Šis dokuments ir izveidots vienīgi dokumentācijas nolūkos, un iestādes neuzņemas nekādu atbildību par tā saturu

►**B**

KOMISIJAS DIREKTĪVA 2002/70/EK

(2002. gada 26. jūlijs),

ar ko nosaka prasības dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācijas noteikšanai barībā

(Dokuments attiecas uz EEZ)

(OV L 209, 6.8.2002, lpp. 15)

Grozīta ar:

		Oficiālais Vēstnesis		
		Nr.	Lappuse	Datums
►**M1**	Komisijas Direktīva 2005/7/EK (2005. gada 27. janvāris)	L 27	41	29.1.2005

▼B

KOMISIJAS DIREKTĪVA 2002/70/EK

(2002. gada 26. jūlijs),

ar ko nosaka prasības dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācijas noteikšanai barībā

(Dokuments attiecas uz EEZ)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1970. gada 20. jūlija Direktīvu 70/373/EEK par Kopienas paraugu ņemšanas un analīzes metožu ieviešanu barības oficiālai kontrolei ([1]), kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Austrijas, Somijas un Zviedrijas Pievienošanās aktu, un jo īpaši tās 2. pantu,

tā kā:

(1) Padomes Direktīvā 1999/29/EK par nevēlamām vielām un produktiem dzīvnieku uzturā ([2]), kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 2001/102/EK ([3]), ir noteikta dioksīnu un furānu maksimāli pieļaujamā koncentrācija vairākos barības līdzekļos.

(2) Jāparedz prasības attiecībā uz analīzes metodēm, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās izmanto tādas analīzes metodes, kuru efektivitāte ir salīdzināma.

(3) Noteikumi par paraugu ņemšanu un analīzes metodēm ir izstrādāti, pamatojoties uz pašreizējām zinātnes atziņām, un tos var pielāgot zinātnes un tehnikas attīstībai.

(4) Šajā direktīvā izklāstītie noteikumi attiecas tikai uz dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB analīzi, lai īstenotu Direktīvu 2001/102/EK, ar ko groza Direktīvu 1999/29/EK par kaitīgajām vielām un produktiem dzīvnieku barībā.

(5) Jāīsteno aktīva izpēte pilnīgu, ticamu datu ieguvei par dioksīniem līdzīgu PCB klātbūtni barības līdzekļos un barībā. Tāpēc jāizstrādā prasības, kas attiecas uz analīzes metodēm, kuras jāizmanto dioksīniem līdzīgu PCB kvantitatīvā noteikšanā barības līdzekļos un barībā.

(6) Skrīninga analīzes metodi ar pārbaudītu, plaši pieņemamu apstiprinājumu un lielu jaudu var izmantot, lai atlasītu paraugus ar ievērojamu dioksīnu koncentrāciju. Dioksīnu koncentrācija šajos paraugos jānoteic ar kādu apstiprinājuma analīzes metodi. Tāpēc ir lietderīgi noteikt prasības apstiprinājuma analīzes metodēm un skrīninga metodei.

(7) Šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pastāvīgās pārtikas aprites un dzīvnieku veselības komitejas atzinumu,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Dalībvalstis nodrošina to, ka oficiālai dioksīnu un furānu koncentrācijas kontrolei paraugus ņem un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrāciju barībā noteic saskaņā ar metodēm, kas aprakstītas I pielikumā.

([1]) OV L 170, 3.8.1970., 2. lpp.
([2]) OV L 115, 4.5.1999., 32. lpp.
([3]) OV L 6, 10.1.2002., 45. lpp.

▼B

2. pants

Dalībvalstis nodrošina to, ka paraugu sagatavošanas un analīzes metodes, ko izmanto, lai oficiāli kontrolētu dioksīnu un furānu koncentrāciju barībā un noteiktu dioksīniem līdzīgu PCB koncentrāciju barībā, atbilst kritērijiem, kuri aprakstīti II pielikumā.

3. pants

Dalībvalstīs vēlākais līdz 2003. gada 28. februārim stājas spēkā normatīvi un administratīvi akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības. Par to dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

Kad dalībvalstis pieņem minētos aktus, tajos ietver atsauci uz šo direktīvu, vai arī šādu atsauci pievieno to oficiālai publikācijai. Dalībvalstis nosaka, kā izdarāma šāda atsauce.

