Dokument ten służy wyłącznie do celów dokumentacyjnych i instytucje nie ponoszą żadnej odpowiedzialności za jego zawartość

►**B**

DYREKTYWA KOMISJI 2002/70/WE

z dnia 26 lipca 2002 r.

ustanawiająca wymagania dotyczące określania poziomów dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w paszach

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

(Dz.U. L 209 z 6.8.2002, str. 15)

zmieniona przez:

		Dziennik Urzędowy		
		nr	strona	data
►**M1**	Dyrektywa Komisji 2005/7/WE z dnia 27 stycznia 2005 r.	L 27	41	29.1.2005

▼B

DYREKTYWA KOMISJI 2002/70/WE

z dnia 26 lipca 2002 r.

ustanawiająca wymagania dotyczące określania poziomów dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w paszach

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając dyrektywę Rady 70/373/EWG z dnia 20 lipca 1970 r. w sprawie wprowadzania wspólnotowych metod pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli pasz [1], ostatnio zmienioną Aktem Przystąpienia Austrii, Finlandii i Szwecji, w szczególności jej art. 2,

a także mając na uwadze, co następuje:

(1) Dyrektywa Rady 1999/29/WE z dnia 22 kwietnia 1999 r. w sprawie niepożądanych substancji i produktów w żywieniu zwierząt [2], ostatnio zmieniona dyrektywą 2001/102/WE [3], ustanawiającą maksymalne limity dioksyn i furanów w niektórych materiałach paszowych i paszach.

(2) Koniecznym jest uchwalenie wymagań, z którymi powinna być zgodna metoda analizy, w celu zagwarantowania, że laboratoria wykorzystują metody analizy o porównywalnym poziomie wydajności.

(3) Przepisy dotyczące pobierania próbek i metod analizy zostały sporządzone w oparciu o aktualną wiedzę i mogą być dostosowywane tak, aby uwzględniały postęp w wiedzy naukowej i technologicznej.

(4) Przepisy ustanowione w niniejszej dyrektywie odnoszą się jedynie do analizy dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) do celów wykonania dyrektywy 2001/102/WE zmieniającej dyrektywę 1999/29/WE w sprawie niepożądanych substancji i produktów w żywieniu zwierząt.

(5) Należy kontynuować aktywne podejście w celu uzyskania wyczerpujących, wiarygodnych danych na temat obecności dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w materiałach paszowych i paszach. Wobec tego, należy ustanowić wymagania w odniesieniu do metod analizy wykorzystywanych przy określaniu dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w materiałach paszowych i paszach.

(6) Metoda przesiewowa analizy, z popartym dowodami, ogólnie możliwym do przyjęcia uzasadnieniem i wysoką wydajnością, mogłaby być wykorzystywana do selekcjonowania próbek o znaczących poziomach dioksyn. Poziomy dioksyn w tych próbkach należy ustalić za pomocą zatwierdzającej metody analizy. Wobec tego, należy uchwalić wymagania dotyczące zatwierdzającej metody analizy oraz metody przesiewania.

(7) Środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Pokarmowego i Zdrowia Zwierząt,

---

[1] Dz.U. L 170 z 3.8.1970, str. 2.
[2] Dz.U. L 115 z 4.5.1999, str. 32.
[3] Dz.U. L 6 z 10.1.2002, str. 45.

▼B

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Państwa Członkowskie gwarantują, że pobieranie próbek do celów urzędowej kontroli poziomów dioksyn i furanów oraz do określenia poziomów dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w paszach, przeprowadzane jest zgodnie z metodami opisanymi w załączniku I.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie zapewnią, że przygotowanie próbek i metod analizy wykorzystywanych do celów urzędowej kontroli poziomów dioksyn i furanów oraz określenie poziomów dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w paszach, spełnia kryteria opisane w załączniku II.

Artykuł 3

Państwa Członkowskie wprowadzą w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne, niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy, najpóźniej do dnia 28 lutego 2003 r. i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Przepisy te zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie to towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określane są przez Państwa Członkowskie.

