbauda, izmantojot paraugus ar standartvielu piedevu vai kvalitātes kontrolparaugus, kuros maksimāli pieļaujamā koncentrācija ir vajadzīgās koncentrācijas diapazonā. Šo radniecīgo vielu atgūstamība ir uzskatāma par pieņemamu, ja tā ir intervālā no 70 % līdz 120 %.

#### 8. Prasības laboratorijām

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

#### 9. Veiktspējas parametri: kritēriji sešu PCB indikatoru summas noteikšanai maksimāli pieļaujamajā koncentrācijā

Ticamība	no – 30 līdz + 30 %
Starpposmu precizitāte (RSD %)	ne vairāk kā 20 %
Starpība starp lielākā un mazākā analītiskā rezultāta aprēķiniem	ne vairāk kā 20 %



## 10. Rezultātu paziņošana

- 10.1. Ciktāl to nodrošina izmantotā analīžu procedūra, analīžu rezultātos iekļauj atsevišķu PCB radniecīgo vielu koncentrācijas, ziņojot par mazāko, lielāko un vidējo analītisko rezultātu, lai rezultātu ziņojumā iekļautu pēc iespējas pilnīgāku informāciju un tādējādi dotu iespēju interpretēt rezultātus saskaņā ar konkrētām prasībām.
- 10.2. Ziņojumā norāda PCB un lipīdu ekstrahēšanā izmantoto metodi.
- 10.3. Jānorāda atsevišķu iekšējo standartu atgūstamība, ja atgūstamība nav 7. punktā norādītajās robežās, ja ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija un pārējos gadījumos pēc pieprasījuma.
- 10.4. 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.
- 10.5. Ja, piemērojot CCa (kā aprakstīts I nodaļas 2.1. apakšpunktā), tiek ņemta vērā mērījumu neprecizitāte, ir jāpaziņo arī šis parametrs.
- 10.6. Rezultāti jāizsaka tādās pašās vienībās un ar (vismaz) tādu pašu nozīmīgu rādītāju skaitu kā maksimāli pieļaujamā koncentrācija, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK.

(1)\* TEF (= toksiskās ekvivalences faktoru) tabula dioksīniem, furāniem un dioksīniem līdzīgiem PCB:

Pasaules Veselības organizācijas (PVO) noteiktie TEF, kurus izmanto kaitīgās iedarbības uz cilvēka organismu bīstamības riska novērtēšanai un kuri izstrādāti, pamatojoties uz 2005. gada jūnijā Ženēvā rīkotajā PVO Starptautiskās ķīmiskās drošības programmas ekspertu sanāksmē izteiktajiem secinājumiem (*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. 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	<b>Neorto PCB</b>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,03
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	<b>Mono-orto PCB</b>	
OCDD	0,0003	PCB 105	0,00003
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 114	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 118	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 123	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

Lietotie saīsinājumi: "T" = tetra; "Pe" = penta; "Hx" = heksta; "Hp" = hepta; "O" = okta; "CDD" = hlordibenzdioksīns; "CDF" = hlordibenzfurāns; "CB" = hlorbifenils.

- (<sup>2</sup>)\* Komisijas 2002. gada 14. augusta Lēmums 2002/657/EK, ar ko īsteno Padomes Direktīvu 96/23/EK par analīzes metožu veikspēju un rezultātu interpretēšanu (OV L 221, 17.8.2002., 8. lpp.).
- (<sup>3</sup>)\* Saistībā ar “lielākā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto kvantitatīvās noteikšanas robeža, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu. Saistībā ar “mazākā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto nulle, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu. Saistībā ar “vidējā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto puse no kvantitatīvās noteikšanas robežas, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu.
- (<sup>4</sup>)\* Parasti piemērojamas II pielikuma C nodaļas 3. punktā noteiktās prasības attiecībā uz otrreizējo analīzi. Tomēr attiecībā uz apstiprināšanas metodēm, kurās attiecībā uz attiecīgajām analizējamajām vielām izmanto ar <sup>13</sup>C iezīmētus iekšējos standartus, otrreizējā analīze ir vajadzīga tikai tad, ja rezultāts, ko iegūst pēc pirmās minētajā veidā īstenotās noteikšanas, ir neatbilstošs. Otrreizējā analīze ir nepieciešama, lai izslēgtu iekšējas savstarpējas piesārņošanās iespēju vai paraugu nejaušu samaiņšānu. Ja analīzi veic saistībā ar piesārņošanas gadījumu, tad apstiprinājumu ar otrreizēju analīzi var neveikt, ja vien analīzei atlasītie paraugi izsekojamā veidā ir saistīti ar šo piesārņojumu un ja konstatētā koncentrācija ievērojami pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju.
- (<sup>5</sup>)\* Saistībā ar “lielākā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto kvantitatīvās noteikšanas robeža, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu toksicitātes ekvivalentā (TEQ). Saistībā ar “mazākā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto nulle, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu TEQ. Saistībā ar “vidējā analītiskā rezultāta” jēdzienu jāizmanto puse no kvantitatīvās noteikšanas robežas, lai aprēķinātu katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas devumu TEQ.
- (<sup>6</sup>)\* Parasti piemērojamas II pielikuma C nodaļas 3. punktā noteiktās prasības attiecībā uz otrreizējo analīzi. Tomēr attiecībā uz apstiprināšanas metodēm, kurās attiecībā uz attiecīgajām analizējamajām vielām izmanto ar <sup>13</sup>C iezīmētus iekšējos standartus, otrreizējā analīze ir vajadzīga tikai tad, ja rezultāts, ko iegūst pēc pirmās minētajā veidā īstenotās noteikšanas, ir neatbilstošs. Otrreizējā analīze ir nepieciešama, lai izslēgtu iekšējas savstarpējas piesārņošanās iespēju vai paraugu nejaušu samaiņšānu. Ja analīzi veic saistībā ar piesārņošanas gadījumu, tad apstiprinājumu ar otrreizēju analīzi var neveikt, ja vien analīzei atlasītie paraugi izsekojamā veidā ir saistīti ar šo piesārņojumu un ja konstatētā koncentrācija ievērojami pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju.
- (<sup>7</sup>)\* Skaidrojums un prasības attiecībā uz otrreizējo analīzi intervences līmeņa kontrolei ir identiski (<sup>5</sup>)\* zemsvītras piezīmē attiecībā uz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju norādītajiem.
- (<sup>8</sup>)\* 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.
- (<sup>9</sup>)\* Spēkā esošo prasību pamatā ir TEF, kas publicēti M. Van den Berg *et al*, *Toxicol Sci* 93 (2), 223.–241. lpp. (2006.).
- (<sup>10</sup>)\* Ļoti ieteicams, lai reaģenta tukšā parauga koncentrācijas daļa parauga piesārņojuma koncentrācijā būtu iespējami zemāka. Laboratorija ir atbildīga par tukšā parauga koncentrācijas vērtību maiņas kontroli, jo īpaši, ja tukšā parauga koncentrācijas vērtības tiek atskaitītas.”