

## II

(Atti mhux leġiżlattivi)

## REGOLAMENTI

## REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) Nru 709/2014

tal-20 ta' Ġunju 2014

li jemenda r-Regolament (KE) Nru 152/2009 dwar id-determinazzjoni tal-livelli ta' diossini u poliklorobifenili

(Test b'rilevanza għaż-ŻEE)

IL-KUMMISSJONI EWROPEA,

Wara li kkunsidrat it-Trattat dwar il-Funzjonament tal-Unjoni Ewropea,

Wara li kkunsidrat ir-Regolament (KE) Nru 882/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tad-29 ta' April 2004 dwar il-kontrolli uffiċjali mwettqa biex tiġi żgurata l-verifika tal-konformità mal-liġi tal-ghalf u l-ikel, mas-sahha tal-annimali u mar-regoli dwar il-welfare tal-annimali <sup>(1)</sup>, u b'mod partikolari l-Artikolu 11(4) tiegħu,

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 152/2009 <sup>(2)</sup> jinkludi metodi għad-determinazzjoni tal-livelli ta' poliklorodibenzo-p-diossini (PCDDs), poliklorodibenzofurani (PCDFs) u poliklorobifenili (PCB) simili għad-diossini fl-ghalf.
- (2) Għandhom jiġu stabbiliti rekwiżiti dwar il-metodi ta' skrinjar li jidentifika l-kampjuni b'livelli konsiderevoli ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini (preferibbilment billi jintgħażlu kampjuni li jaqbzū l-livelli ta' azzjoni u tkun assigurata l-għażla ta' kampjuni li jaqbzū l-livelli massimi) u li huma ta' volum kbir. Fir-rigward tal-livelli massimi, ir-rata ta' konformità falza ta' dawk il-metodi ta' skrinjar għandha tkun ta' inqas minn 5 %.
- (3) Meta r-riżultati miksuba b'dan il-metodu ta' skrinjar ma jaqbzux il-valur ta' limitu, il-kampjun originali għandu jiġi analizzat permezz ta' metodu li jwassal għall-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini li jkun hemm fil-kampjun. Minn hawn il quddiem dawn il-metodi jissejhu "metodi konfermatorji". Il-progress u l-iżviluppi tekniċi wrew li l-użu tal-kromatografija b'fażi gassuża/l-ispettrometrija tal-massa tandem (GC-MS/MS) għandu jkun permess għall-użu bħala metodu ta' konferma għall-verifika tal-konformità mal-livell massimu, flimkien mal-kromatografija b'fażi gassuża/l-ispettrometrija tal-massa b'riżoluzzjoni għolja (GC-HRMS).
- (4) Wara l-esperjenza miksuba bl-applikazzjoni tar-regoli li bhalissa jinsabu fis-sehh, hija xierqa emenda għad-dispożizzjonijiet attwali fir-rigward tal-htieġa ta' analiżi duplikata, il-ġudizzju tal-konformità f'każ ta' analiżi duplikata u r-rekwiżit tad-differenza bejn riżultati aċċettabbli superjuri u ta' inferjuri.
- (5) Għalhekk, ir-Regolament (KE) Nru 152/2009 għandu jiġi emendat skont dan.
- (6) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament huma konformi mal-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Katina Alimentari u s-Sahha tal-Annimali,

<sup>(1)</sup> ĠUL 165, 30.4.2004, p. 1.

<sup>(2)</sup> Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 152/2009 tas-27 ta' Jannar 2009 li jistabbilixxi l-metodi tat-tehid ta' kampjuni u analiżi għall-kontrolli uffiċjali tal-ghalf (GU L 54, 26.2.2009, p. 1).

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

*Artikolu 1*

Il-Parti B tal-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009 hi emendata kif jidher fl-Anness ma' dan ir-Regolament.

*Artikolu 2*

Dan ir-Regolament ghandu jidhol fis-seħh fl-għoxrin jum wara dak tal-pubblikazzjoni tiegħu f'*Il-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea*.

Dan ir-Regolament ghandu jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

Magħmul fi Brussell, l-20 ta' Ġunju 2014.

*Għall-Kummissjoni*

*Il-President*

José Manuel BARROSO

---

## ANNEX

Fl-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009, il-Parti (B) "DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA' DIOSSINI (PCDD/PCDF) U TA' PCB" tinbidel b'dan li ġej:

"B. DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA' DIOSSINI (PCDD/PCDF) U TA' PCB

## KAPITOLU I

**Metodi ta' teħid ta' kampjuni u interpretazzjoni tar-riżultati analitiċi****1. Għan u Skop**

Il-kampjuni maħsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' dpoliklorodibenzo-p-diossina (PCDDs), poliklorodibenzofuran (PCDFs), poliklorobifenili (PCB) <sup>(1)</sup>\* simili għad-diossini u PCB li ma humiex simili għad-diossini fl-għalf għandhom jittieħdu skont id-dispożizzjonijiet tal-Anness I. Għandhom jiġu applikati r-reqwiżiti kwantitattivi f'relazzjoni mal-kontroll ta' sustanzi jew prodotti mqassma uniformament fl-għalf kif stipulat fil-punt 5.1 tal-Anness I. Aggregazzjoni ta' kampjuni li tkun inkisbet għandha tiġi kkunsidrata bħala rappreżentattiva tal-materjal li minnu tkun ittieħdet. Għandha tiġi stabbilita konformità mal-livelli massimi stipulati fid-Direttiva 2002/32/KE fuq bażi tal-livelli ddeterminati fil-kampjuni tal-laboratorju.

Għall-finijiet ta' din il-Parti B, id-definizzjonijiet miġjuba fl-Anness I mad-Deciżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE <sup>(2)</sup>\* għandhom japplikaw.

Minbarra dawk id-definizzjonijiet, id-definizzjonijiet li ġejjin għandhom japplikaw għall-finijiet ta' din il-parti B:

'Metodi tal-iskrinjar' tfisser il-metodi użati għall-għażla ta' dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini li jaqbu l-livelli massimi, jew il-limiti ta' azzjoni. Dawn għandhom jippermettu ammont qawwi ta' kampjunar kosteffettiv, biex b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda ta' esponiment għoli tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. Il-metodi tal-iskrinjar għandhom ikunu bbażati fuq metodi bjoanalitiċi jew GC-MS. Ir-riżultati minn kampjuni li jaqbu l-valur ta' limitu biex tiġi vverifikata l-konformità mal-livell massimu għandhom jiġu verifikati permezz tal-analiżi shiħa mill-kampjun oriġinali b'metodu konfermatorju.

'Metodi konfermatorji' tfisser metodi li jipprovdur informazzjoni shiħa jew kumplimentarja li tippermetti li jiġu identifikati l-PCDD/Fs u l-PCB simili għad-diossini u li dawn jiġu kkwantifikati mingħajr żball fil-livell massimu jew fil-każ ta' hteġa fil-limitu ta' azzjoni. Dawn il-metodi jużaw kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa b'riżoluzzjoni għolja (GC-HRMS) jew kromatografija b'fażi gassuża/spettrometrija tal-massa tandem (GC-MS/MS).

**2. Konformità tal-lott jew tas-sublott mal-livell massimu****2.1. Fir-rigward ta' PCB mhux simili għad-diossini**

Il-lott ikun konformi mal-livell massimu jekk ir-riżultat analitiku ma jaqbiż il-livell massimu ta' PCB li mhumix simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wiehed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

Il-lott ma jkunx konformi mal-livell massimu jekk ir-riżultat analitiku tal-livell superjuri <sup>(3)</sup>\* ikkonfermat minn analiżi duplikata <sup>(4)</sup>\* jaqbeż il-livell massimu stipulat mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wiehed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl. Biex tkun verifikata l-konformità tintuża l-medja taż-żewġ determinazzjonijiet, u dan filwaqt li jittieħed kont tal-inċertezza tal-kejl.

L-inċertezza tal-kejl għandha tiġi kkunsidrata skont wiehed minn dawn l-approċċi:

- billi tiġi kkalkolata l-inċertezza li qiegħda tespandi, billi jintuża fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' kunfidenza ta' madwar 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjet nieqes U huwa oghla mil-livell massimu,
- billi jkun stabbilit il-limitu tad-deciżjoni (CCa) skont il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I mad-Deciżjoni 2002/657/KE. Lot jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjet ikun ugwali għal CCa jew oghla.

Il-paragrafi 1, 2 u 3 għandhom japplikaw għar-riżultat analitiku miksub fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

## 2.2. Rigward PCDD/F u PCB simili għad-diossini

Il-lott ikun jaqbel mal-livelli massimi jekk ir-riżultat ta' analiżi wahda,

- imwettqa minn metodu ta' skrinjar b'rata ta' konformità falza taht il-5 %, jindika li l-livell ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/PCDFs u s-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE,
- imwettqa minn metodu konfermatorju, ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/PCDFs u s-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wiehed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

Għal assaġġ tal-iskrinjar għandu jkun stabbilit valur ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar il-konformità tal-kampjuni mal-livelli massimi rispettivi stipulati jew għal PCDD/PCDFs, jew inkella għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini.

Il-lott ma jkunx konformi mal-livell massimu jekk ir-riżultat analitiku tal-livell superjuri <sup>(5)\*</sup> miksub permezz ta' metodu konfermatorju u kkonfermat minn analiżi duplikata jaqbeż il-livell massimu stipulat mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wiehed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl <sup>(6)\*</sup>. Biex tkun verifikata l-konformità tintuża l-medja taż-żewġ determinazzjonijiet, u dan filwaqt li jittiehed kont tal-inċertezza tal-kejl.