4. pants

Šī direktīva stājas spēkā 20. dienā pēc publicēšanas *Eiropas Kopienu Oficiālajā Vēstnesī.*

5. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

▼B

I PIELIKUMS

PARAUGU ŅEMŠANAS METODES DIOKSĪNU (PCDD/PCDF) KONCENTRĀCIJAS OFICIĀLAI KONTROLEI UN DIOKSĪNIEM LĪDZĪGU PCB KVANTITATĪVAI NOTEIKŠANAI DAŽU VEIDU BARĪBĀ

▼M1

1. **Mērķis un darbības joma**

Paraugus, kas paredzēti dioksīnu (PCDD/PCDF) satura oficiālajai kontrolei un dioksīniem līdzīgu PCB ([1]) satura noteikšanai barībā, ņem saskaņā ar noteikumiem, kuri izklāstīti Direktīvā 76/371/EEK. Prasības par daudzumiem attiecībā uz vielu vai produktu kontroli jāpiemēro visā barībā vienmērīgi saskaņā ar Direktīvas 76/371/EEK pielikuma 5.A punktu. Tā iegūtos kopparaugus uzskata par raksturīgiem tām partijām vai apakšpartijām, no kurām tie ņemti. Atbilstību maksimālajai pieļaujamajai koncentrācijai, kas noteikta Eiropas Parlamenta un Padomes ([2]) Direktīvā 2002/32/EK, konstatē, pamatojoties uz laboratorijas paraugos noteikto līmeni.

2. **Partijas vai apakšpartijas atbilstība specifikācijai**

Partiju pieņem, ja vienas analīzes rezultāts nepārsniedz attiecīgo maksimāli pieļaujamo koncentrāciju, kura noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Partiju atzīst par neatbilstošu maksimālajai pieļaujamai koncentrācijai, kas noteikta Direktīvā 2002/32/EK, ja analītiskais rezultāts, kuru apstiprina analizē atkārtoti un aprēķina kā vidējo no vismaz diviem atsevišķiem rezultātiem, neapšaubāmi pārsniedz maksimālo pieļaujamo koncentrāciju, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti.

Mērījumu neprecizitāti var ņemt vērā, piemērojot vienu no šādām pieejām:

([1]) Tabula. Dioksīniem līdzīgi PCB

Radniecīgā viela	TEF vērtība	Radniecīgā viela	TEF vērtība
Dibenzo-p-dioxins **(PCDD)**			
2,3,7,8-TCDD	1	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
1,2,3,7,8-PeCDD	1	OCDF	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	*Dioksīniem līdzīgi PCB:* **neorto PCB + mono-orto PCB**	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	**neorto PCB**	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 81	0,0001
OCDD	0,0001	PCB 126	0,1
Dibenzofurāni **(PCDF)**		PCB 169	0,01
2,3,7,8-TCDF	0,1	**Mono-orto PCB**	
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 105	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 114	0,0005
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 167	0,00001
		PCB 189	0,0001

Lietotie saīsinājumi: T – tetra, Pe – penta, Hx – heksa, Hp – hepta, O – okta, CDD – hlordibenzo-p-dioksīns, CDF – hlordibenzofurāns, CB – hlorbifenils.

▼**M1**

(2) OV L 140, 30.5.2002., 10. lpp.

— aprēķinot izvērsto nenoteiktību, izmantojot paplašinājuma koeficientu 2, kas nodrošina aptuveni 95 % ticamības līmeni,

— nosakot izšķiršanas robežu (CCα) saskaņā ar Komisijas Lēmumu 2002/657/EK (1) (pielikuma 3.1.2.5. punkts — vielām, kurām ir noteikts atļautais līmenis).

Šie interpretācijas noteikumi piemērojami analītiskajiem rezultātiem, kas iegūti no oficiālajai kontrolei paredzētā piemēra. Tas neietekmē dalībvalstu pilnvaras piemērot valstu noteikumus attiecībā uz analīzi aizstāvības vai arbitrāžas nolūkos saskaņā ar Direktīvas 95/53 18. pantu (2).