Artykuł 4

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*.

Artykuł 5

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

▼B

ZAŁĄCZNIK I

METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW DIOKSYN (PCDD/PCDF) I OKREŚLANIA DIOKSYNOPOCHODNYCH PCB W NIEKTÓRYCH PASZACH

▼M1

1. **Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomu zawartości dioksyn (PCDD/PCDF) oraz do określania zawartości dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) ([1]) w paszach pobiera się zgodnie z przepisami dyrektywy 76/371/EWG. Należy stosować wymagania ilościowe w stosunku do kontroli substancji i produktów jednolicie rozmieszczonych w paszy, zgodnie z pkt. 5. A. Załącznika do dyrektywy 76/371/EWG. Uzyskane w ten sposób próbki zbiorcze uważa się za reprezentatywne dla partii i podpartii, z których pochodzą. Zgodność z poziomami maksymalnymi ustanowionymi dyrektywą 2002/32/WE Parlamentu Europejskiego i Rady ([2]) ustala się na podstawie poziomów stwierdzonych w próbkach laboratoryjnych.

2. **Zgodność partii i podpartii ze specyfikacją**

Daną partię przyjmuje się, jeżeli wynik pojedynczej analizy nie przekracza maksymalnego dopuszczalnego poziomu określonego w dyrektywie 2002/32/WE, uwzględniając przy tym niepewność pomiaru.

Próbka nie spełnia wymagań dotyczących maksymalnego dopuszczalnego poziomu ustanowionym dyrektywą 2002/32/EC, jeżeli wynik analizy potwierdzony drugą analizą i obliczony jako średnia co najmniej dwóch oddzielnych pomiarów przekracza ponad wszelką wątpliwość maksymalny dopuszczalny poziom, uwzględniając przy tym niepewność pomiaru.

Niepewność pomiaru uwzględnia się w oparciu o jedną z poniższych metod:

([1]) Tabela dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB)

Kongener	Wartość TEF
Dwubenzo-p-dioksyny **(„PCDD")**	
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
dwubenzofurany **(„PCDF")**	
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
Dioksynopochodne polichlorowane bifenyle: **Nieorto PCB + Monoorto PCB**	
Nieorto PCB	
PCB 77	0,0001
PCB 81	0,0001
PCB 126	0,1
PCB 169	0,01
Mono-ortho 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

Użyte skróty: T = tetra (cztero); Pe = penta (pięcio); Hx = hexa (sześcio); Hp = hepta (siedmio); O = octa (ośmio); CDD = chlorodwubenzo-p-dioksyna; CDF = chlorodwubenzofuran; CB = chlorobifenyl.

▼M1

(2) Dz.U. L 140 z 30.5.2002, str. 10.

— obliczając niepewność rozszerzoną przy użyciu współczynnika rozszerzenia 2, który daje dokładność wyniku na poziomie 95 %,

— ustalając decyzyjną wartość graniczną (CCα) zgodnie z decyzją Komisji 2002/657/WE (1) (pkt 3.1.2.5. Załącznika – przypadek substancji z ustaloną dopuszczalną wartością graniczną).

Niniejsze zasady interpretacji odnoszą się do wyniku analizy uzyskanego z próbki przeznaczonej do urzędowej kontroli. Nie wpływają one na prawo Państw Członkowskich do stosowania zasad krajowych w odniesieniu do analiz do celów obrony lub arbitrażu, o których mowa w art. 18 dyrektywy 95/53 (2)

(1) Dz.U. L 221 z 17.8.2002, str. 8.
(2) Dz.U. L 265 z 8.11.1995, str. 17.

▼B

ZAŁĄCZNIK II

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYMAGANIA DOTYCZĄCE METOD ANALIZY WYKORZYSTYWANYCH W URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW DIOKSYN (PCDD/PCDF) I PRZY OKREŚLANIU DIOKSYNOPOCHODNYCH PCB W NIEKTÓRYCH PASZACH

1. **Cel i dziedzina zastosowania**

Wymagania te powinny być zastosowane w przypadku gdy materiały paszowe i pasze są analizowane do celów określania dioksyn (polichlorowane dwubenzo-p-dioksyny (PCDD) oraz polichlorowane dwubenzofurany (PCDF)) i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB).