L-inċertezza tal-kejl għandha tiġi kkunsidrata skont wiehed minn dawn l-approċċi:

- billi tiġi kkalkolata l-inċertezza li qiegħda tespandi, billi jintuża fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' kunfidenza ta' madwar 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjet nieqes U huwa oghla mil-livell massimu. F'każ li ssir determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, is-somma tal-inċertezza estiża stmata tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/PCDFs u tal-PCB simili għad-diossini għandha tintuża għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini,
- billi jkun stabbilit il-limitu tad-deċiżjoni (CCa) skont il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I mad-Deċiżjoni 2002/657/KE. Lot jew sublott jitqies mhux konformi jekk il-valur imkejjet ikun ugwali għal CCa jew oghla.

Il-paragrafi minn 1 sa 4 għandhom japplikaw għar-riżultati analitiċi miksuba fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

## 3. Riżultati li jaqbu l-limiti ta' azzjoni kif stipulati fl-Anness II mad-Direttiva 2002/32/KE

Il-limiti ta' azzjoni jservu ta' għodda għas-selezzjoni ta' kampjuni f'dawk il-każijiet fejn huwa mehtieg li jkun identifikat sors ta' kontaminazzjoni u sabiex jittiehdu miżuri biex din titnaqqas jew tiġi eliminata. Il-metodi ta' skrinjar għandhom jistabbilixxu valuri ta' limitu għas-selezzjoni ta' dawk il-kampjuni. F'każ li jkunu mehtieġa sforzi sinifikanti biex ikun identifikat is-sors u biex il-kontaminazzjoni titnaqqas jew tiġi eliminata, jista' jkun xieraq li tiġi konfermata l-qabża fil-limiti ta' azzjoni hija kkonfermata minn analiżi duplikata permezz ta' metodu ta' konferma u b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza tal-kejl <sup>(7)\*</sup>.

### KAPITOLU II

#### **Preparazzjoni ta' kampjuni u rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF) u ta' PCB simili għad-diossini fl-għalf**

##### 1. Kamp tal-applikazzjoni

Ir-rekwiżiti stipulati f'dan il-Kapitolu għandhom jiġu applikati meta l-għalf ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli sostituti 2,3,7,8 ta' poliklorodibenzo-p-diossini u poliklorodibenzo-furani (PCDD/Fs) u poliklorobifenili simili għad-diossini (PCB simili għad-diossini) u għal skopijiet regolatorji oħra.

Il-monitoraġġ tal-preżenza ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini fl-għalf jista' jsir għal żewġ tipi differenti ta' metodi analitiċi:

##### (a) Metodi ta' skrinjar

L-għan tal-metodi tal-iskrinjar huwa li jintgħażlu dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini li jaqbu l-livelli massimi, jew il-limiti ta' azzjoni. Il-metodi tal-iskrinjar għandhom jippermettu ammont qawwi ta' kampjunar kosteffettiv, biex b'hekk iżidu l-possibbiltà li jiġu skoperti każijiet godda ta' esponent għoli tal-konsumaturi u ta' riskji għal saħħithom. L-applikazzjoni tagħhom għandha timmira li tevita riżultati ta' konformità falza. Dawn jistgħu jinkludu metodi b'joanalitiċi u ta' GC-MS.

Il-metodi tal-iskrinjar iqabblu r-riżultat analitiku mal-valur ta' limitu, li tipprovdi deċiżjoni pożittiva jew negattiva dwar il-possibbiltà li jkun inqabeż il-livell massimu jew ta' limitu ta' azzjoni. Huwa mehtieg li l-koncentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCB simili ghad-diossini fil-kampjuni suspettati li mhumiex konformi mal-livell massimu tiġi ddeterminata/kkonfermata permezz ta' metodu konfermatorju.

Barra minn hekk, il-metodi ta' skrinjar jistgħu jagħtu indikazzjoni tal-livelli ta' PCDD/Fs u DL-PCB preżenti fil-kampjun. Fil-każ tal-applikazzjoni ta' metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi r-riżultat jiġi espress bħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ), filwaqt li f'każ ta' applikazzjoni ta' metodi fiżiko-kimiċi GC-MS jiġi espress bħala Ekwivalenti ta' Tossicità (TEQ). Ir-riżultati indikati numerikament tal-metodi ta' skrinjar huma adattati biex tintwera l-konformità jew suspett ta' nuqqas ta' konformità jew eċċess tal-limiti ta' azzjoni u jagħtu indikazzjoni tal-firxa ta' livelli f'każ ta' segwitu permezz ta' metodi konfermatorji. Dawn mhumiex adattati għal għanijiet bħalma huma l-evalwazzjoni tal-livelli ta' sfond, l-istima tal-konsum, is-segwiment tax-xejriet matul iż-żmien flivelli jew ir-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u l-limiti ta' azzjoni.

(b) Metodi konfermatorji

Il-metodi konfermatorji jippermettu l-identifikazzjoni inekwivokabbli u l-kwantifikazzjoni ta' PCDD/F u PCB simili ghad-diossini preżenti f'kampjun u jipprovdu informazzjoni shiħa fil-livell ta' kongeneru. Għalhekk, dawn il-metodi jippermettu l-kontroll tal-livelli massimi u ta' limitu ta' azzjoni, inkluża l-konferma tar-riżultati miksuba permezz tal-metodi ta' skrinjar. Barra minn hekk, ir-riżultati jistgħu jintużaw għal skopijiet oħra bħalma hija d-determinazzjoni tal-livelli ta' sfond inferjuri fil-monitoraġġ tal-għalf, is-segwiment tax-xejriet matul iż-żmien, l-istima tal-esponiment u t-tiswir ta' bażi ta' dejta għar-rivalutazzjoni tal-livelli massimi u ta' limitu ta' azzjoni. Dawn huma importanti wkoll biex jiġu stabbiliti profili ta' kongeneri sabiex jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni potenzjali. Dawn il-metodi jużaw GC-HRMS. Għall-konferma tal-konformità jew in-nuqqas ta' konformità mal-livell massimu, jistgħu jintużaw ukoll il-GC-MS/MS.

2. **Sfond**

Għall-kalkolu tal-koncentrazzjonijiet tal-Ekwivalent ta' Tossicità (TEQ), il-koncentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu mmultiplikati mal-Fattur ta' Ekwivalenza ta' Tossicità (TEF) rispettiv tagħhom (ara n-nota ta' qiegħ il-paġna <sup>1</sup>(\*) tal-Kapitolu I) u sussegwentament maghduda biex jinkiseb it-total tal-koncentrazzjoni tal-komposti simili ghad-diossini espressa bħala TEQs.

Għall-finijiet ta' din il-Parti B, il-limitu speċifiku aċċettat ta' kwantifikazzjoni ta' kongeneri individwali jfisser il-kontenut l-aktar baxx tal-analita li jista' jitkejjel b'ċertezza statistika raġonevoli, li jissodisfa l-kriterji ta' identifikazzjoni kif deskritti fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-annimali — Determinazzjoni tad-diossini u PCB simili ghad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCB indikaturi permezz tal-GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

Il-limitu ta' kwantifikazzjoni ta' kongeneru individwali jista' jiġi identifikat bħala

- (a) il-koncentrazzjoni ta' analita fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi reazzjoni strumentali f'żewġ joni differenti biex jiġu srorveljati bi proporzjon S/N (sinjal/hoss) ta' 3:1 għal sinjal ta' dejta mhux ipproċessata inqas intensiva; jew
- (b) jekk għal raġunijiet tekniċi l-kalkolu sinjal-għalf-hoss ma jipprovdi riżultati affidabbli, il-punt ta' koncentrazzjoni l-aktar baxx fuq kurva ta' kalibrizzjoni li jagħti devjazzjoni aċċettabbli ( $\leq 30\%$ ) u konsistenti (imkejja mill-inqas fil-bidu u fit-tmiem ta' serje ta' kampjuni analitiċi) mill-medja tal-fattur ta' reazzjoni relattiva kkal-kulata għal kull punt fuq il-kurva ta' kalibrizzjoni f'kull serje ta' kampjuni. Il-LOQ hija kkal-kulata mill-punt ta' koncentrazzjoni l-aktar baxx b'kunsiderazzjoni tal-irkupru tal-istandards interni u l-kampjun ta' konsum.

Metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi mhumiex se jagħtu riżultati flivell ta' kongeneru imma biss indikazzjoni <sup>(\*)</sup> tal-livell TEQ, espress bħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ) sabiex ikun magħruf il-fatt li l-estratt ta' kampjuni, mhux il-komposti kollha preżenti li jipproduċu rispons f'test jistgħu jobdu r-rekwiziti kollha tal-prinċipju TEQ.

Il-metodi ta' skrinjar u konfermatorji jistgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerti matrici jekk il-metodi huma sensitivi biżżejjed biex jinstabu livelli b'mod li wiehed jista' joqgħod fuqhom fil-limitu ta' azzjoni jew il-livell massimu.

3. **Rekwiziti għall-assigurazzjoni tal-kwalità**

- 3.1. Għandhom jittiehdu miżuri sabiex tkun evitata l-kontaminazzjoni trasversali f'kull stadju tal-proċedura tat-tehid ta' kampjuni u tal-analizi.
- 3.2. Il-kampjuni għandhom jinhażnu u jiġu ttrasportati f'kontenituri tal-ħġieg, aluminju, polipropilen jew polietilen adattati għall-ħzin mingħajr ebda influwenza fuq il-livelli ta' PCDD/PCDFs u ta' PCB simili ghad-diossini fil-kampjuni. Fdalijiet ta' trab tal-karti għandhom jitneħħew mill-kontenitur tal-kampjun.