(1) OV L 221, 17.8.2002., 8. lpp.
(2) OV L 265, 8.11.1995., 17. lpp.

▼B

II PIELIKUMS

PARAUGU SAGATAVOŠANA UN PRASĪBAS, KAS ATTIECAS UZ ANALĪZES METODĒM, KURAS IZMANTO DIOKSĪNU (PCDD/PCDF) KONCENTRĀCIJAS OFICIĀLĀ KONTROLĒ UN DIOKSĪNIEM LĪDZĪGU PCB KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANĀ DAŽU VEIDU BARĪBĀ

1. **Mērķis un piemērošanas joma.**

Šīs prasības jāpiemēro, ja barības līdzekļus un barību analizē, lai kvantitatīvi noteiktu dioksīnus (polihlordibenzo-p-dioksīnus (PCDD) un polihlordibenzofurānus (PCDF)) un dioksīniem līdzīgus polihlorbifenilus (PCB).

Dioksīnu klātbūtnes uzraudzību barībā var veikt saskaņā ar stratēģiju, kas paredz izmantot skrīninga metodi, ar kuru atlasa paraugus, kur dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB koncentrācija ir par 30 % līdz 40 % mazāka vai lielāka nekā vajadzīgā koncentrācija. Paraugos, kuros dioksīnu koncentrācija ir ievērojama, tā jānoteic/jāapstiprina ar apstiprinājuma metodi.

Skrīninga metodes ir metodes, ko izmanto dioksīnu un dioksīniem līdzīgus PCB kvalitatīvai noteikšanai ar noteiktu ticamību. Šīs metodes ir jaudīgas, un tās izmanto potenciāli pozitīvu paraugu atlasīšanai. Tās ir īpaši izstrādātas, lai nevarētu iegūt šķietami negatīvus rezultātus.

Apstiprinājuma metodes ir metodes, ar ko iegūst pilnīgu vai papildu informāciju, pēc kuras dioksīnus un dioksīniem līdzīgus PCB ar noteiktu ticamību var precīzi noteikt kvalitatīvi un kvantitatīvi.

2. **Papildu informācija.**

Tā kā vides un bioloģiskajos paraugos (to skaitā barības līdzekļu/barības paraugos) parasti ir dažādu dioksīniem radniecīgu vielu sarežģīti maisījumi, lai atvieglotu riska novērtēšanu, ir radīts toksiskuma ekvivalences koeficientu (TEF) jēdziens. Ar TEF izsaka 2,3,7,8-aizvietoto PCDD un PCDFmaisījumu koncentrāciju un pēdējā laikā dažu to dioksīniem līdzīgu neorto- un mono-orto- hloraizvietoto PCB koncentrāciju, kuriem ir dioksīniem līdzīga aktivitāte 2,3,7,8-TCDD toksiskuma ekvivalentos (TEQ) (skatīt 1. zemsvītras piezīmi I pielikumā).

Atsevišķo vielu koncentrācijas paraugā reizina ar attiecīgo TEF un pēc tam summē, lai iegūtu kopējo dioksīniem līdzīgo savienojumu koncentrāciju, ko izsaka ar TEQ.

Lai aprēķinātu "augšējo robežu", par katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas daļu TEQ jāizmanto kvantitatīvās noteikšanas robeža.

Lai aprēķinātu "apakšējo robežu", par katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas daļu TEQ jāizmanto nulle.

Lai aprēķinātu "vidējo robežu", par katras kvantitatīvi nenoteiktās radniecīgās vielas daļu TEQ jāizmanto puse noteikšanas robežas.

▼M1

Šajā direktīvā pieņemtā īpašā kvantitatīvās noteikšanas robeža atsevišķām radniecīgām vielām ir analizējamās vielas koncentrācija parauga ekstraktā, kas izraisa instrumentu izraisītu reakciju pie diviem dažādiem joniem, kurus uzrauga ar signāla/trokšņa attiecību 3:1 mazāk jūtīgam signālam un kas atbilst tādām pamatprasībām kā, piemēram, aiztures laiks, izotopu attiecība saskaņā ar noteikšanas procedūru, kura izklāstīta EPA 1613. metodes B pārskatītajā redakcijā.

