Този документ е средство за документиране и не обвързва институциите

►**B** **ДИРЕКТИВА 2002/70/ЕО НА КОМИСИЯТА**

от 26 юли 2002 година

за установяване на изисквания за определянето на нива на диоксини и диоксиноподобни PCB в храни за животни

(текст от значение за ЕИП)

(ОВ L 209, 6.8.2002 г., стр. 15)

Изменена с

		Официален вестник		
		№	страница	дата
►**M1**	Директива 2005/7/ЕО на Комисията от 27 януари 2005 година	L 27	41	29.1.2005

▼B

ДИРЕКТИВА 2002/70/ЕО НА КОМИСИЯТА

от 26 юли 2002 година

за установяване на изисквания за определянето на нива на диоксини и диоксиноподобни PCB в храни за животни

(текст от значение за ЕИП)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Директива 70/373/ЕИО на Съвета от 20 юли 1970 г. относно въвеждането на общностни методи за вземане на проби и анализ за целите на официалния контрол на храните за животни ([1]), последно изменена с Акта за присъединяване на Австрия, Финландия и Швеция, и по-специално член 2 от нея,

като има предвид, че:

(1) Директива 1999/29/ЕО на Съвета от 22 април 1999 г. относно нежеланите вещества и продукти при храненето на животни ([2]), последно изменена с Директива 2001/102/ЕО ([3]), определя максимално допустими нива за диоксини и фурани в различни фуражни суровини и храни за животни.

(2) Необходимо е да се установят изисквания, на които да отговаря методът за анализ, за да се гарантира използването от лабораториите на методи за анализ със сравними нива на резултатност.

(3) Разпоредбите за вземане на проби и методите за анализ са съставени въз основа на настоящото ниво на познание и могат да бъдат адаптирани към научно-техническия напредък.

(4) Разпоредбите, установени в настоящата директива, се отнасят само до анализа на диоксини и диоксиноподобни PCB за изпълнението на Директива 2001/102/ЕО относно изменение на Директива 1999/29/ЕО относно нежеланите вещества и продукти при храненето на животни.

(5) За да се получат подробни и надеждни данни за присъствието на диоксиноподобни PCB във фуражните суровини и храни за животни, следва да се прилага активен подход. Ето защо следва да се установят изисквания към използваните аналитични методи за определяне на диоксиноподобни PCB във фуражните суровини и храни за животни.

(6) Аналитичен метод с доказана, широко приета валидност и висока производителност може да се използва за подбор на проби със значително съдържание на диоксини. Съдържанието на диоксини в тези проби следва да се определи с потвърдителен метод за анализ. Следователно е уместно определянето на изисквания за потвърдителните методи за анализ и за аналитичния метод.

(7) Мерките, предвидени в настоящата директива, са в съответствие със становището на Постоянния комитет по хранителната верига и здравето на животните,

([1]) ОВ L 170, 3.8.1970 г., стр. 2.
([2]) ОВ L 115, 4.5.1999 г., стр. 32.
([3]) ОВ L 6, 10.1.2002 г., стр. 45.

▼B

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки осигуряват вземането на проби за официалния контрол на съдържанието на диоксини и фурани и определянето на нивата на диоксиноподобни PCB в храни за животни да се извършва съгласно методите, описани в приложение I.

Член 2

Държавите-членки осигуряват подготовката на проби и използваните методи за анализи за официален контрол на нивата на диоксини и фурани и определянето на нивата на диоксиноподобни PCB във фуражните суровини да отговаря на критериите, описани в приложение II.

Член 3

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконовите и административните разпоредби, необходими, за да се съобразят с настоящата директива, най-късно до 28 февруари 2003 г. Те незабавно информират Комисията за това.

Когато държавите-членки приемат тези разпоредби, в тях се съдържа позоваване на настоящата директива или то се извършва при официалното им публикуване. Условията и редът на позоваване се определят от държавите-членки.