- 3.3. Il-ħażna u t-trasport tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li jżomm l-integrità tal-kampjun tal-ġhalf.
- 3.4. Sa fejn huwa rilevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun mithun fin u mħallat sew permezz ta' proċess li jkun intwera li jista' jikseb omogenizzazzjoni kompluta (pereżempju thin li jghaddi minn arbiel ta' 1 mm). Il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel ma jiġu mithuna jekk il-kontenut umdu jkun għoli wisq.
- 3.5. Għandu jsir kontroll tar-reaġenti, tal-oġġetti tal-ħġieg u tat-tagħmir għall-possibbiltà ta' influwenza tar-riżultati bbażati fuq it-TEQ jew il-BEQ.
- 3.6. Għandha ssir analiżi inbjank billi titwettaq il-proċedura analitika kollha filwaqt li jithalla barra l-kampjun biss.
- 3.7. Għall-metodi bijoanalitiċi, l-oġġetti kollha tal-ħġieg u s-solventi użati fl-analiżi għandhom ikunu ttestjati biex ikunu hielsa minn komposti li jistgħu jfixklu d-detezzjoni tal-komposti fil-mira fil-medda ta' hidma. L-oġġetti tal-ħġieg għandhom jitlehlu b'solventi jew jissahnu f'temperaturi adattati biex inehhu kull traċċa ta' PCDD/PCDFs, komposti simili għad-diossini u komposti li jinterferixxu, mill-wiċċ tagħhom.
- 3.8. Il-kwantità ta' kampjuni użata għall-estrazzjoni għandha tkun biżżejjed biex tissodisfa r-rekwiżiti b'kunsiderazzjoni ta' medda ta' hidma baxxa biżżejjed inkluż il-konċentrazzjonijiet tal-livell massimi jew il-limitu ta' azzjoni.
- 3.9. Il-proċeduri speċifiċi ta' preparazzjoni tal-kampjun użati għall-prodotti meqjusa għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati internazzjonalment.

#### 4. Rekwiżiti għal-laboratorji

- 4.1. B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida ISO 58 biex jiżgura li dawn qegħdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025.
- 4.2. Il-proficjenza tal-laboratorju għandha tiġi ppruvata permezz tal-partecipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini fil-matriċi tal-ġhalf rilevanti u fil-meded ta' konċentrazzjoni.
- 4.3. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontroll ta' rutina għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodi konfermatorji, kemm għall-kontroll ta' kwalità kif ukoll għall-konferma tar-riżultat analitiku ta' kampjuni suspettużi.

#### 5. Htiġiet bażiċi li għandhom ikunu ssodisfati għall-proċedura analitika għal diossini (PCDD/PCDFs) u PCB simili għad-diossini.

##### 5.1. Medda ta' hidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni

Għal PCDD/PCDFs, il-kwantitajiet li jistgħu jinstabu għandhom ikunu fil-medda femtogramm superjuri ( $10^{-15}$  g) minhabba t-tossicità estrema ta' xi wħud minn dawn il-komposti. Għall-biċċa l-kbira tal-kongeneri tal-PCB, il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm ( $10^{-9}$  g) diġà huwa biżżejjed. Għall-kejl tal-kongeneri ta' PCB simili għad-diossini li huma aktar tossiċi (b'mod partikolari kongeneri sostituti mhux orto) il-livell inferjuri tal-medda ta' hidma għandu jilhaq il-livelli pikogramm ( $10^{-12}$  g). Għall-kumplement tal-kongeneri ta' PCB il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm ( $10^{-9}$  g) huwa suffiċjenti.

##### 5.2. Selettività għolja (specifiċità)

- 5.2.1. Hija meħtieġa distinzjoni bejn il-PCDD/PCDFs u l-PCB simili għad-diossini, u hafna komposti oħra li huma koestratti u li possibbilment komposti li jinterferixxu, preżenti f'konċentrazzjonijiet sa diversi ordnijiet ta' magnitudni oġhla minn dawk tal-analiti ta' interess. Għall-metodi ta' GC-MS, hija meħtieġa differenza fost il-kongeneri varji, bħal pereżempju bejn it-tossicità (pereżempju, is-sbatax-il sostitut 2,3,7,8 PCDD/PCDFs u 12-il PCB simili għad-diossini) u kongeneri oħrajn.
- 5.2.2. Il-metodi bijoanalitiċi għandhom ikunu kapaċi jsibu l-komposti fil-mira bħala s-somma ta' PCDD/PCDFs, u/jew PCB simili għad-diossini. It-tindif tal-kampjun għandu jimmira li jneħhi l-komposti li jikkawżaw riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza jew il-komposti li jistgħu jnaqqsu r-rispons u jikkawżaw riżultati ta' konformità falza.

- 5.3. *L-akkuratezza kbira (eżattezza u preċiżjoni, irkupru apparenti tat-test bijoloġiku)*
- 5.3.1. Għall-metodi GC-MS, id-determinazzjoni għandha tipprovdi stima valida tal-konċentrazzjoni effettiva f'kampjun. Eżattezza għolja hija meħtieġa biex tkun evitata ċ-ċaħda ta' riżultat ta' analiżi ta' kampjun abbażi ta' affidabbiltà baxxa tal-livell TEQ determinat. L-eżattezza hija espressa bħala l-verità (id-differenza bejn il-valur medju mkejjeġ għall-analiżi f'materjal iċċertifikat u l-valur iċċertifikat tiegħu, li huwa espress bħala perċentwal ta' dan il-valur) u l-preċiżjoni ( $RSD_R$  id-devjazzjoni standard relattiva kkalkolata mir-riżultati ġġenerati f'kondizzjonijiet ta' riproduċibilità).
- 5.3.2. Għall-metodi bjoanalitiċi, għandu jiġi ddeterminat l-irkupru apparenti tat-test bijoloġiku. L-irkupru apparenti tal-bjoassagġ ifisser il-livell BEQ ikkalkulat mill-kurva tal-kalibrazzjoni tat-TCDD jew il-PCB 126 korretta għall-inbjank u mbagħad diviża bil-livell TEQ determinat mill-metodu konfermatorju. Dan għandu l-għan li jikkoreġi fatturi bħat-telf ta' PCDD/PCDFs u komposti simili għad-diossini waqt l-estrazzjoni u l-istadji tat-tindif, komposti koestratti li jżidu jew inaqqsu r-rispons (effetti agonistiċi u antagonistiċi), il-kwalità tal-aġġustament tal-kurva, jew id-differenzi bejn il-Fattur ta' Ekwivalenza Tossika (TEF) u l-valuri tal-Potenza Relattiva (REP). L-irkupru apparenti tal-bjoassagġ huwa kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell ta' interess.
- 5.4. *Il-validazzjoni fil-medda tal-livell massimu u l-miżuri ġenerali tal-kontroll tal-kwalità*
- 5.4.1. Il-laboratorji għandhom juru t-tweġġiq ta' metodu fil-medda tal-livell massimu, pereżempju 0,5x, 1x u 2x il-livell massimu b'koeffiċjenti aċċettabbli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta, waqt il-proċedura ta' validazzjoni u waqt l-analiżi ta' rutina.
- 5.4.2. Għandhom jitwettqu regolarment kontrolli inbjank u esperimenti miżjuda jew analiżi tal-kampjuni ta' kontroll (preferibbilment, jekk ikun possibbli, materjal ta' referenza ċċertifikat) bħala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità. Għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati it-tabelli għall-kontroll tal-kwalità tal-kontrolli inbjank, tal-esperimenti ta' taħlit jew tal-analiżi tal-kontroll tal-kampjuni biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-reqwiżiti.
- 5.5. *Limitu ta' kwantifikazzjoni*
- 5.5.1. Għal metodu ta' skrinjar bjoanalitiku, l-istabbiliment tal-limitu ta' kwantifikazzjoni (LOQ) mhuwiex rekwizit indispensabbli imma l-metodu għandu jipprova li jista' jagħmel differenza bejn il-valur inbjank u l-valur ta' limitu. Meta jingħata l-livell BEQ, għandu jiġi stabbilit livell ta' rappurtar biex ikollu x'jaqsam ma' kampjuni li juru rispons taħt dan il-livell. Il-livell ta' rappurtar għandu jintwera li hu differenti mill-kampjuni inbjank tal-proċedura mill-inqas b'fattur ta' tlieta, b'rispons taħt il-medda ta' hidma. Għalhekk għandu jiġi kkalkulat mill-kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu meħtieġ, u mhux minn proporzjon S/N jew minn assagġ inbjank.
- 5.5.2. Il-LOQ għall-metodu ta' konferma għandu jkun ta' madwar wieħed minn hamsa tal-livell massimu.
- 5.6. *Kriterji analitiċi*
- Għal riżultati ta' min joqgħod fuqhom mill-metodi ta' konferma jew tal-iskrinjar, għandhom jintlahqu l-kriterji li ġejjin fil-firxa tal-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni għall-valur tat-TEQ jew il-BEQ, rispettivament, kemm jekk determinati bħala total tat-TEQ (bħala somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini) kemm jekk separatament għall-PCDD/PCDFs u għall-PCB simili għad-diossini:

	Skrinjar permezz ta' metodi bjoanalitiċi jew fiżikokimiċi	Metodi konfermatorji
Rata ta' konformità falza <sup>(1)</sup>	< 5 %	
Eżattezza		- 20 % sa + 20 %
Ripetibilità (RSD <sub>d</sub> )	< 20 %	
Riproduċibilità fil-laboratorju (RSD <sub>R</sub> )	< 25 %	< 15 %

<sup>(1)</sup> Fir-rigward tal-livelli massimi.