▼B

3. **Kvalitātes nodrošināšanas prasības, kas ievērojamas, sagatavojot paraugus.**

Piemēro vispārīgos noteikumus par paraugu sagatavošanu analīzei, kas izklāstīti pielikumā Komisijas 1981. gada 30. jūlija Direktīvai 81/680/EEK, ar ko groza Direktīvu 71/250/EEK, Direktīvu 71/393/EEK, Direktīvu 72/199/EEK, Direktīvu 73/46/EEK, Direktīvu 74/203/EEK, Direktīvu 75/84/EEK, Direktīvu 76/372/EEK un Direktīvu 78/633/EEK, ar kurām nosaka Kopienas analīzes metodes barības oficiālai kontrolei ([1]).

Turklāt jāizpilda šādas prasības:

— paraugi jāglabā un jātransportē stikla, alumīnija, polipropilēna vai politilēna traukos. No parauga trauka jānotīra papīra putekļu zīmes. Stikla

([1]) OV L 246, 29.8.1981., 32. lpp.

▼B

trauki jāskalo ar šķīdinātājiem, kuros iepriekš pārbaudīta dioksīnu klātbūtne,

— jāizdara tukšā analīze, izpildot visu analīzes procedūru bez parauga,

— ekstrakcijai izmantojamā parauga masai jābūt pietiekamai, lai tas atbilstu prasībām, kuras attiecas uz jutību.

4. **Prasības laboratorijām.**

— Laboratorijas pierāda metodes efektivitāti vajadzīgās koncentrācijas diapazonā, kas ir, piemēram, 0,5 ×, 1 × un 2 × vajadzīgā koncentrācija un ka šajā diapazonā ir pieņemams atkārtotu analīžu variāciju koeficients. Sīki izstrādātus piemērotības kritērijus skatīt 5. punktā.

— Apstiprinājuma metodes kvantitatīvās noteikšanas robeža ir aptuveni viena piektdaļa no nosakāmās koncentrācijas vērtības, lai nodrošinātu, ka vajadzīgā līmeņa diapazonā ir pieņemami variāciju koeficienti.

— Kvalitātes iekšējās kontroles nolūkos regulāri izdara tukšo paraugu analīzes un kontrolparaugu analīzes ar standartpiedevu metodi vai kontrolparaugu analīzes (ja iespējams, ieteicams izmantot sertificētu standartmateriālu).

— Sekmīga piedalīšanās starplaboratoriju testēšanā, kurā novērtē laboratorijas kompetenci, vislabāk liecina par spēju izdarīt specifiskas analīzes. Tomēr sekmīga piedalīšanās starplaboratoriju testēšanā, kurā analizē, piemēram, augsnes, grunts vai notekūdeņu paraugus, ne vienmēr apliecina kompetenci arī pārtikas un barības paraugu jomā, jo tajos ir zemāks piesārņojuma līmenis. Tāpēc obligāti ir pastāvīgi jāpiedalās starplaboratoriju testēšanā, kurā kvantitatīvi noteic dioksīnus un dioksīniem līdzīgus PCB attiecīgajās barības/pārtikas matricās.

— Laboratorijas akreditē atzīta organizācija, kas darbojas saskaņā ar *ISO Guide 58*, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās piemēro analīžu kvalitātes nodrošināšanu. Laboratorijas jāakreditē, ievērojot ISO/IEC/17025:1999 standartu.