Monitorowanie obecności dioksyn w paszach może być przeprowadzane za pomocą strategii związanej z metodą przesiewania w celu wyselekcjonowania tych próbek o poziomach dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB), które wynoszą mniej niż 30 % do 40 % poniżej lub powyżej poziomu zainteresowania. Koncentracja dioksyn w tych próbkach o znacznych poziomach musi być ustalona/potwierdzona za pomocą metody zatwierdzania.

Metody przesiewania są metodami wykorzystywanymi do wykrywania obecności dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) na poziomie zainteresowania. Metody te mają zdolność związaną z wysoką wydajnością próbek i są wykorzystywane do przesiewania dużych ilości próbek dla potencjalnych wyników pozytywnych. Są one specjalnie zaprojektowane, aby unikały fałszywych wyników negatywnych.

Metody zatwierdzania są metodami, które zapewniają pełną lub uzupełniającą informację pozwalającą na identyfikację dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) do celów jednoznacznej identyfikacji i kwantyfikacji na poziomie zainteresowania.

2. **Tło**

Z uwagi na to, że próbki środowiskowe i próbki biologiczne (w tym próbki materiałów paszowych/pasz) generalnie zawierają złożone mieszanki różnych dioksynowych pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego, do celów ułatwienia oceny ryzyka rozwinięta została koncepcja czynników równoważności toksycznej (TEF). Te TEF zostały stworzone w celu wyrażenia koncentracji mieszanek PCDD i PCDF o podstawionych 2,3,7,8, a niedawno, niektórych PCB o podstawionym nieorto i monoorto chlorze, które posiadają podobne do dioksyn działanie w toksycznych równoważnikach (TEQ) o 2,3,7,8-TCDD (patrz załącznik I, przypis 1).

Koncentracje indywidualnych substancji w danej próbce są mnożone przez swoje odpowiednie TEF, a następnie sumowane do postaci całkowitej koncentracji dioksynopochodnych składników wyrażonych w TEQ.

Koncepcja „ograniczenia górnego” wymaga zastosowania limitu kwantyfikacji wobec udziału każdego niekwantyfikowanego pierwiastka należącego do tej samej grupy układu okresowego, co TEQ.

Koncepcja „ograniczenia dolnego” wymaga zastosowania zera wobec udziału każdego niekwantyfikowanego pierwiastka należącego do tej samej grupy układu okresowego, co TEQ.

Koncepcja „ograniczenia średniego” wymaga zastosowania połowy limitu kwantyfikacji obliczającej wkład każdego niekwantyfikowanego pierwiastka należącego do tej samej grupy układu okresowego, co TEQ.

▼M1

Wyłącznie do celów niniejszej dyrektywy dopuszczalną granicą kwantyfikacji dla każdego z rozpatrywanych kongenerów jest stężenie analitu w wyciągu z próbki, które powoduje reakcję na impuls dwóch różnych jonów, rejestrowaną przy współczynniku sygnał/szum równym 3:1 dla sygnału mniej wrażliwego i przy spełnieniu podstawowych wymagań, takich jak np. czas retencji i stosunek izotopowy, zgodnie z procedurą pomiaru opisaną w metodzie EPA 1613 wersja B.

▼B

3. **Wymagania dotyczące zapewnienia jakości przestrzegane do celów przygotowania próbek**

Stosuje się przepisy ogólne dotyczące przygotowania próbek do analizy, ustanowione w załączniku do dyrektywy Komisji 81/680/EWG z dnia 30

▼B

lipca 1981 r. zmieniającej dyrektywy 71/250/EWG, 71/393/EWG, 72/199/EWG, 73/46/EWG, 74/203/EWG, 75/84/EWG, 76/372/EWG i 78/633/EWG ustanawiające Wspólnotowe metody analiz do celów urzędowej kontroli pasz ([1]).