5.7. *Rekwiżiti speċifiċi għal metodi ta' skrinjar*

- 5.7.1. Għall-iskrinjar jistgħu jintużaw kemm il-metodi GC-MS kif ukoll dawk bijoanalitiċi. Għall-metodi GC-MS għandhom jintlaħqu r-rekwiżiti stipulati fil-punt 6. Għall-metodi bijoanalitiċi msejsa fuq iċ-ċelloli hemm stipulati rekwiżiti speċifiċi fil-punt 7.
- 5.7.2. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrinjar għall-kontroll ta' rutina ta' kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodu konfermatorju.
- 5.7.3. Ir-rendiment tal-metodu ta' skrinjar irid jiġi vverifikat matul l-analiżi ta' rutina, mill-kontroll tal-kwalità tal-analiżi u mill-validazzjoni kontinwa tal-metodu. Għandu jkun hemm programm kontinwu għall-kontroll ta' riżultati konformi.
- 5.7.4. Iċċekkjar għall-possibilità ta' suppressjoni tar-rispons taċ-ċellola u taċ-ċitossicità.

20 % tal-estratti tal-kampjun għandhom jitkejlu fi skrinjar ta' rutina biż-żieda ta' 2,3,7,8-TCDD jew mingħajrha, b'konformità mal-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni, biex jiġi ċċekkjat jekk ir-rispons huwiex imhassar minn sustanzi li jinterferixxu, li jinsabu fl-estratt tal-kampjun. Il-koncentrazzjoni mkejla tal-kampjun miżjud għandha titqabbel mas-somma tal-koncentrazzjoni tal-estratt mhux miżjud u tingħadd mal-koncentrazzjoni taż-żieda. Jekk din il-koncentrazzjoni mkejla tkun aktar minn 25 % anqas mill-koncentrazzjoni kkalkulata (is-somma), dan ikun indikazzjoni ta' potenzjalità ta' suppressjoni tas-sinjali u l-kampjun rispettiv għandu jintbghat għand il-GC-HRMS għal analiżi konfermatorja. Ir-riżultati għandhom jiġu mmonitorjati f'tabelli ta' kontroll tal-kwalità.

5.7.5. *Kontroll ta' kwalità fuq kampjuni konformi:*

Madwar 2 sa 10 % tal-kampjuni konformi, skont il-matriċi tal-kampjun u l-esperjenza tal-laboratorju, għandhom jiġu kkonfermati permezz tal-GC-HRMS.

5.7.6. *Id-determinazzjoni ta' rati ta' konformità falza mid-dejta tal-kontroll ta' kwalità:*

Għandha tiġi determinata r-rata ta' riżultati ta' konformità falza mill-iskrinjar tal-kampjuni anqas jew aktar mill-limitu massimu jew il-livell ta' azzjoni. Ir-rati attwali ta' konformità falza għandhom ikunu inqas minn 5 %. Meta jkun hemm disponibbli minimu ta' 20 riżultat konfermat għal kull matriċi jew grupp ta' matriċi mill-kontroll tal-kwalità ta' kampjuni konformi, għandhom isiru konklużjonijiet minn din il-bażi ta' dejta dwar ir-rata ta' konformità falza. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji jew waqt każijiet ta' kontaminazzjoni, li jkopru medda ta' koncentrazzjoni sa pereżempju ta' 2x il-livell massimu (ML), jistgħu jiġu inklużi wkoll fil-minimu ta' 20 riżultat għall-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profil ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrapprezentaw diversi sorsi.

Għalkemm l-iskrinjar tal-assaġġ għandu preferenzjalment ikollu l-iskop li jsib il-kampjuni li jaqbzu l-limitu ta' azzjoni, il-kriterju biex jiddetermina r-rati ta' konformità falza huwa l-livell massimu, b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza tal-kejl tal-metodu konfermatorju.

5.7.7. *Kampjuni mill-iskrinjar potenzjalment mhux konformi għandhom dejjem jiġu vverifikati permezz ta' rianaliżi shiħa tal-kampjun oriġinali b'metodu ta' analiżi konfermatorju. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tiġi evalwata r-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. Għal metodi ta' skrinjar, ir-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza għandha tkun il-frazzjoni ta' riżultati kkonfermati li huma konformi skont l-analiżi konfermatorja, waqt li fi skrinjar li sar qabel il-kampjun ikun ġie ddiċjarat bħala potenzjalment mhux konformi. L-evalwazzjoni tal-vantaġġ tal-metodu ta' skrinjar għandha tkun ibbażata fuq it-tqabbil tal-kampjuni b'nuqqas ta' konformità falza man-numru totali ta' kampjuni ċċekkjati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed sabiex l-użu ta' għodda ta' skrinjar jibqa' wiehed vantaġġjuż.*

5.7.8. *Il-metodi bijoanalitiċi għandhom jipprovdu, għall-inqas f'kundizzjonijiet ta' validazzjoni, indikazzjoni valida tal-livell TEQ, ikkalkolat u espress bħala BEQ.*

Għall-metodi bijoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ta' ripetibilità wkoll, l-RSD<sub>r</sub> bejn laboratorju u iehor tkun tipikament iżgħar mir-riproducibilità RSD<sub>R</sub>.

6. **Rekwiżiti speċifiċi għal metodi gc-ms li għandhom jiġu ssodisfati għal raġunijiet ta' konferma u ta' skrinjar**

6.1. *Differenzi aċċettabbli bejn ir-riżultati superjuri u inferjuri tad-WHO-TEQ*

Id-differenza bejn il-livell superjuri u l-livell inferjuri ma għandhiex teċċedi l-20 % għal konferma ta' qbiż tal-livell massimu jew f'każ ta' b'żonn, tal-limiti ta' azzjoni.



6.2. *Kontroll tal-irkupri*

- 6.2.1. Ghandha titwettaq zieda ta' standards interni ghal PCDD/PCDF 2,3,7,8-sostituti bil-kloru ttikkettjati <sup>13</sup>C u ta' standards interni ghall-PCB simili ghad-diossini ttikkettjati <sup>13</sup>C, fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun invalidata l-proċedura analitika. Ghall-anqas kongeneru wiehed ghal kull wiehed mill-gruppi omologi tetra sa ottaklorinat ghall-PCDD/PCDFs u ghall-anqas kongeneru wiehed ghal kull grupp omologu ghall-PCB simili ghad-diossini ghandhom jiġu miżjuda (alternattivament, ghall-anqas kongeneru wiehed ghal kull funzjoni magħżula, rreġistrata ghall-jone bl-ispettrometrija ta' massa użat ghall-monitoraġġ ta' PCDD/PCDFs u PCB simili ghad-diossini). Fil-każ ta' metodi konfermatorji, ghandhom jintużaw is-17-il standard intern ghal PCDD/PCDF 2,3,7,8-sostituti ttikkettjati <sup>13</sup>C kollha u t-12-il standard intern ghall-PCB simili ghad-diossini ttikkettjati <sup>13</sup>C kollha.
- 6.2.2. Ghandhom jiġu determinati wkoll fatturi ta' rispons relattivi ghal dawk il-kongeneri li ghalihom mhu miżjud l-ebda analoġu ttikkettat bi <sup>13</sup>C, bl-użu ta' soluzzjonijiet ta' kalibrizzjoni xierqa.
- 6.2.3. Ghal għalf ta' oriġini mill-pjanti u ghal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih anqas minn 10 % ta' xaħam, iż-żieda ta' standards interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Ghal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih aktar minn 10 % ta' xaħam, l-istandards interni jistgħu jiġu magħduda qabel jew wara l-estrazzjoni tax-xaħam. Ghandha titwettaq validazzjoni xierqa tal-effiċjenza tal-estrazzjoni, skont l-istadju li fih huma introdotti l-istandards interni u skont jekk ir-riżultati humiex irrapportati abbażi tal-prodott jew tax-xaħam.
- 6.2.4. Qabel l-analiżi GC-MS, ghandhom ikunu miżjuda standard wiehed (1) jew tnejn (2) tal-irkupru (surrogat).
- 6.2.5. Il-kontroll tal-irkupru huwa neċessarju. Ghal metodi konfermatorji, l-irkupri tal-istandards interni individwali ghandhom ikunu fil-medda ta' minn 60 sa 120 %. L-irkupri oġhla jew aktar baxxi mill-kongeneri individwali, b'mod partikolari ghal xi dibenżo-p-diossini ettaklorinati u ottaklorinati u xi dibenżofurani, ghandhom ikunu aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur totali tat-TEQ (ibbażat fuq is-somma tal-PCDD/PCDF u tal-PCB simili ghad-diossini). Ghal metodi ta' skrinjar GC-MS, l-irkupri ghandhom ikunu fil-medda ta' minn 30 sa 140 %.

6.3. *Tnehhija ta' sustanzi li jinterferixxu*

- Separazzjoni ta' PCDD/PCDFs minn komponenti klorinati li jinterferixxu bhal PCB li mhumieq simili ghad-diossini u eteri difenil klorinati ghandha ssir permezz ta' tekniki kromatografiċi adattati (preferibbilment bi florisil, alumina u/jew kolonna tal-karbonju),
- Separazzjoni kromatografika b'fażi gassuża tal-iżomeri ghandha tkun < 25 % minn quċċata sa quċċata bejn 1,2,3,4,7,8-HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

6.4. *Kalibrizzjoni b'kurva standard*

Il-medda tal-kurva ta' kalibrizzjoni ghandha tkopri l-medda rilevanti tal-livell massimu jew il-limiti ta' azzjoni.

6.5. *Kriterji speċifiċi għal metodi konfermatorji*

- Fil-każ ta' GC-HRMS:

F'każ ta' HRMS, ir-riżoluzzjoni tipikament tkun akbar minn jew ugwali għal 10 000 għall-iskala shiha tal-piż f'deklinazzjoni ta' 10 %.