5. **Prasības, kas ievērojamas, veicot analīzes procedūras dioksīnu un dioksīniem līdzīgu PCB noteikšanai.**

Analīzes procedūru piemērotības pamatprasības:

— *liela jutība un zemas noteikšanas robežas*. PCDD un PCDF mazākajam noteicamajam daudzumam jābūt TEQ pikogramos (10^{-12} g), jo daži šie savienojumi ir ārkārtīgi toksiski. Ir zināms, ka PCB koncentrācija ir augstāka par PCDD un PCDF koncentrāciju. Attiecībā uz lielāko daļu PCB radniecīgo vielu pietiekama jutība ir nanogramos (10^{-9} g). Tomēr, lai kvantitatīvi noteiktu toksiskākās dioksīniem līdzīgo PCB radniecīgās vielas (jo īpaši orto- neaizvietotās radniecīgās vielas), vajadzīga tāda pati jutība kā PCDD un PCDF noteikšanai,

— *augsta selektivitāte (specifiskums)*. PCDD, PCDF un dioksīniem līdzīgie PCB jāatšķir no daudziem citiem vienlaikus ekstrahētiem un iespējami traucējošiem savienojumiem, kuru koncentrācija līdz vairākām kārtām pārsniedz noteicamās vielas koncentrāciju. Ja izmanto gāzu hromatogrāfijas/masspektrometrijas (GC/MS) metodes, jādiferencē tādas atšķirīgas radniecīgas vielas kā toksiskās (piemēram, septiņpadsmit 2,3,7,8-aizvietotie PCDD un PCDF un dioksīniem līdzīgie PCB) un citas radniecīgas vielas. Izmantojot biotestus, jāspēj selektīvi noteikt TEQ vērtības, ko izsaka ar PCDD, PCDF un dioksīniem līdzīgo PCB summu,

— *liela precizitāte (pareizība un precizitāte)*. Kvantitatīvajā noteikšanā jāiegūst pareizs patiesās koncentrācijas novērtējums paraugā. Liela precizitāte (mērījuma precizitāte: mērāmā lieluma izmērītās vērtības un tā patiesās vai pieņemtās vērtības sakritība) ir vajadzīga, lai noteiktās TEQ mazās ticamības dēļ nevarētu noraidīt parauga analīzes rezultātus. Precizitāti izsaka ar pareizību (starpību starp analizējamās vielas vidējo vērtību, kas izmērīta, analizējot sertificētu standartmateriālu, un tās sertificēto vērtību, kuru izsaka procentos no sertificētās vērtības) un precizitāti (precizitāti parasti aprēķina, izsakot ar standartnovirzi, tostarp atkārtojamības un reproducējamības atandartnovirzi, un tā rāda, cik precīzi sakrīt rezultāti, ko eksperimentāli iegūst, noteiktos apstākļos vairākkārt atkārtojot analīzes procedūru).

Par skrīninga metodēm var izmantot gan biotestus, gan GC/MS metodes; par apstiprinošajām metodēm izmanto augstas izšķirtspējas gāzu hroma-

▼B

togrāfijas/augstas izšķirtspējas masspektrometrijas (HRGC/HRMS) metodes. Kopējās TEQ vērtībai jāatbilst šādiem kritērijiem:

	Skrīninga metodes	Apstiprinājuma metodes
Šķietami negatīvi rezultāti	< 1 %	
Ticamība		No – 20 % līdz + 20 %
Variāciju koeficients	< 30 %	< 15 %

6. **Īpašas prasības, kas attiecas uz GC/MS metodēm, kuras izmanto skrīningam vai apstiprināšanai:**

— lai analīzes procedūra būtu derīga, paša analīzes sākumā, piemēram, pirms ekstrakcijas, jāpievieno ar ^{13}C iezīmēti 2,3,7,8-hloraizvietoti iekšējie PCDD/F standarti (un, ja kvantitatīvi jānoteic dioksīniem līdzīgi PCB, tad ar ^{13}C iezīmēti dioksīniem līdzīgu PCB iekšējie standarti). Katrai tetra- līdz oktahloratvasināto PCDD/F homologu grupai jāpievieno vismaz viena radniecīga viela (un, ja kvantitatīvi jānoteic dioksīniem līdzīgi PCB, tad vismaz viena radniecīga viela katrai dioksīniem līdzīgu PCB homologu grupai) (alternatīvi jāpievieno vismaz viena radniecīga viela uz katru masspektrometrijai izraudzīto reģistrējamo jonu funkciju, ko izmanto PDDD/F un dioksīniem līdzīgu PCB uzraudzībai). Piemērojot apstiprinājuma metodes, priekšroka noteikti dodama visu septiņpadsmit ar ^{13}C iezīmēto 2,3,7,8-aizvietoto iekšējo PCDD/F standartu lietojumam un visu divpadsmit ar ^{13}C iezīmēto dioksīniem līdzīgo PCB iekšējo standartu lietojumam (ja kvantitatīvi jānoteic dioksīniem līdzīgi PCB).