Член 4

Настоящата директива влиза в сила на двадесетия ден след публикуването ѝ в *Официален вестник на Европейските общности*.

Член 5

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

▼B

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ОФИЦИАЛЕН КОНТРОЛ НА НИВАТА НА ДИОКСИНИ (PCDD/PCDF) И ОПРЕДЕЛЯНЕТО НА ДИОКСИНОПОДОБНИ PCB В НЯКОИ ФУРАЖИ

▼M1

1. **Цел и област на приложение**

Пробите, предназначени за целите на официалния контрол на нивата на съдържание на диоксини (PCDD/PCDF), както и за определяне съдържанието на диоксиноподобни PCB ([1]) в храни за животни, се вземат в съответствие с разпоредбите на Директива 76/371/ЕИО. Следва да бъдат приложени количествените изисквания, които се отнасят до контрола на веществата или продуктите, разпределени равномерно в храните за животни, както са предвидени в точка 5.A от приложението към Директива 76/371/ЕИО. Така получените цялостни проби се приемат за представителни за партидите и подпартидите, от които са взети. Максимално допустимото съдържание, както е определено в Директива 2002/32/ЕО на Европейския парламент и на Съвета ([2]), се установява въз основа на съдържанието, определено при анализа на лабораторните проби.

2. **Съответствие на партидата или подпартидата със спецификациите**

Партидата се приема, ако резултатът от един единствен анализ не превишава съответното допустимо максимално съдържание, определено в Директива 2002/32/ЕО, като се взима предвид и евентуалната грешка при измерване.

([1]) Таблица на диоксиноподобните PCBs

Конгенер	Стойност на факторите за токсична еквивалентност TEF
Дибензо-р-диоксини **(„PCDDs“)**	
2,3,7,8-TCDD	1
1,2,3,7,8-PeCDD	1
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01
OCDD	0,0001
Дибензофурани **(„PCDFs“)**	
2,3,7,8 - TCDF	0,1
1,2,3,7,8 - PeCDF	0,05
2,3,4,7,8 - PeCDF	0,5
1,2,3,4,7,8 - HxCDF	0,1
1,2,3,6,7,8 - HxCDF	0,1
1,2,3,7,8,9 - HxCDF	0,1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
OCDF	0,0001
„Диоксиноподобни“ PCBs: **Не-орто PCBs + Моно-орто PCBs**	
Не-орто PCBs	
PCB 77	0,0001
PCB 81	0,0001
PCB 126	0,1
PCB 169	0,01
Моно-орто PCBs	
PCB 105	0,0001
PCB 114	0,0005
PCB 118	0,0001
PCB 123	0,0001
PCB 156	0,0005
PCB 157	0,0005
PCB 167	0,00001
PCB 189	0,0001

Използвани съкращения: T = тетра; Pe = пента; Hx = хекса; Hp = хепта; O = окта; CDD = хлородибензодиоксин; CDF = хлородибензофуран; CB = хлоробифенил.

([2]) ОВ L 140, 30.5.2002 г., стр. 10.

▼**M1**

Партидата не съответства на максималното допустимо съдържание, определено в Директива 2002/32/ЕО, ако аналитичният резултат, потвърден от повторен анализ и изчислен като средно аритметично от поне две отделни изпитвания, превишава почти сигурно максималното съдържание, като се взима предвид и евентуалната грешка при измерване.

Грешката при измерване може да се вземе предвид по един от следните начини:

— като се изчисли с помощта на коефициент на покритие 2, който дава ниво на доверие около 95 %;

— като се определи границата на определяне (CCα) в съответствие с разпоредбите на Решение 2002/657/ЕО на Комисията [1] (точка 3.1.2.5 от приложението — в случай на вещества, за които е определена разрешена граница).

Така определените правила на тълкуване са приложими за резултатите от анализа на пробите, предназначени за целите на официалния контрол. Те не се отразяват върху правото на държавите-членки да прилагат свои национални правила в случай на анализ за целите на отбраната или арбитража в съответствие с член 18 от Директива 95/53 [2].