L-issodisfar ta' aktar kriterji ta' identifikazzjoni u konferma kif deskritti fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-annimali — Determinazzjoni ta' diossini u PCB simili ghad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCB indikaturi permezz ta' GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti.

- Fil-każ tal-GC-MS/MS:

Monitoraġġ ta' mill-inqas 2 joni prekursori speċifiċi, kull wiehed b'jone ta' prodott ta' tranżizzjoni korrespondenti speċifika waħda ghal kull analita ttikkettjata u mhix itikkettjata fl-ambitu tal-analiżi.

It-tolleranza massima permessa tal-intensitajiet tal-joni relattivi ta'  $\pm 15$  % għall-joni ta' prodott ta' tranżizzjoni magħżula meta mqabbla ma' valuri kkalkulati jew imkejla (medja minn standards ta' kalibrar), li japplikaw kundizzjonijiet MS/MS identifiċi, b'mod partikolari tal-enerġija tal-ħbit u l-pressjoni tal-ħbit tal-gass, ghal kull tranżizzjoni ta' analita.

Ir-reżoluzzjoni għal kull kwadrapolu għandha tiġi stabbilita indaqs jew ahjar mir-riżoluzzjoni tal-massa tal-unità (riżoluzzjoni tal-massa tal-unità: riżoluzzjoni suffiċjenti biex tifred żewġ quċċati ta' massa wahda minn xulxin) sabiex jixxejnu kemm jista' jkun l-interferenzi possibbli fuq l-analiti ta' interess.

L-issodisfar ta' aktar kriterji kif deskritt fl-istandards rikonoxxuti internazzjonalment, pereżempju, fl-istandard EN 16215:2012 (Għalf għall-annimali — Determinazzjoni ta' diossini u PCB simili għad-diossini permezz tal-GC-HRMS u ta' PCB indikaturi permezz ta' GC-HRMS) u/jew il-metodi EPA 1613 u 1668 kif riveduti, għajr l-obbligu li jintuża l-GC-HRMS.

## 7. Rekwiżiti speċifiċi għall-metodi bijoanalitiċi

Il-metodi bijoanalitiċi huma metodi msejsa fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħal assaġġi bbażati fuq iċ-ċelloli, assaġġi bbażati fuq ir-riċevituri jew immunoassaġġi. Il-punt 7 prezenti jistabbilixxi rekwiżiti għall-metodi bijoanalitiċi b'mod ġenerali.

Il-metodu ta' skrinjar bħala prinċipju jikklassifika kampjun bħala konformi jew suspettat li ma jikkonformax. Għal dan il-ghan, il-livell BEQ ikkalkolat jitqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 7.3). Kampjuni taħt il-valur ta' limitu huma ddikjarati konformi, kampjuni daqs jew 'il fuq mill-valur ta' limitu huma suspettati li mhumiex konformi, u għalhekk jehtiegu analizi permezz tal-metodu konfermatorju. Fil-prattika, il-livell BEQ li jikkorrispondi għal 2/3 tal-livell massimu jista' jservi bħala valur ta' limitu sakemm jiżgura rata ta' konformità falza taħt il-5 % u rata aċċettabbli għal riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. B'livelli massimi separati għal PCDD/Fs u għas-somma ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini, l-iċċekkjar tal-konformità tal-kampjuni mingħajr frazzjonament jirrikjedi valuri ta' limitu ta' bjoassaġġi adattati għall-PCDD/F. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqbz u l-livelli ta' azzjoni, bħala valur ta' limitu ikun adattat perċentwal xieraq tal-limitu ta' azzjoni rispettiv.

Barra minn hekk, fil-każ ta' ċerti metodi bijoanalitiċi, jista' jingħata livell indikattiv espress f'BEQ għal kampjuni fil-medda ta' hidma u li jaqbeż il-limitu ta' rappurtar (ara l-punti 7.1.1 u 7.1.6).

### 7.1. Evalwazzjoni tar-rispons għat-test

#### 7.1.1. Rekwiżiti ġenerali

- Meta jiġu kkalkolati l-koncentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrizzjoni TCDD, il-valuri fil-limitu inferjuri u superjuri tal-kurva juru varjazzjoni kbira (koeffiċjent għoli ta' varjazzjoni (CV)). Il-medda ta' hidma hija l-erja fejn dan is-CV jkun iżgħar minn 15 %. Il-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma (il-limitu ta' rappurtar) għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta 'l fuq mill-proċedura inbjank. Il-limitu superjuri tal-medda ta' hidma normalment huwa rrappreżentat bil-valur  $EC_{70}$  (70 % tal-koncentrazzjoni effettiva massima), iżda huwa inferjuri jekk is-CV jkun oghla minn 15 % f'din il-medda. Il-medda ta' hidma għandha tiġi stabbilita waqt il-validazzjoni. Il-valuri ta' limitu (ara l-punt 7.3) għandhom ikunu sew fil-medda ta' hidma,
- Is-soluzzjonijiet standard u l-estratti tal-kampjun għandhom jiġu ttestjati għall-inqas b'mod duplikat. Meta jintużaw id-duplikati, soluzzjoni standard jew estratt ta' kontroll ittestjat f'minn 4 sa 6 kontenituri mqassma fuq il-platt għandu jipproduċi rispons jew koncentrazzjoni (possibbli biss fil-medda ta' hidma) msejsa fuq  $CV < 15\%$ .

#### 7.1.2. Il-kalibrizzjoni

##### 7.1.2.1. Kalibrizzjoni b'kurva standard

- Il-livelli fil-kampjuni għandhom jiġu kkalkolati permezz tat-tqabbil tar-rispons għat-test mal-kurva ta' kalibrizzjoni ta' TCDD (jew PCB 126 jew tahlita standard ta' PCDD/PCDF/PCB simili għad-diossini) biex jiġi kkalkulat il-livell BEQ fl-estratt u sussegwentament fil-kampjun,
- Il-kurvi ta' kalibrizzjoni għandhom jinkludu minn 8 sa 12-il koncentrazzjoni (għall-inqas f'duplikati), b'koncentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti t'isfel tal-kurva (il-medda ta' hidma). Għandha tingħata attenzjoni speċjali għall-kwalità tal-aġġustament tal-kurva fil-medda ta' hidma. Bħala tali, il-valur  $R^2$  għandu ftit jew l-ebda valur fl-istima tal-adegwatezza tal-aġġustament fir-rigressjoni nonlineari. Jista' jinkiseb aġġustament ahjar billi d-differenza bejn il-livelli kkalkolati u osservati fil-medda ta' hidma tal-kurva tiġi minimizzata, pereżempju billi s-somma ta' residwi kwadrata tiġi minimizzata,
- Il-livell smat fl-estratt tal-kampjun għandu sussegwentament jiġi kkoreġut għal-livell BEQ ikkalkulat għal kampjun inbjank ta' matrici/solvent (biex jagħti rendikont tal-impurità minn solventi u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkulat mil-livell BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili koġeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni). Biex issir korrezzjoni ta' rkupru, l-irkupru apparenti għandu jkun fil-medda meħtieġa (ara l-punt 7.1.4). Kampjuni ta' referenza użati għall-korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu konformi mar-rekwiżiti stipulati fil-punt 7.2.

### 7.1.2.2. Kalibrazzjoni bil-kampjuni ta' referenza

Minflok, kurva ta' kalibrazzjoni ppreparata minn tal-anqas erba' (4) kampjuni ta' referenza (ara l-punt 7.2.4: jistgħu jintużaw matriċi inbjank waħda, u tliet kampjuni ta' referenza f'0,5x, 1,0x u 2,0x il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni) biex b'hekk jitneħħa l-bżonn ta' korrezzjoni għall-inbjank u l-irkupru. F'dan il-każ, ir-rispons tat-test li jikkorrispondi ma' 2/3 tal-livell massimu (ara l-punt 7.3) jista' jiġi kkalkulat direttament minn dawn il-kampjuni u użat bhala valur ta' limitu. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqbz u l-livelli ta' azzjoni, bhala valur ta' limitu ikun adattat perċentwal xieraq ta' dawn il-limiti ta' azzjoni.

### 7.1.3. Determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini

L-estratti jistgħu jinqasmu fi frazzjonijiet li jkun fihom PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, li jippermettu indikazzjoni separata ta' livelli TEQ (f'BEQ) ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini. Għandha tintuża preferibbilment kurva ta' kalibrazzjoni standard tal-PCB 126 biex jiġu evalwati r-riżultati għall-frazzjoni li fiha l-PCB simili għad-diossini.

### 7.1.4. Irkupri apparenti tal-bijoassaġġi

L-irkupru apparenti tal-bijoassaġġi għandu jiġi kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' kongeneri rappreżentattivi madwar il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni u espressi bhala perċentwal tal-livell BEQ imqabbel mal-livell TEQ. Id-differenzi bejn il-fatturi tat-TEF (\*) u tar-REP għal PCB simili għad-diossini jistgħu joholqu rkupri apparenti baxxi għal PCB simili għad-diossini meta mqabbla ma' PCDD/PCDFs, skont it-tip ta' assaġġ u TEF użati. Għalhekk, jekk issir determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għandu jkun: għal PCB simili għad-diossini 20 % sa 60 %, għal PCDD/PCDFs 50 % sa 130 % (il-meded japplikaw għall-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD). Peress li l-kontribuzzjoni ta' PCB simili għad-diossini għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini tista' tvarja bejn il-matriċi u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għas-somma tal-PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini jirriflettu dawn il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % u 130 %. Kull implikazzjoni ta' revizjoni sostanzjali ta' valuri TEF għal-leġiżlazzjoni tal-Unjoni għall-PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini tehtieg ir-revizjoni ta' dawn il-meded.