Izmantojot attiecīgus kalibrēšanas šķīdumus, signāla relatīvā attiecība pret masas vienību jānoteic arī tām radniecīgajām vielām, kurām nepievieno ar ^{13}C iezīmētu analogu,

— pirms ekstrakcijas iekšējie standarti obligāti jāpievieno augu izcelsmes barībai un dzīvnieku izcelsmes barībai, kas satur mazāk nekā 10 % tauku. Dzīvnieku izcelsmes barībai, kas satur vairāk nekā 10 % tauku, iekšējos standartus var pievienot vai nu pirms ekstrakcijas, vai pēc tauku ekstrakcijas. Ekstrakcijas efektivitāte jāizvērtē atkarībā no tā, kurā analīzes posmā ievada iekšējos standartus, un no tā, vai rezultātus izsaka produktam vai taukiem,

— pirms GC/MS analīzes jāpievieno viens vai divi atgūstamības (surogāta) standarti,

— atgūstamība jākontrolē. Attiecībā uz apstiprinājuma metodēm atsevišķo iekšējo standartu atgūstamībai jābūt diapazonā no 60 % līdz 120 %. Lielāka vai mazāka atsevišķu radniecīgo vielu, jo īpaši dažu hepta- un oktahloratvasināto dibenzodioksīnu un dibenzofurānu atgūstamība ir pieņemama ar nosacījumu, ka to daļa TEQ vērtībā nepārsniedz 10 % no kopējās TEQ vērtības (to nosaka tikai pēc PCDD/F). Ja piemēro skrīninga metodes, atgūstamībai jābūt diapazonā no 30 % līdz 140 %,

— dioksīni no tādiem traucējošiem hloratvasinātiem savienojumiem kā PCB un hloratvasinātiem difenilēteriem jāatdala ar piemērotām hromatogrāfijas metodēm (ieteicams ar florisila, alumīnija oksīda un/vai aktīvās ogles kolonnu),

— izomēru atdalīšanai gāzu hromatogrāfijā jābūt pietiekamai (1,2,3,4,7,8-HxCDF signāla attiecība pret 1,2,3,6,7,8-HxCDF signālu < 25 %),

— kvantitatīvā noteikšana jāveic saskaņā ar EPA 1613. metodes B pārskatīto redakciju — tetra- līdz oktahloratvasinātie dioksīni un furāni pēc atšķaidīšanas HRGC/HRMS — vai saskaņā ar citu metodi, kurai ir līdzvērtīgi efektivitātes kritēriji,

— starpība starp augšējo robežu un apakšējo robežu nedrīkst pārsniegt 20 % attiecībā uz barību, kurā piesārņojums ar dioksīniem ir vienāds ar maksimāli pieļaujamo koncentrāciju vai pārsniedz to. Barībā, kurā piesārņojuma līmenis ir ievērojami zem maksimāli pieļaujamā, starpība drīkst būt diapazonā no 25 % līdz 40 %.

▼B

7. **Skrīninga analīzes metodes.**

7.1. *Ievads.*

Skrīninga metodi var izmantot dažādām analītiskām pieejām: tikai skrīningam un kvantitatīvai noteikšanai.

Skrīnings

Parauga signālu salīdzina ar standartparauga signālu vajadzīgajā koncentrācijā. Paraugus, kuru signāls ir zem par standarta signāla, uzskata par negatīviem, bet tos, kuru signāls pārsniedz standarta signālu, par iespējami pozitīviem. Prasības:

— katrā analīžu sērijā jāiekļauj tukšais(-ie) paraugs(-i) un standartparaugs(-i), ko ekstrahē un analizē vienlaicīgi identos apstākļos. Standartparauga signālam ievērojami jāpārsniedz tukšā parauga signāls,