[1] ОВ L 221, 17.8.2002 г., стр. 8.
[2] ОВ L 265, 8.11.1995 г., стр. 17.

▼B

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ И ИЗИСКВАНИЯ КЪМ МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАНИ ПРИ ОФИЦИАЛЕН КОНТРОЛ НА НИВАТА НА ДИОКСИНИ (PCDD/PCDF) И ОПРЕДЕЛЯНЕТО НА ДИОКСИНОПОДОБНИ PCB В НЯКОИ ФУРАЖИ

1. **Цел и приложно поле**

Настоящите изисквания следва да се прилагат, когато хранителни вещества и храни се анализират за определяне на диоксини (полихлорирани дибензо-р-диоксини (PCDD) и полихлорирани дибензофурани (PCDF)) и диоксиноподобни бифенили (PCBs).

Контролът за присъствие на диоксини в храни за животни може да се извърши с помощта на стратегия, която включва аналитичен метод за подбор на онези проби с нива на диоксини и диоксиноподобни PCBs, които са по-малки с 30 % до 40 % под или над представляващото интерес ниво. Концентрацията на диоксини в такива проби със значителни нива трябва да се определи/потвърди с потвърдителен метод.

Аналитичните методи са методи, които се използват, за да се установи наличието на диоксини и диоксиноподобни PCBs на представляващо интерес ниво. Тези методи имат капацитет за висока производителност на проби и се използват за пресяване на голям брой потенциално положителни проби. Те са специфично планирани, така че да се избегнат грешни отрицателни резултати.

Потвърдителните методи са методи, които дават пълна или допълваща информация, която помага за идентифицирането и недвусмисленото количествено определяне на представляващото интерес ниво на диоксини и диоксиноподобни PCB.

2. **Контекст**

Тъй като екологичните и биологичните проби (включително проби от хранителен материал/храни за животни) съдържат като цяло сложни смеси от различни видове диоксини, за да се улесни оценката на риска, е създадено понятието фактори на еквивалентна токсичност (TEF). Тези TEF са създадени, за да показват концентрациите на смеси от 2,3,7,8-заместени PCDD и PCDF, и отскоро, някои неорто и моноорто хлор заместени PCB, които притежават диоксиноподобна активност в еквиваленти на токсичност (TEQ) на 2,3,7,8-TCDD (виж приложение I, бележка под линия 1).

Концентрациите на индивидуалните вещества в дадена проба се умножават по съответния им TEF и след това се сумират, за да дадат общата концентрация на диоксиноподобни съединения, изразена в TEQ.

Понятието „горна граница на нивото“ изисква използване на граница на количествено определяне на приноса на всеки неопределен количествено вид към TEQ.

Понятието „долна граница на нивото“ изисква използване на нула за приноса на всеки неопределен количествено вид към TEQ.

Понятието „средно ниво“ изисква използване на половината от границата на количествено определяне, изчисляваща приноса на всеки неопределен количествено вид към TEQ.

▼M1

Единствено за целите на настоящата директива приетата специфична граница за количествено определяне на отделен конгенер е концентрацията на анализираното вещество в екстракт от пробата, която показва резултатите, отчетени от техническото средство за изпитване за два различни йона при съотношение S/N (сигнал/шум) от 3:1 за ниско чувствителен сигнал и отговаря на основните изисквания, като например време на задържане, изотопно съотношение съгласно процедурата за определяне, описана в метод EPA 1613, ревизия B.

▼B

3. **Изисквания за осигуряване на качествено изготвяне на проби**

Общите разпоредби за приготвяне на проби за анализ, както са посочени в приложението към Директива 81/680/ЕИО от 30 юли 1981 г. за изменение на Директиви 71/250/ЕИО, 71/393/ЕИО,

▼B

72/199/ЕИО, 73/46/ЕИО, 74/203/ЕИО, 75/84/ЕИО, 76/372/ЕИО и 78/633/ЕИО относно установяване на общностни методи за анализ за официален контрол на храните за животни ([1]), са приложими.