### 7.1.5. Kontroll tal-irkupri għat-tindif

It-telf ta' komposti waqt it-tindif għandu jiġi ċċekkjat matul il-validazzjoni. Il-kampjun inbjank miżjud b'tahlita ta' kongeneri differenti għandu jiġi pprezentat għat-tindif (mill-inqas n = 3) u l-irkupru u l-varjabbiltà għandhom jiġu ċċekkjati permezz ta' metodu konfermatorju. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għal kongeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell TEQ f'diversi tahlitiet.

### 7.1.6. Limitu ta' Rappurtar

Meta jiġu rrappurtati l-livelli BEQ, għandu jiġi ddeterminat il-limitu ta' rappurtar minn kampjuni ta' matriċi rilevanti li jinvolvu profili ta' kongeneri tipiċi iżda mhux mill-kurva ta' kalibrazzjoni tal-istandards minhabba l-preċiżjoni baxxa fil-medda inferjuri tal-kurva. L-effetti tal-estrazzjoni u tat-tindif għandhom jiġu kkunsidrati. Il-limitu ta' rappurtar għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta 'l fuq mill-proċedura inbjank.

## 7.2. Użu ta' kampjuni ta' referenza

7.2.1. Il-kampjuni ta' referenza għandhom jirrapreżentaw matriċi ta' kampjun, profili ta' kongeneri u meded ta' koncentrazzjoni għal PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini madwar il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni.

7.2.2. Kull serje ta' testijiet għandha tinkludi matriċi inbjank, u fejn dan mhux possibbli, proċedura inbjank, u kampjun ta' referenza fil-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni. Dawn il-kampjuni għandhom jiġu estratti u ttestjati fl-istess hin taht kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri rispons elevat ċar imqabbel mal-kampjun inbjank, biex b'hekk ikun żgurat li t-test ikun adattat. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw għall-korrezzjonijiet tal-inbjank u tal-irkupru.

7.2.3. Il-kampjuni ta' referenza magħżulin biex issir korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu rappreżentattivi għat-test tal-kampjuni, li jfisser li l-profil tal-kongeneri ma jistgħux iwasslu għal sottovalutazzjoni tal-livelli.

7.2.4. Il-kampjuni żejda ta' referenza, eż. b'0,5x u 2x il-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni għandhom jiġu inkluzi sabiex juru r-rendiment korrett tat-test fil-medda ta' interess għall-kontroll tal-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni. Meta mpogġija flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex ikunu kkalkulati l-livelli BEQ fil-kampjuni għat-test (ara l-punt 7.1.2.2).

## 7.3. Determinazzjoni tal-valuri ta' limitu

Ir-relazzjoni bejn ir-riżultati bjoanalitiċi fil-BEQ u r-riżultati mill-metodu konfermatorju fit-TEQ għandha tiġi stabbilita, pereżempju permezz ta' esperimenti ta' kalibrazzjoni adattata għall-matrici, li jinvolvu kampjuni ta' referenza miżjuda b'0, 0,5x, 1x u 2x il-livell massimu (ML), b'6 ripetizzjonijiet fuq kull livell (n = 24). Jistgħu jiġu smati fatturi ta' korrezzjoni (inbjank u rkupru) minn din ir-relazzjoni imma dawn għandhom jiġu ċċekkjati skont il-punt 7.2.2.

Għandhom jiġu stabbiliti valuri ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar konformità ta' kampjuni ma' livelli massimi jew għall-kontroll ta' limiti ta' azzjoni, jekk rilevanti, mal-livelli massimi jew il-limitu ta' azzjoni rispettiv iffissat jew għall-PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini wahidhom jew inkella għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini. Dawn huma rrappreżentati mill-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bjoanalitiċi (ikkoreġuti għall-inbjank u għall-irkupru) u jikkorrispondu mal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju msejjes fuq livell ta' kunfidenza ta' 95 %, li jimplika rata ta' konformità falza ta' < 5 %, u fuq RSD<sub>R</sub> < 25 %. Il-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju huwa l-livell massimu, meta titqies l-inċertezza tal-kejl.

Il-valur ta' limitu (f'BEQ) jista' jiġi kkalkulat skont wiehed mill-approċċi stipulati fil-punti 7.3.1, 7.3.2 u 7.3.3 (ara l-Figura 1).

7.3.1. L-użu tal-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju:

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

fejn:

BEQ<sub>DL</sub> BEQ jikkorrispondi mal-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju, li huwa l-livell massimu u jinkludi l-inċertezza tal-kejl

S<sub>y,x</sub> devjazzjoni standard residwa

t<sub>α, f = m - 2</sub> Fattur student (α = 5 %, f = gradi ta' libertà, b'naħa wahda)

m numru totali ta' punti ta' kalibrazzjoni (indici j)

n numru ta' ripetizzjonijiet f'kull livell

x<sub>i</sub> Konċentrazzjoni fil-kampjun (f'TEQ) tal-punt ta' kalibrazzjoni i stabbilit minn metodu konfermatorju

$\bar{x}$  medja tal-konċentrazzjonijiet (f'TEQ) tal-kampjuni kollha ta' kalibrazzjoni

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_i - \bar{x})^2$  parametru globali kwadrat, i = indici għall-punt ta' kalibrazzjoni i

7.3.2. Il-kalkolu mir-riżultati bjoanalitiċi (kkoreġuti għall-irkupru u inbjank) ta' analiżi multipla tal-kampjuni (n > 6) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju, bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta fil-valur BEQ medju korrispondenti:

$$\text{Valur ta' limitu} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_{\text{R}}$$

fejn:

SD<sub>R</sub> devjazzjoni standard tar-riżultati tat-test bijoloġiku f'BEQ<sub>DL</sub>, imkejla f'kundizzjonijiet ta' riproducibilità fil-laboratorju

- 7.3.3. Il-kalkolu bhala valur medju tar-riżultati bjoanalitiċi (f'BEQ, ikkoreġuti għall-inbjank u l-irkupru) minn analiżi multipla tal-kampjuni ( $n > 6$ ) ikkontaminati f'2/3 tal-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni, imsejjes fuq l-osservazzjoni li dan il-livell se jkun madwar il-valur ta' limitu ddeterminat skont il-punt 7.3.1 jew il-punt 7.3.2:

Figura 1

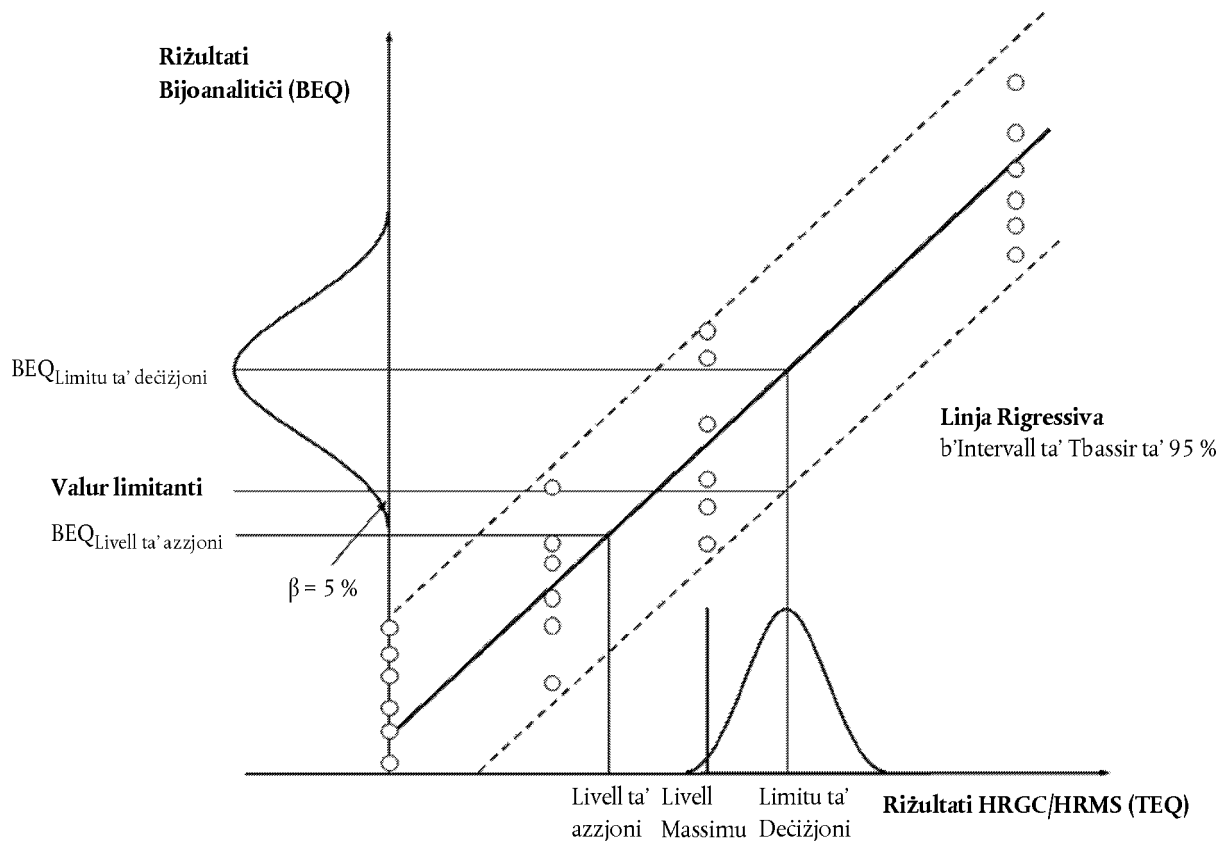


Figura 1 Il-kalkolu tal-valuri ta' limitu msejjes fuq livell ta' kunfidenza ta' 95 % li jimplika rata ta' konformità falza  $< 5 \%$ , u  $RSD_R < 25 \%$ :

1. mill-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previzzjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju,
2. mill-analiżi multipli tal-kampjuni ( $n > 6$ ) kontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni tal-metodu konfermatorju bhala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta (rappreżentat fil-figura bhala kurva forma ta' qanpiena) fil-valur medju BEQ korrispondenti.