— jāiekļauj papildu standartparaugi, kuros attiecīgā koncentrācija ir 0,5 × un 2 × lielāka par vajadzīgo koncentrāciju, lai pierādītu analīzes efektivitāti vajadzīgajā diapazonā nolūkā kontrolēt vajadzīgo koncentrāciju,

— analizējot citas matricas, jāpierāda standartparauga(-u) piemērotība, vēlams, iekļaujot paraugus, kuros ar HRGC/HRMS noteiktā TEQ ir aptuveni tāda pati kā standartparaugā vai tukšajā paraugā, kam pievienots standarts, kurā ir šāda koncentrācija,

— tā kā biotestos nevar izmantot iekšējos standartus, lai noteiktu vienas analīžu sērijas rezultātu standartnovirzi, ļoti liela nozīme ir atkārtojamības pārbaudēm. Variāciju koeficients nedrīkst pārsniegt 30 %,

— attiecībā uz biotestiem jādefinē noteicamie savienojumi, iespējamie traucējumi un maksimāli pieļaujamā koncentrācija tukšajā paraugā.

Kvantitatīvā noteikšana

Kvantitatīvai noteikšanai vajadzīga standartatšķaidījumu rinda, divkārša vai trīskārša attīrīšana un mērīšana, kā arī tukšā parauga un atgūstamības kontrole. Rezultātu var izteikt ar TEQ, pieņemot, ka savienojumi, kas dod signālu, atbilst TEQ principam. To var izpildīt, izmantojot TCDD (vai dioksīnu/furānu standartmaisījumu), lai uzzīmētu kalibrēšanas līkni, pēc kuras aprēķina TEQ līmeni ekstraktā un tātad paraugā. Pēc tam to koriģē atbilstīgi TEQ līmenim, ko aprēķina tukšajam paraugam (ņemot vērā lietoto šķīdinātāju un ķimikāliju piemaisījumus), un atgūstamībai (ko aprēķina pēc TEQ līmeņa kvalitātes kontroles paraugā, kurā ir aptuveni vajadzīgā koncentrācija). Svarīgi norādīt, ka daļu atgūstamības acīmredzamo zudumu var rasties matricas ietekmē un/vai starpības dēļ starp TEF vērtībām biotestos un oficiālajiem TEF vērtībām, ko noteikusi PVO.

7.2. *Prasības, kas attiecas uz skrīninga analīzes metodēm:*

— skrīningam var izmantot GC/MS analīzes metodes un biotestus. Attiecībā uz GC/MS metodēm jāievēro prasības, kas noteiktas 6. punktā. Šūnu biotestiem īpašas prasības noteiktas 7.3. punktā un komplektu biotestiem — 7.4. punktā,

— vajadzīga informācija par šķietami pozitīvu un šķietami negatīvu rezultātu skaitu no liela paraugu daudzuma, kurā ir paraugi, kuros noteicamā koncentrācija ir zem un virs maksimāli pieļaujamās koncentrācijas vai iedarbības koncentrācijas salīdzinājumā ar TEQ saturu, ko kvantitatīvi noteic ar apstiprinājuma analīzes metodi. Faktisko šķietami negatīvo rezultātu jābūt mazāk par 1 %. Šķietami pozitīvo rezultātu skaitam jābūt pietiekami mazam, lai būtu lietderīgi izmantot skrīningu,

— pozitīvie rezultāti vienmēr jāapstiprina ar kādu apstiprinājuma analīzes metodi (HRGC/HRMS). Turklāt plaša TEQ diapazona paraugi jāapstiprina ar HRGC/HRMS (aptuveni 2 % līdz 10 % negatīvo paraugu). Informācijai par biotestu un HRGC/HRMS rezultātu atbilstību jābūt pieejamai.