Ponadto, należy spełnić następujące wymagania:

— próbki muszą być przechowywane i transportowane w szklanych, aluminiowych, polipropylenowych lub polietylenowych pojemnikach. Ślady pyłu papierowego muszą być usunięte z pojemnika na próbki. Szkło powinno być przemyte rozpuszczalnikami uprzednio skontrolowanymi pod względem obecności dioksyn,

— przeprowadzić zerową analizę poprzez przeprowadzenie całej procedury analitycznej z pominięciem jedynie próbki,

— waga próbek użytych do celów ekstracji musi być odpowiednia do spełnienia wymagań odnoszących się do czułości.

4. **Wymagania dotyczące laboratoriów**

— Laboratoria zaprezentują przeprowadzenie metody w zakresie poziomu zainteresowania, na przykład, 0,5 ×, 1 × i 2 × poziom zainteresowania z możliwym do zaakceptowania współczynnikiem zmienności dla powtórzonej analizy. Odnośnie szczegółów dotyczących kryteriów przyjęcia, patrz: pkt 5.

— Limit kwantyfikacji w odniesieniu do metody zatwierdzania wyniesie około jednej-piątej poziomu zainteresowania, w celu zagwarantowania, że możliwe do zaakceptowania współczynniki zmienności są spełnione w zakresie poziomu zainteresowania.

— Regularne zerowe kontrole i eksperymenty szczytowe lub analiza próbek kontrolnych (najlepiej, w miarę możliwości, poświadczony materiał referencyjny) są przeprowadzane jako wewnętrzne środki kontroli jakości.

— Udany udział w międzylaboratoryjnych badaniach, które oceniają profesjonalizm laboratoryjny, jest najlepszym sposobem dowiedzenia kompetencji w specyficznych analizach. Jednakże udany udział w międzylaboratoryjnych badaniach odnośnie do, na przykład, próbki gleby lub ścieków, niekoniecznie dowodzi kompetencji także w dziedzinie próbek żywności lub pasz, które przedstawiają niższe poziomy zanieczyszczenia. Wobec tego, stały udział w międzylaboratoryjnych badaniach do celów określania dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB) w odpowiednich żywnościowych/paszowych składnikach głównych jest obligatoryjny.

— Laboratoria będą akredytowane przez uznawany organ działający zgodnie z ISO Guide 58, aby zagwarantować, że stosują one zapewnienie analitycznej jakości. Laboratoriom powinna być przyznana następująca norma ISO/IWE/17025:1999.

5. **Wymagania dotyczące procedur analitycznych wobec dioksyn i dioksynopochodnych polichlorowanych bifenyli (PCB)**

Podstawowe wymagania dotyczące przyjęcia procedur analitycznych:

— *Wysoka czułość i niskie limity wykrywania*. Dla PCDD i PCDF, wykrywalne ilości muszą być w skali pikogramowej TEQ (10^{-12} g) z uwagi na ekstremalną toksyczność niektórych spośród tych składników. PCB są znane z tego, że pojawiają się na wyższych poziomach niż PCDD i PCDF. Dla większości pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego PCB, czułość w skali nanogramowej (10^{-9} g) jest już wystarczająca. Jednakże, do celów pomiaru bardziej toksycznych dioksynopochodnych pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego PCB (zwłaszcza podstawionych nieorto pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego), musi być uzyskana taka sama czułość, jak dla PCDD i PCDF.

— *Wysoka selektywność (specyficzność)*. Rozróżnienie jest wymagane dla PCDD, PCDF i dioksynopochodnych PCB od mnóstwa innych, współekstraktowanych i być może kolidujących ze sobą składników obecnych w koncentracjach do kilku rzędów wielkości wyższych niż koncentracje obiektów analizowanych zainteresowania. Dla metod chromatografii gazowej/spektometrii masowej (GC/MS), konieczne jest rozróżnienie

([1]) Dz.U. L 246 z 29.8.1981, str. 32.