В допълнение следва да се спазват следните изисквания:

— пробите трябва да се съхраняват и транспортират в стъклени, алуминиеви, полипропиленови или полиетиленови контейнери. От контейнера за проба следва да се отстранят следите от хартиен прах. Стъклените съдове трябва да се изплакват с разтворители, предварително проверени за наличие на диоксини,

— извършване на анализ на празна проба, като се провежда цялата аналитична процедура без присъствие на пробата,

— теглото на пробата, използвана за екстракция, трябва да е достатъчно, за да отговаря на изискванията по отношение на чувствителността.

4. **Изисквания за лаборатории**

— Лабораториите следва да демонстрират резултатността на метода на интервала на нивото на интерес, например 0,5 ×, 1 × и 2 ×, представляващи нива на интерес с допустим коефициент на вариране за повторен анализ. За подробности по критериите за допустимост, виж точка 5.

— Границата за количествено определяне за потвърдителния метод следва да бъде в интервала около една пета от представляващото интерес ниво, за да има гаранция, че допустимите коефициенти на вариране попадат в обхвата на представляващото интерес ниво.

— Редовни празни контроли и експерименти с внесена добавка или анализ на контролни проби (за предпочитане сертифициран стандартен материал) се провеждат като вътрешни мерки за контрол на качеството.

— Успешно участие в междулабораторни изследвания за преценка на квалификацията на лабораторията е най-добрият начин за доказване на компетентността при специфичните анализи. Обаче успешното участие в междулабораторни изследвания, например на проби от почви или канални води, не доказва обезателно компетентност и в областта на пробите от храни и храни за животни, в които има по-ниски нива на замърсяване. Следователно непрекъснатото участие в междулабораторни изследвания за определяне на диоксини и диоксиноподобни PCB в мострите от храни за животни/храни е задължително.

— Лабораториите следва да се акредитират от признат орган, действащ съгласно ISO Guide 58, за да има гаранция за качеството на прилаганите анализи. Лабораториите следва да се акредитират съгласно стандарта ISO/IEC/17025:1999.

5. **Изисквания към процедурите за анализ на диоксини и диоксиноподобни PCB**

Основни изисквания за приемане на аналитични процедури:

— *Висока чувствителност и ниски долни граници на откриване*. За PCDD и PCDF откриваемите количества трябва да бъдат в интервала на пикограмовите TEQ (10^{-12} g) поради изключителната токсичност на някои от тези съединения. Известно е, че PCB се срещат в по-високи концентрации, отколкото PCDD и PCDF. За повечето PCB видове е достатъчна чувствителност в нанограмовия интервал (10^{-9} g). Обаче за измерване на по-токсични диоксиноподобни PCB видове (по-специално за неорто заместени видове) е необходима същата чувствителност, както за PCDD и PCDF.

— *Висока селективност (специфичност)*. Необходимо е разграничаване на PCDD, PCDF и диоксиноподобните PCB от множеството други извлечени чрез екстракцията и възможно пречещи съединения, присъстващи в концентрации, които са с няколко порядъка по-високи от тези на анализираните, представляващи интерес съединения. За методите газова хроматография/масспектроскопия (GC/MS) е необходимо диференциране между различните видове, като такова между токсичните (например седемнадесет

([1]) ОВ L 246, 29.8.1981 г., стр. 32.

▼B

2,3,7,8-заместени PCDD и PCDF и диоксиноподобните PCB) и другите видове. Биоанализите трябва да са в състояние да определят селективно TEQ стойностите като сума от PCDD, PCDF и диоксиноподобните PCB.