#### 7.3.4. Restrizzjonijiet għall-valuri ta' limitu

Il-valuri ta' limitu msejsa fuq il-BEQ ikkalkolati minn  $RSD_R$  miksuba waqt il-validazzjoni bl-użu ta' numru limitat ta' kampjuni bi profili ta' kongeneri/matriċi differenti jistgħu jkunu oghla mil-livelli massimi jew limiti ta' azzjoni msejsa fuq it-TEQ minhabba preċiżjoni ahjar minn dik miksuba f'analizi ta' rutina fejn irid jiġi kkontrollat spettru mhux maghruf ta' profili ta' kongeneri potenzjali. F'dawn il-każijiet, il-valuri ta' limitu għandhom jiġu kkalcolati b' $RSD_R = 25 \%$ , jew preferibbilment, b'żewġ terzi tal-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni.

#### 7.4. Karatteristiċi tar-rendiment

- 7.4.1. Billi ma jista' jintuza l-ebda standard intern fil-metodi bjoanalitiċi, għandhom isiru testijiet fuq ir-ripetibilità tal-metodi bjoanalitiċi sabiex tinkiseb informazzjoni dwar id-devjazzjoni standard f'serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-ripetibilità għandha tkun inqas minn 20 %, u r-riproducibilità bejn laboratorju u iehor għandha tkun inqas minn 25 %. Dan għandu jkun imsejjes fuq il-livelli kkalcolati f'BEQ wara l-korrezzjoni tal-inbjank u l-irkupru.
- 7.4.2. Bhala parti mill-proċess ta' validazzjoni, it-test għandu juri distinzjoni bejn kampjun inbjank u livell fil-valur ta' limitu, kif ukoll jippermetti l-identifikazzjoni ta' kampjuni oghla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 7.1.2).
- 7.4.3. Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli inbjank.

- 7.4.4. Il-perċentwal tad-devjazzjoni standard fir-rispons jew fil-konċentrazzjoni kkalkolata mir-rispons (possibbli biss fil-medda ta' hidma) ta' determinazzjoni tripla ta' estratt tal-kampjun, ma ghandux ikun oghla minn 15 %.
- 7.4.5. Ir-riżultati mhux ikkoreġuti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQ (l-inbjank u l-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni) ghandhom jintużaw għall-evalwazzjoni tar-rendiment tal-metodu bijoanalitiku tul perjodu ta' żmien kostanti.
- 7.4.6. Tabelli għall-kontroll ta' kwalità għal proċeduri inbjank u kull tip ta' kampjun ta' referenza ghandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti, b'mod partikolari għall-proċeduri inbjank fir-rigward tad-differenza minima mitluba meta mqabbla mal-limitu inferjuri tal-medda ta' hidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproducibilità fil-laboratorju. Il-proċeduri inbjank ghandhom jiġu kkontrollati b'mod li meta jitnaqqsu jiġu evitati r-riżultati b'konformità falza.
- 7.4.7. Ir-riżultati tal-kampjuni suspettużi miksuba bl-analiżi tal-metodi konfermatorji u bejn 2 u 10 % tal-kampjuni konformi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matriċi) ghandhom jingabru u jintużaw biex issir evalwazzjoni tal-metodu ta' skrinjar u r-relazzjoni bejn il-BEQ u t-TEQ. Din il-bażi ta' dejta tista' tintuża għall-evalwazzjoni mill-ġdid tal-valuri ta' limitu applikabbli f'kampjuni ta' rutina għall-matriċi vvalidati.
- 7.4.8. Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' partecipazzjoni fil-provi interlaboratorji. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fil-provi interlaboratorji, li jkopru sa medda ta' konċentrazzjoni ta' eż. 2x il-livell massimu, jistgħu jiġu inklużi wkoll fl-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza, jekk laboratorju jkun jista' juri r-rendiment b'suċċess tiegħu. Il-kampjuni ghandhom ikopru l-profilu ta' kongeneri l-aktar frekwenti, li jirrap-prezentaw diversi sorsi.
- 7.4.9. Matul incidenti ta' kontaminazzjoni, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, filwaqt li jirriflettu l-matriċi u l-profilu ta' kongeneri ta' dan l-incident uniku.

## 8. Rappurtar tar-riżultati

### 8.1. Metodi konfermatorji

- 8.1.1. Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi ghandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali ta' PCDD/PCDF u ta' PCB simili għad-diossini u jiġu rrapportati bhala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż il-massimu tat-tagħrif fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.
- 8.1.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/PCDFs u l-PCB simili għad-diossini.
- 8.1.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali ghandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra l-medda msemmija fil-punt 6.2.5, f'każ li jinqabeż il-livell massimu (f'każ hekk, l-irkupri għal waħda miż żewġanalizi duplikati) u fuq talba f'każijiet oħra.
- 8.1.4. Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun ghandha tittiehed in konsiderazzjoni l-inċertezza tal-kejl, dan il-parametru għandu jkun disponibbli. Għaldaqstant, ir-riżultati analitiċi ghandhom jiġu rrapportati bhala  $x \pm U$  fejn  $x$  hija r-riżultat analitiku u  $U$  hija l-inċertezza tal-kejl estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' kunfidenza ta' madwar 95 %. Fil-każ ta' determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u ta' PCB simili għad-diossini, għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini ghandha tintuża s-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/PCDFs u tal-PCB simili għad-diossini.
- 8.1.5. Jekk tiġi kkunsidrata l-inċertezza tal-kejl permezz tal-applikazzjoni ta' CCa (kif deskritt fil-punt 2.2 tal-Kapitolu I ta' din il-parti B), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat.
- 8.1.6. Ir-riżultati ghandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikanti bhala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.

### 8.2. Metodi ta' skrinjar bijoanalitiċi

- 8.2.1. Ir-riżultat tal-iskrinjar għandu jkun espress bhala 'konformi' jew 'suspettat li mhux konformi' ('suspettat').
- 8.2.2. Barra minn hekk, jista' jingħata riżultat ta' PCDD/PCDF u/jew PCB simili għad-diossini espress f'BEQ, u mhux f'TEQ.
- 8.2.3. Kampjuni b'rispons taht il-limitu ta' rappurtar ghandhom ikunu espressi bhala 'taht il-limitu ta' rappurtar'.

- 8.2.4. Għal kull tip ta' matrici ta' kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell massimu jew il-limitu ta' azzjoni li fuqu tkun imsejsal-evalwazzjoni.
- 8.2.5. Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' test applikat, il-prinċipju bażiku tat-test u t-tip ta' kalibrazzjoni.
- 8.2.6. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/PCDFs u l-PCB simili għad-diossini.
- 8.2.7. F'każ ta' kampjuni suspettati li ma jkunux konformi, ir-rapport irid jinkludi nota dwar l-azzjoni li trid tittiehed. Huwa meħtieġ li l-konċentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli elevati tkun iddeterminata/ikkonfermata permezz ta' metodu konfermatorju.

## KAPITOLU III

**preparazzjoni tal-kampjun u rekwiżiti għall-metodi tal-analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' PCB li mhumiex simili għad-diossini (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180)**

**1. Kamp tal-applikazzjoni**

Dawn ir-rekwiżiti stipulati f'dan il-Kapitolu għandhom jiġu applikati meta l-għalf ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' poliklorobifenili mhux simili għad-diossini (PCB mhux simili għad-diossini) u għal skopijiet regolatorji oħra.

**2. Metodi ta' detezzjoni applikabbli**

Kromatografija b'fażi gassuża/Detezzjoni tal-Qabda tal-Elettron (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS/MS, GC-HRMS jew metodi ekwivalenti.

**3. Identifikazzjoni u konferma tal-analiżi ta' interess**

- 3.1. Hin ta' żamma relattiv b'rabta mal-istandards interni jew standards ta' referenza (devjazzjoni aċċettabbli ta' +/- 0,25 %).
- 3.2. Għandha tkun ikkonfermata s-separazzjoni permezz ta' kromatografija b'fażi gassuża tas-sitt PCB indikaturi kollha (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180) minn sustanzi li jinterferixxu, speċjalment PCB ta' koe-lużjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda tal-limiti legali u n-nonkonformità trid tiġi kkonfermata.

[Kongeneri li spiss jinstabu li jikkoelutaw huma pereżempju PCB 28/31, PCB 52/69 u PCB 138/163/164. Fil-każ ta' GC-MS għandhom jiġu kkunsidrati wkoll interferenzi potenzjali ta' frammenti ta' kongeneri aktar klorinati.]

**3.3. Rekwiżiti għal tekniki ta' GC-MS**

Monitoraġġ ta' mill-inqas:

- (a) żewġ joni speċifiċi għal HRMS;
- (b) żewġ joni speċifiċi ta' m/z > 200 jew tliet joni speċifiċi ta' m/z > 100 għal LRMS;
- (c) prekursor wieħed u żewġ joni tal-prodotti għall-MS-MS.