▼B

między różnymi pierwiastkami należącymi do tej samej grupy układu okresowego, takie jak pomiędzy toksycznymi (np. siedemnaście PCDD i PCDF o podstawionych 2,3,7,8 oraz dioksynopochodnych PCB), a innymi pierwiastkami należącymi do tej samej grupy układu okresowego. Badania biologiczne powinny móc ustalać wartości TEQ selektywnie jako sumę PCDD, PCDF i dioksynopochodnych PCB.

— *Wysoka dokładność (prawdziwość i precyzja)*. Ustalenie powinno przewidywać uzasadnioną i rzetelną prognozę rzeczywistej koncentracji w próbce. Wysoka dokładność (dokładność pomiaru: bliskość układu między wynikiem pomiaru z rzeczywistą lub wyznaczoną wartością pomiaru) jest konieczna, aby uniknąć odrzucenia wyniku analizy próbki na podstawie słabej wiarygodności prognozy TEQ. Dokładność jest wyrażona jako prawdziwość (różnica między średnią wartością mierzoną w odniesieniu do przedmiotu analizy w poświadczonym materiale, a jego poświadczoną wartością, wyrażoną jako wartość procentowa tej wartości) i precyzja (precyzja jest zazwyczaj obliczana jako standardowe odchylenie obejmujące powtarzalność i odtwarzalność, i wskazuje na bliskość układu między wynikami otrzymanymi poprzez zastosowanie procedury eksperymentalnej kilka razy w ramach określonych warunków).

Metody przesiewania mogą obejmować badania biologiczne oraz metody GC/MS; metody zatwierdzania to metody chromatografii gazowej o dużej zdolności rozdzielczej/spektometrii masowej o dużej zdolności rozdzielczej (HRGC/HRMS). Należy spełnić następujące kryteria dotyczące całkowitej wartości TEQ:

	Metody przesiewania	Metody zatwierdzania
Wartość fałszywego wyniku negatywnego	< 1 %	
Prawdziwość		- 20 % do + 20 %
CV	< 30 %	< 15 %

6. **Szczególne wymagania dotyczące metod GC/MS, przestrzegane do celów przesiewania lub zatwierdzania**

— Dodanie norm wewnętrznych PCDD/F znaczonych ^{13}C o podstawionym chlorze 2,3,7,8 (oraz wewnętrznych dioksynopochodnych norm PCB znaczonych ^{13}C, jeżeli dioksynopodobne PCB muszą być ustalone), musi być przeprowadzane na samym początku rozpoczęcia metody analitycznej, na przykład, przed ekstrakcją, w celu uzasadnienia procedury analitycznej. Przynajmniej jeden pierwiastek należący do tej samej grupy układu okresowego dla każdej z tetra do okta-chlorowanych homologicznych grup dla PCDD/F (i przynajmniej jeden pierwiastek należący do tej samej grupy układu okresowego dla każdej z homologicznych grup dla dioksynopochodnych PCB, jeśli dioksynopodobne PCB muszą być ustalone), muszą zostać dodane (alternatywnie, przynajmniej jeden pierwiastek należący do tej samej grupy układu okresowego dla każdego wyselekcjonowanego jonu spektometrycznego masy zapisujący funkcję wykorzystywaną do celów monitorowania PCDD/F i dioksynopochodnych PCB). Istnieje wyraźna preferencja, oczywiście w przypadku metod zatwierdzania, co do stosowania wszystkich siedemnastu znaczonych ^{13}C wewnętrznych norm PCDD/F o podstawionych 2,3,7,8 i wszystkich dwunastu znaczonych ^{13}C wewnętrznych norm dioksynopochodnych PCB (jeśli dioksynopodobne PCB muszą być ustalone).

Odpowiednie czynniki reakcji powinny także być ustalone dla tych pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego, dla których nie dodaje się analogu znaczonego ^{13}C, za pomocą wykorzystania właściwych rozwiązań kalibracyjnych.