— *Висока точност (истинност и прецизност)*. Определянето трябва да даде валидна и достоверна оценка за действителната концентрация в пробата. Високата точност (точност на измерването: близка стойност на резултата от измерването до истинската или очакваната стойност от измерването) е необходима, за да се избегне отхвърляне на резултата от анализа на пробата поради ниска достоверност на оценката на TEQ. Точността се изразява като достоверност (разлика между средната измерена стойност за анализираното вещество в сертифициран материал и неговата сертифицирана стойност, изразена в процент от тази стойност) и прецизност (прецизността обикновено се изчислява като стандартно отклонение, включващо повторимостта и възпроизводимостта, и показва близостта между резултатите, получени чрез прилагане на експерименталната процедура няколко пъти при предписаните условия).

Скрийнинг методите могат да включват биоанализи и GC/MS методи; потвърдителни методи са газова хроматография с висока разделителна способност/масспектрометрия с висока разделителна способност (HRGC/HRMS). По отношение на общата TEQ стойност следва да се спазват следните критерии:

	Аналитични методи	Потвърдителни методи
Грешна отрицателна част	< 1 %	
Достоверност		от – 20 % до + 20 %
CV	< 30 %	< 15 %

6. **Спазване на специфични изисквания за GC/MS методите с цел скрийнинг и контрол**

— Прибавянето на ^{13}C-белязани 2,3,7,8-хлор заместени PCDD/F вътрешни стандарти (и ^{13}C-белязани 2,3,7,8-хлор заместени диоксиноподобни PCB вътрешни стандарти, ако трябва да се определят диоксиноподобни PCB) трябва да се извърши в самото начало на аналитичния метод, например преди екстракцията, с цел да се валидира аналитичната методика. Трябва да се добави най-малко един вид (хомоложен член) от тетра- до октахлор заместните хомоложни групи за PCDD/F (най-малко един вид (хомоложен член) от хомоложни групи за диоксиноподобните PCB), (съответно най-малко един вид за всяка избрана йонозаписваща функция при масспектрометрията за наблюдаване на PCDD/F и диоксиноподобни PCB). Силно предпочетено е, особено в случаите на потвърдителни методи, използването на всички 17 ^{13}C-белязани 2,3,7,8-заместени вътрешни стандарти за PCDD/F и всички 12 ^{13}C-белязани вътрешни стандарти за диоксиноподобни PCB (ако трябва да се определят диоксиноподобни PCB).

Чрез използване на подходящи калибровъчни разтвори трябва да се определят относителните фактори на отклика за онези хомоложни членове, за които не е добавен ^{13}C-белязан аналог.

— За храни за животни от растителен произход и за храни за животни от животински произход, съдържащи под 10 % мазнини, е задължително добавянето на вътрешен стандарт преди екстракцията. За храни за животни от животински произход, съдържащи над 10 % мазнини, вътрешните стандарти може да се добавят или преди екстракцията, или след екстракцията на мазнини. Трябва да се извърши подходяща проверка на ефективността на екстракцията в зависимост от това на кой етап са въведени вътрешните стандарти и в зависимост от това дали резултатите са изразени на база продукт, или на база мазнина.

— Преди GC/MS анализа трябва да се прибави/ят един или два възстановим/и (заместващ/и стандарт/и.

▼B

— Необходим е контрол на регенерирането. За потвърдителни методи регенерирането на индивидуалните вътрешни стандарти трябва да бъде в интервала от 60 % до 120 %. По-ниска или по-висока степен на регенериране за индивидуалните хомоложни членове, по-специално за някои хепта- и октахлорирани дибензодиоксини и дибензофурани, са допустими, при условие че техният принос към TEQ стойността не надхвърля 10 % от общата TEQ стойност (на базата само на PCDD/F). За скрийнинг методите регенерирането трябва да бъде в интервала от 30 % до 140 %.

— Отделянето на диоксините от пречещи хлорирани съединения като PCB и хлорирани дифенилни естери трябва да се извърши с подходящи хроматографски техники (за предпочитане в колони с флоризил, алуминиев оксид и/или въглен).