Il-massimu tat-tolleranzi permessi għall-proporzjonijiet ta' abbondanza għall-mases tal-frammenti magħżula:

Id-devjazzjoni relattiva tal-proporzjon ta' abbondanza tal-frammenti ta' massa magħżula minn abbondanza teoretika jew standard ta' kalibrazzjoni għall-jon fil-mira (il-jon mmonitorjat l-aktar abbundanti) tal-jon jew joni kwalifikaturi:

Intensità relattiva tal-jon jew joni kwalifikaturi meta mqabbla mal-jon fil-mira	GC-EI-MS (devjazzjoni relattiva)	GC-CI-MS, GC-MS <sup>n</sup> (devjazzjoni relattiva)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % sa 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % sa 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % <sup>(1)</sup>	± 50 % <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Numru suffiċjenti ta' frammenti ta' massa b'intensità relattiva > 10 % disponibbli, għalhekk mhux rakkomandabbli li tintuża/jintużaw jona/joni kwalifikanti b'intensità relattiva ta' anqas minn 10 % meta mqabbla mal-jon fil-mira.

### 3.4. *Rekwiżiti għal tekniki tal-GC-ECD*

Riżultati li jaqbu t-tolleranza għandhom jiġu kkonfermati ma' żewġ kolonni tal-GC f'fażijiet stazzjonarji ta' polarità differenti.

### 4. **Dimostrazzjoni tar-rendiment tal-metodu**

Ir-rendiment tal-metodu għandu jiġi vvalidat fil-medda tal-livell massimu (0,5 sa darbtejn il-livell massimu) b'koef- fiċjent ta' varjazzjoni aċċettabbli għal analiżi ripetuta (ara r-rekwiżiti għall-precizjoni intermedjarja fil-punt 9).

### 5. **Limitu ta' kwantifikazzjoni**

Il-valuri inbjank ma għandhomx ikunu oghla minn 30 % tal-livell ta' kontaminazzjoni li jikkorrispondi mal-livell massimu <sup>(10)</sup>\*.

### 6. **Kontroll tal-kwalità**

Kontrolli regolari inbjank, analiżi ta' kampjuni miżjuda, kampjuni ta' kontroll ta' kwalita, parteċipazzjoni fi studji interlaboratorji dwar matriċi rilevanti.

### 7. **Kontroll tal-irkupri**

7.1. Għandhom jintużaw standards interni adattati bi proprjetajiet fiżikokimiċi li jikkomparaw ma' analiti ta' interess.

7.2. Iż-żieda ta' standards interni:

Adeżjoni ta' prodotti (qabel il-proċess ta' estrazzjoni u tindif).

7.3. Ir-rekwiżiti għall-metodi bl-użu tal-kongeneri tas-sitt PCB indikaturi kollha ttikkettati b'isotopu:

(a) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni;

(b) l-irkupri ta' standards interni b'tikketta isotopu għandhom ikunu bejn 50 u 120 %;

(c) irkupri anqas jew aktar għal kongeneri individwali b'kontribuzzjoni għas-somma tas-sitt PCB indikaturi taht 1-10 % huma aċċettabbli.

7.4. Ir-rekwiżiti għall-metodi fejn ma jintużawx is-sitt standards interni kollha ttikkettati b'isotopu jew standards interni oħra:

(a) l-irkupru ta' standard(s) intern(i) għandu jiġi kkontrollat għal kull kampjun;

(b) l-irkupri ta' standard(s) intern(i) għandhom ikunu bejn 60 u 120 %;

(c) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni.

7.5. L-irkupri tal-kongeneri mhux ittikkettati għandhom jiġu ċċekkati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'koncentrazzjonijiet fil-medda tal-livell massimu. L-irkupri ta' dawn il-kongeneri għandhom ikunu kkunsidrati aċċettabbli, jekk huma bejn is-70 u l-120 %.

### 8. **Rekwiżiti għal-laboratorji:**

B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida ISO 58 biex jiżgura li dawn qeghdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025.

### 9. **Karatteristiċi tar-rendiment: kriterji għas-somma tas-sitt PCB indikaturi fil-livell massimu**

Eżattezza	- 30 sa + 30 %
Precizjoni intermedjarja (RSD%)	≤ 20 %
Differenza bejn il-kalkolu tal-livell superjuri u dak inferjuri	≤ 20 %



## 10. Rappurtar tar-riżultati

- 10.1. Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-kongeneri individwali tal-PCB u jiġu rrapportati bħala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż il-massimu tat-tagħrif fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.
- 10.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCB u l-lipidi.
- 10.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkun barra mill-medda msemmija fil-punt 7, f'każ li jinqabeż il-livell massimu u fuq talba f'każijiet oħra.
- 10.4. Billi għandha titqies l-inċertezza tal-kejl meta tittiehed deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun, dan il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għaldaqstant, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrapportati bħala  $x \pm$  U fejn  $x$  hija r-riżultat analitiku u U hija l-inċertezza tal-kejl estiża bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.
- 10.5. Jekk tiġi kkunsidrata l-inċertezza tal-kejl permezz tal-applikazzjoni ta' CCα (kif deskritt fil-punt 2.1 tal-Kapitolu I), dan il-parametru għandu jiġi rrapportat.
- 10.6. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikattivi bħala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.

(<sup>1</sup>)\* Tabella tat-TEF (= fatturi ta' ekwivalenza tossika) għal diossini, furani u PCB simili għad-diossini:

It-TEFs tad-WHO għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bnedmin imsejsa fuq il-konklużjonijiet tal-laqgħa ta' esperti tal-Programm Internazzjonali dwar is-Sigurtà tas-Sustanzi Kimiċi (IPCS) tal-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa — (WHO), li saret f'Ġinevra f'Ġunju 2005 (Martin van den Berg et al., The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. Toxicological Sciences 93(2), 223–241 (2006)).

Kongeneru	Valur TEF	Kongeneru	Valur TEF
<b>Dibenzo-p-diossini ('PCDDs') u Dibenzo-p-furani ('PCDFs')</b>		<b>PCB 'simili għad-diossini' PCB mhux orto + PCB Monoorto</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<b>PCB mhux orto</b>	
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		
		<b>PCB monoorto</b>	
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		

Taqisriet użati: 'T' = tetra; 'Pe' = penta; 'Hx' = eża; 'Hp' = epta; 'O' = okta; 'CDD' = klorodibenžodiossin; 'CDF' = klorodibenžofuran; 'CB' = klorobifenil.

- (<sup>2</sup>)\* Id-Deċiżjoni 2002/657/KE tal-Kummissjoni tal-14 ta' Awwissu 2002 li jimplementa d-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE rigward il-hidma ta' metodi analitiċi u l-interpretazzjoni tar-riżultati (GU L 221, 17.8.2002, p. 8).
- (<sup>3</sup>)\* Il-kunċett tal-'livell superjuri' (upperbound) jehtieg l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-'livell inferjuri' (lower-bound) jehtieg l-użu ta' żero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-'livell medju' (mediumbound) jehtieg l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni meta tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat.
- (<sup>4</sup>)\* B'mod ġenerali, japplikaw ir-rekwiżiti għal analiżi duplikata kif previst fl-Anness II, Kapitolu C punt 3. Madankollu, fil-każ tal-metodi konfermatorji bl-użu ta' standard intern bit-tikketta <sup>13</sup>C għall-analiti rilevanti, tkun mehtieġa analiżi duplikata jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni li tapplika t-tali metodi konfermatorji ma jkunx konformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata jew xi tahwida aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell misjub ikun konsiderevolment oghla mil-livell massimu.
- (<sup>5</sup>)\* Il-kunċett tal-'livell superjuri' jehtieg li jintuża l-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat għall-Ekwivalent ta' Tossicità (TEQ). Il-kunċett tal-'livell inferjuri' jehtieg l-użu taż-żero għall-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat għat-TEQ. Il-kunċett ta' 'limitu medju' jehtieg l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni billi tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull kongeneru mhux kwantifikat għat-TEQ.
- (<sup>6</sup>)\* B'mod ġenerali, japplikaw ir-rekwiżiti għal analiżi duplikata kif previst fl-Anness II, Kapitolu C punt 3. Madankollu, fil-każ tal-metodi konfermatorji bl-użu ta' standard intern bit-tikketta <sup>13</sup>C għall-analiti rilevanti, tkun mehtieġa analiżi duplikata jekk ir-riżultat tal-ewwel determinazzjoni li tapplika t-tali metodi konfermatorji ma jkunx konformi. L-analiżi duplikata hija neċessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' kontaminazzjoni kroċjata jew xi tahwida aċċidentali tal-kampjuni. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' incident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analizi duplikata tista' tiġi eliminata f'każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma konnessi, permezz tat-traċċabbiltà, mal-incident ta' kontaminazzjoni u l-livell misjub ikun konsiderevolment oghla mil-livell massimu.
- (<sup>7</sup>)\* Spjegazzjoni identika u r-rekwiżiti għall-analiżi tal-kontroll duplikata tal-limiti ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota ta' qiegħ il-paġna (5)(\*) għal-livelli massimi.
- (<sup>8</sup>)\* Il-metodi b'joanalitiċi mhumiex speċifiċi għal dawk il-kongeneri inklużi fl-iskema TEF. Komposti oħra attivi fl-AhR marbuta strutturalment jistgħu jkunu preżenti fl-estratt ta' kampjun li jikkontribwixxi għal rispons ġenerali. Għaldaqstant, ir-riżultati b'joanalitiċi ma jistgħu ikunu stima iżda pjuttost indikazzjoni tal-livell TEQ fil-kampjun.
- (<sup>9</sup>)\* Ir-rekwiżiti attwali huma msejsa fuq it-TEFs ippubblikati fi: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).
- (<sup>10</sup>)\* Hu rakkomandat ferm li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tal-livell inbjank tar-reagent għal-livell ta' kontaminant f'kampjun. Il-laboratorju huwa responsabbli għall-kontroll tal-varjazzjoni tal-livelli inbjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli inbjank huma mnaqqsa.”
-