— W odniesieniu do pasz pochodzenia roślinnego oraz pasz pochodzenia zwierzęcego zawierających mniej niż 10 % tłuszczu, dodanie wewnętrznej normy jest obligatoryjne przed ekstrakcją. W odniesieniu do pasz pochodzenia zwierzęcego zawierających ponad 10 % tłuszczu, wewnętrzne normy mogą być dodane albo przed ekstrakcją, albo po ekstrakcji tłuszczu. Właściwe uzasadnienie efektywności ekstrakcji powinno zostać przeprowadzone, w zależności od etapu, na którym

▼B

wewnętrzne normy są wprowadzane i od tego, czy z wyników sporządzany jest raport na temat podstawy produktu lub tłuszczu.

— Przed analizą GC/MS, jedna lub dwie regeneracyjne (zastępcze) normy muszą zostać dodane.

— Kontrola regeneracji jest konieczna. W odniesieniu do metody zatwierdzania, regeneracja indywidualnych wewnętrznych norm powinna być w granicach 60 % do 120 %. Niższe lub wyższe regeneracje odnośnie do indywidualnych pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego, zwłaszcza niektórych siedmio- i ośmio- chlorowanych dwubenzodioksyn i dibenzofuranów, są możliwe do zaakceptowania pod warunkiem że ich udział w wartości TEQ nie przekracza 10 % całkowitej wartości TEQ (w oparciu tylko o PCDD/F). W odniesieniu do metod przesiewania, regeneracje powinny być w granicach 30 %-140 %.

— Separacja dioksyn od kolidujących z nimi chlorowanych składników, takich jak PCB i chlorowane dwufenylowe etery, powinna być przeprowadzana za pomocą odpowiednich chromatograficznych technik (najlepiej z kolumną florisilu, aluminium i/lub węgla).

— Gazochromatograficzna separacja izomerów powinna być odpowiednia (< 25 % wartość szczytowa do wartości szczytowej między 1,2,3,4,7,8-HxCDF, a 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Oznaczanie powinno być przeprowadzane zgodnie z Metodą EPA 1613 rewizji B: cztero - poprzez ośmiu - chlorowane dioksyny i furany przez rozcieńczanie izotopowe HRGC/HRMS lub inną, z równoważnymi kryteriami wydajności.

— Różnica między poziomem ograniczenia górnego a poziomem ograniczenia dolnego nie powinna przekraczać 20 % w odniesieniu do pasz z zanieczyszczeniem dioksynowym w zakresie lub powyżej maksymalnego poziomu. W odniesieniu do pasz z poziomami zanieczyszczenia znacznie poniżej poziomu maksymalnego, różnica może być w granicach 25 %-40 %.

7. **Przesiewowe metody analizy**

7.1. *Wprowadzenie*

Różne podejścia analityczne mogą być przeprowadzane z zastosowaniem metody przesiewania: czysto przesiewowe podejście i podejście ilościowe.

P o d e j ś c i e p r z e s i e w o w e

Reakcja próbek jest porównywana do reakcji próbki referencyjnej na poziomie zainteresowania. Próbki o reakcji niższej niż referencyjne są zgłaszane jako negatywne, zaś próbki o wyższej reakcji podejrzewa się, że są pozytywne. Wymagania:

— zerowe i referencyjne próbki muszą być zawarte w każdej serii testów, która podlega ekstrakcji i jednocześnie testowane w ramach identycznych warunków. Próbka referencyjna musi wykazywać wyraźnie podwyższoną reakcję w porównaniu do zerowej,

— dodatkowe próbki referencyjne na 0,5 × i 2 × poziomie zainteresowania powinny być włączone, aby dowodziły właściwego przeprowadzenia testu w zakresie zainteresowania w odniesieniu do kontroli poziomu zainteresowania,

— przy testowaniu innych składników głównych, odpowiedniość próbek referencyjnych musi być wykazana, najlepiej poprzez włączenie próbek wskazanych przez HRGC/HRMS, aby zawierały poziom TEQ bliski poziomowi próbki referencyjnej, albo też zerowej szczytowej na tym poziomie,