— Необходимо е достатъчно добро газхроматографско разделяне на изомерите (< 25 % от пик до пик между 1,2,3,4,7,8-HxCDF и 1,2,3,6,7,8-HxCDF)

— Определянето трябва да се извърши съгласно EPA Метод 1613 поправка B: тетра- до октахлорирани диоксини и фурани чрез HRGC/HRMS с изотопно разреждане или друг метод със същите критерии на изпълнение.

— Разликата между горната и долната граница на нивото не трябва да надхвърля 20 % за хранителните вещества със замърсяване от диоксин в интервала на или над максималното ниво. За храни за животни с нива на замърсяване доста под максималното ниво разликата може да варира в интервал от 25 % до 40 %.

7. **Скрийнинг методи за анализ**

7.1. *Въведение*

При използване на аналитичен метод могат се изпълнят различни аналитични подходи: чист аналитичен подход и количествен подход.

Аналитичен подход

Сигналът на пробите се сравнява с този на стандартната проба с представляващо интерес ниво. Пробите със сигнал, по-малък от този на стандартната проба, се обявяват за отрицателни, а тези с по-висок сигнал от този на стандартната проба се предполага, че са положителни. Изисквания:

— във всяка серия от анализи трябва да се включи празна и стандартна/и проба/и, които се екстрахират и анализират по едно и също време при еднакви условия. Стандартната проба трябва да показва ясно увеличен отклик в сравнение с празната,

— трябва да се включат допълнителни стандартни проби с 0,5 × и 2 ×, представляващи интерес нива, за да се покаже, че анализът е подходящ за определяния интервал от концентрации с цел контрол на търсеното ниво на интерес,

— когато се анализират други матрици трябва да се покаже пригодността на стандартната/ите проба/и, за предпочитане чрез включване на проби, за които HRGC/HRMS са показали, че съдържат TEQ, близък до този на сравнителната проба или също на празна проба с това ниво,

— тъй като в биоанализите не могат да се използват вътрешни стандарти, е много важно да се правят анализи за повторяемост, с цел да се получи информация за стандартното отклонение за дадена серия от анализи. Коефициентът на вариране трябва да бъде под 30 %,

— за биоанализи трябва да се дефинират целевите съединения, възможните отклонения и максималните допустими концентрации на празната проба.

Количествен подход

Количественият подход изисква използване на стандартни серии на разреждане, двойно или тройно пречистване и измерване, както и контроли с празна проба и регенерирана проба. Резултатът може да се изрази като TEQ, при което се приема, че съединенията, отговарящи за сигнала, съответстват на TEQ на първоизточника. Това може да се постигне чрез използване на TCDD (или стандартна смес от диок-

▼B

син/фуран) за получаване на калибровъчна крива за изчисляване на TEQ нивото в екстракта и оттам в пробата. След това то се коригира за TEQ ниво, изчислено за празната проба (да се вземат предвид онечистванията от използваните разтворители и химикали), и регенерираната проба (изчислено от TEQ нивото на проба за контрол на качеството около граничното представляващо интерес ниво). Важно е да се отбележи, че част от явните загуби при регенериране могат да се дължат на ефекти на матрицата и/или разлики между TEF стойностите от биоанализите и официалните TEF стойности, дадени от СЗО.

7.2. *Изисквания към аналитичните методи*

— GC/MS методите за анализ и биоанализите могат да се използват за скрийнинг. За GC/MS методите се прилагат изискванията, посочени в точка 6. За биоанализите на клетъчна основа се прилагат специфични изисквания, посочени в точка 7.3, а за биоанализ на основа на китове — в точка 7.4.

— Необходима е информация за броя на грешните положителни и грешните отрицателни резултати на голяма серия проби под и над максималното ниво на концентрация или ниво на действие, сравнени с TEQ нивото, определено с потвърдителния метод на анализ. Действителните грешни отрицателни резултати трябва да бъдат под 1 %. Процентът на грешните положителни резултати трябва да бъде достатъчно нисък, за да бъде полезно използването на аналитичния метод.