7.3. *Īpašas prasības, kas attiecas uz šūnu biotestiem:*

— ja veic biotestus, katrā analīzes kārtā jāizmanto TCDD vai dioksīnu/furānu maisījumu standarta koncentrāciju rinda (pilnas devas — signāla līkne ar $R^2 > 0,95$). Tomēr, analizējot paraugus ar mazu koncentrāciju, skrīningam var izmantot izvērstu līkni nelielu koncentrāciju apgabalam,

— TCDD standartkoncentrācija (aptuveni trīskārša kvantitatīvās noteikšanas robeža) kvalitātes kontroles lapā jāizmanto par biotesta rezultātu

▼B

konstantā periodā. Alternatīva varētu būt standartparauga relatīvais signāls salīdzinājumā ar TCDD kalibrēšanas līkni, jo šūnu signāls var būt atkarīgs no daudziem faktoriem,

— jāizveido un jāpārbauda katra veida standartmateriālu kvalitātes kontroles grafiki, lai pārliecinātos, ka rezultāts atbilst izvirzītajām pamatnostādnēm,

— jo īpaši attiecībā uz kvantitatīvajiem aprēķiniem izmantotā parauga atšķaidījuma inducētajam signālam jābūt signāla līknes lineārajā daļā. Paraugi, kuru signāls ir virs signāla līknes lineārās daļas, jāatšķaida un jāanalizē atkārtoti. Tāpēc ieteicams vienā reizē analizēt vismaz trīs atšķaidījumus vai vairāk,

— katram parauga atšķaidījumam, ja to analizē trijos atkārtojumos, rezultāta procentuālā standartnovirze nedrīkst pārsniegt 15 %, un — ja to analizē trijās neatkarīgās analīzēs — 30 %,

— var paredzēt, ka noteikšanas robeža ir šķīdinātāja tukšā parauga vai fona signāla trīskārša standartnovirze. Cita pieeja ir izmantot signālu, kas pārsniedz fona līmeni (indukcijas koeficients pieci × tukšā parauga signāls), ko aprēķina pēc dienas kalibrēšanas līknes. Var paredzēt, ka kvantitatīvās noteikšanas robeža ir šķīdinātāja tukšā parauga vai fona signāla pieckārša vai seškārša standartnovirze, vai izmantot signālu, kas nepārprotami pārsniedz fona līmeni (indukcijas koeficients 10 × šķīdinātāja tukšā parauga signāls), ko aprēķina pēc dienas kalibrēšanas līknes.

7.4. *Īpašas prasības, kas attiecas uz biotestiem, kuros izmanto komplektus* ([1]):

— jāievēro izgatavotāja norādījumi par paraugu sagatavošanu un analīzēm,

— testu komplektus nedrīkst izmantot pēc derīguma termiņa,

— nedrīkst izmantot materiālus vai sastāvdaļas, ko paredzēts izmantot citos komplektos,

— testu komplekti jāglabā norādītā diapazona glabāšanas temperatūrā un jāizmanto norādītajā darba temperatūrā,

— ir paredzēts, ka imūntestos kvalitatīvās noteikšanas robeža, pamatojoties uz tukšā parauga desmit atkārtotajām analīzēm, ir vienāda ar vidējās un trīskāršas standartnovirzes summu, kas dalīta ar lineārās regresijas vienādojuma virziena koeficientu,

— laboratorijas analīzēs jāizmanto etalonstandarti, lai pārliecinātos, ka reakcija uz standartu ir pieņemamās robežās.

8. **Rezultātu paziņošana.**

Ciktāl saskaņā ar izmantoto analīzes procedūru iespējams, analīžu rezultātos jānorāda atsevišķu PCDD/F un PCB radniecīgu vielu koncentrācija, norādot apakšējo, augšējo un vidējo robežu, lai ziņojumā iekļautu maksimāli daudz informācijas par rezultātiem un tā dotu iespēju tos interpretēt saskaņā ar īpašām prasībām.

Ziņojumā jānorāda arī lipīdu saturs paraugā un lipīdu ekstrakcijas metode.

Ja atgūstamība ir ārpus 6. punktā minētā diapazona, gadījumos, kad ir pārsniegta maksimāli pieļaujamā koncentrācija, un citos gadījumos pēc pieprasījuma jānorāda atsevišķu iekšējo standartu atgūstamība.

([1]) Vēl nav sniegti pierādījumi, ka tirdzniecībā pieejamiem biotestu komplektiem ir pietiekamu jutība un ticamība, lai tos izmantotu dioksīnu klātbūtnes skrīningam vajadzīgajos līmeņos pārtikas un barības paraugos.