— z uwagi na to, że wewnętrzne normy nie mogą być stosowane w badaniach biologicznych, testy dotyczące powtarzalności są bardzo ważne dla celów uzyskania informacji na temat standardowego odchylenia w ramach jednej serii testów. Współczynnik wahań powinien wynosić poniżej 30 %,

— w odniesieniu do badań biologicznych, powinny zostać określone składniki docelowe, możliwe zakłócenia, i maksymalnie do zniesienia zerowe poziomy.

▼B

Ilościowe podejście

Podejście ilościowe standardowej wymaga serii rozcieńczania, dwukrotnego lub trzykrotnego czyszczenia i pomiarów, jak również zerowych i regeneracyjnych kontroli. Wynik może być wyrażony jako TEQ, tym samym zakładając, że składniki odpowiedzialne za sygnał odpowiadają zasadzie TEQ. Można to przeprowadzić za pomocą wykorzystania TCDD (lub standardowej mieszanki dioksyna/furan) do przedłużenia krzywej wzorcowania do obliczania poziomu TEQ w ekstrakcie i w ten sposób w próbce. Jest ona następnie korygowana do poziomu TEQ obliczonego dla zerowej próbki (do wyliczenia zanieczyszczeń z zastosowanych rozpuszczalników i chemikaliów), oraz próbki regeneracyjnej (obliczonej z poziomu TEQ w kontroli jakości próbki w pobliżu limitu zainteresowania). Należy zauważyć, że część widocznej straty w regeneracji może być spowodowana wpływem składnika głównego i/lub różnicami między wartościami TEF w badaniach biologicznych oraz oficjalnymi wartościami TEF ustalonymi przez WHO.

7.2. *Wymagania dotyczące metod analizy wykorzystywanej do celów przesiewania*

— Metody analiz GC/MS i badań biologicznych mogą być wykorzystane do celów przesiewania. W odniesieniu do metod GC/MS stosuje się wymagania ustanowione w punkcie 6. W odniesieniu do badań biologicznych opartych na komórkach, szczególne wymagania są ustanowione w punkcie 7.3, w odniesieniu do badań biologicznych opartych na zestawach - w punkcie 7.4.

— Informacja na temat ilości fałszywych wyników pozytywnych i fałszywych wyników negatywnych dużego zestawu próbek poniżej i powyżej poziomu maksymalnego lub poziomu działania jest konieczna, w porównaniu do zawartości TEQ ustalonej za pomocą potwierdzającej metody analizy. Rzeczywiste fałszywe negatywne wyniki powinny być poniżej 1 %. Wynik fałszywej pozytywnej próbki powinien być wystarczająco niski, aby wykorzystać przesiewowe narzędzie.

— Pozytywne wyniki muszą zawsze być potwierdzane za pomocą zatwierdzającej metody analizy (HRGC/HRMS). Ponadto, próbki z szerokim zakresem TEQ powinny być potwierdzane przez HRGC/HRMS (około 2 %-10 % negatywnych próbek). Informacja na temat odpowiedniości pomiędzy badaniami biologicznymi, a wynikami HRGC/HRMS powinna być udostępniona.

7.3. *Szczególne wymagania dotyczące badań biologicznych opartych na komórkach*

— Podczas przeprowadzania badania biologicznego, każda seria testów wymaga serii koncentracji referencyjnej TCDD lub mieszanki dioksyna/furan (pełna dawka-krzywa reakcji z $R^2 > 0{,}95$). Jednakże, do celów przesiewania, poszerzona krzywa niskiego-poziomu do celów analizowania próbek niskopoziomowych mogłaby zostać zastosowana.

— Koncentracja referencyjna TCDD (średnio trzykrotność limitu kwantyfikacji) na arkuszu kontroli jakości powinna być zastosowana dla wyniku badań biologicznych przez pewien ciągły okres. Alternatywą mogłaby być relatywna reakcja próbki referencyjnej w porównaniu do linii kalibracji TCDD, jako że reakcja komórek może zależeć od wielu czynników.