— Положителните резултати трябва винаги да се потвърждават с контролен метод на анализ (HRGC/HRMS). Освен това проби с широк интервал на TEQ трябва да бъдат потвърдени чрез HRGC/HRMS (приблизително 2 %—10 % от отрицателните проби). Трябва да има информация за съответствието между биоанализа и резултата от HRGC/HRMS.

7.3. *Специфични изисквания към биоанализи на клетъчна основа*

— При провеждане на биоанализ всеки тест изисква поредица от стандартни концентрации на TCDD или смес от диоксин/фуран (пълна крива доза/отговор с $R^2 > 0,95$). Въпреки това при скрийнинга се използва разширена крива за ниски концентрации за анализ на проби с ниско ниво.

— През постоянен период от време трябва да се използва TCDD стандартна концентрация (около три пъти границата на количественото определяне) за контрол на качеството на резултатите от биоанализа. Алтернативна възможност е използването на относителния отговор на стандартна проба, сравнен с TCDD калибрационната права, тъй като отговорът на клетките може да зависи от много фактори.

— Схемата на контрол на качеството (QC) за всеки тип стандартен материал трябва да се записва и проверява, за да има сигурност, че резултатът съответства на посочените указания.

— Особено за количествените изчисления въвеждането на разреждането на пробата трябва да бъде в линейната част на кривата на отговора. Проби над линейната част на кривата на отговора трябва да бъдат разредени и тествани отново. Следователно се препоръчва тестването на най-малко три или повече разреждания по едно и също време.

— Процентното стандартно отклонение не трябва да бъде повече от 15 % при трикратно определяне за всяко разреждане на пробата и не повече от 30 % между три независими експеримента.

— Границата на откриване се определя като три пъти стандартното отклонение на празната проба на разтворителя или отговора на фона. Друг подход е прилагането на отговор, който е над фона (въвеждащ фактор пет пъти празната проба на разтворителя), изчислен от калибрационната крива на деня. Границата

▼B

на определяне може да бъде дадена като пет до шест пъти стандартното отклонение на празната проба на разтворителя или фоновия отговор или да се използва отговорът, който е видимо над фона (въвеждащ фактор 10 пъти празната проба на разтворителя), изчислен от калибрационната крива на деня.

7.4. *Специфични изисквания към биоанализи на китова основа* [1]

— Трябва да се съблюдават инструкциите на производителя за изготвянето на проби и анализите.

— Не трябва да се използват китове за анализ след изтичане на срока им за годност.

— Не трябва да се използват вещества или компоненти, предназначени за използване с други китове.

— Китовете за анализ трябва да се съхраняват при специфичния интервал от температури и да се използват при определената температура.

— Границата на определяне за имуноанализите се определя като сумата от средното и три пъти стандартното отклонение, основаващо се на десетократно повторен анализ на празна проба, разделена на стойността на наклона на линейното регресионно уравнение.

— За лабораторните анализи трябва да се използват сравнителни стандарти, за да се провери дали чувствителността към стандарта е в допустимите граници.

8. **Отчитане на резултатите**

Доколкото позволява използваната аналитична процедура, аналитичните резултати трябва да включват нивата на индивидуалните PCDD/F и PCB хомоложни членове и да бъдат представени като долна граница на нивото, средна стойност и горна граница на нивото, за да се даде максимална информация при описване на резултатите и в резултат на това да се постигне тълкуване на резултатите в съответствие със специфичните изисквания.

Отчетът трябва също да включва съдържанието на липиди в пробата, както и метода, използван за екстракция на липидите.

Регенерирането на индивидуалните вътрешни стандарти трябва да е възможно, в случай че регенерирането е извън обхвата, споменат в точка 6, в случай на надхвърляне на максималното ниво и в други случаи при поискване.

[1] Засега няма данни за търговски достъпни биоанализи на китова основа с достатъчна чувствителност и надеждност, които биха могли да се използват за анализ за наличие на диоксини с изисквани нива в проби от храни и храни за животни.