— Wykresy kontroli jakości (QC) na każdy typ materiału referencyjnego powinny być rejestrowane i sprawdzane w celu zagwarantowania, że są one zgodne z zadeklarowanymi wytycznymi.

— Zwłaszcza w odniesieniu do obliczeń ilościowych, indukcja rozcieńczania wykorzystanej próbki musi być w ramach liniowej części krzywej reakcji. Próbki powyżej liniowej części krzywej reakcji muszą być rozcieńczone i poddane ponownemu testowi. Wobec tego, zaleca się do przetestowania przynajmniej trzy lub więcej rozcieńczenia jednocześnie.

— Odchylenie normy procentowej nie powinno być powyżej 15 % w trzykrotnym oznaczaniu dla każdego rozcieńczenia próbek, ani powyżej 30 % między trzema niezależnymi doświadczeniami.

— Limit wykrywania może być ustalony jako trzykrotność standardowego odchylenia rozpuszczalnika zerowego lub reakcji tła. Innym podejściem jest zastosowanie reakcji, która jest powyżej tła (wskaźnik indukcji jest

▼B

pięciokrotnością rozpuszczalnika zerowego) obliczonego z krzywej odwzorowania dnia. Limit kwantyfikacji może być ustalony jako pięcio - lub sześciokrotność standardowego odchylenia rozpuszczalnika zerowego lub reakcji tła lub stosować reakcję, która jest wyraźnie powyżej tła (wskaźnik indukcji jest dziesięciokrotnością rozpuszczalnika zerowego) obliczonego z krzywej odwzorowania dnia.

7.4. *Szczególne wymagania dotyczące badań biologicznych opartych na zestawie* ([1])

— Zalecenia producenta dotyczące przygotowania próbek i analiz muszą być przestrzegane.

— Zestawy testowe nie powinny być używane po wygaśnięciu daty.

— Materiały lub składniki przeznaczone do zastosowania z innymi zestawami nie powinny być wykorzystywane.

— Zestawy testowe powinny być przechowywane w ramach określonego zakresu temperatury przechowywania i używane w określonej temperaturze operacyjnej.

— Limit wykrywania dla badań immunologicznych jest ustalany jako suma średniej i trzykrotności standardowego odchylenia, oparty na dziesięciokrotnie powtórzonej analizie zerowej, podzielony przez wartość nachylenia równania regresyjnego pierwszego stopnia.

— Normy referencyjne powinny być stosowane w odniesieniu do testów w laboratorium w celu zagwarantowania, że odpowiedniość wobec normy jest w możliwym do zaakceptowania zakresie.

8. **Sprawozdania z wyników**

Na tyle, na ile pozwala zastosowana procedura analityczna, wyniki analityczne powinny zawierać poziomy indywidualnych pierwiastków należących do tej samej grupy układu okresowego PCDD/F i PCB oraz pojawiać się w sprawozdaniach jako niższe związanie, wyższe związanie i średnie związanie, w celu zawarcia maksymalnej ilości informacji w sprawozdaniu z wyników i tym samym umożliwienia interpretacji wyników zgodnie ze szczególnymi wymaganiami.

Sprawozdanie powinno także zawierać składnik lipidowy próbki, jak również metodę wykorzystaną do ekstrakcji lipidowej.

Regeneracje indywidualnych wewnętrznych norm muszą być udostępnione w przypadku gdy regeneracje wykraczają poza zakres wspomniany w punkcie 6, w przypadku gdy poziom maksymalny jest przekroczony i w innych przypadkach na żądanie.

([1]) Nie przedstawiono dowodów na temat dostępnych na rynku badań biologicznych opartych na zestawach o wystarczającej czułości i wiarygodności, aby były wykorzystywane do celów przesiewania pod względem obecności dioksyn na wymaganych poziomach w próbkach środków spożywczych i pasz.