Tento dokument slúži čisto na potrebu dokumentácie a inštitúcie nenesú nijakú zodpovednosť za jeho obsah

►**B**

SMERNICA KOMISIE 2002/70/ES

z 26. júla 2002,

ktorou sa zavádzajú požiadavky na určovanie koncentrácie dioxínov a PCB podobných dioxínom v krmivách

(Text s významom pre EHP)

(UL L 209, 6.8.2002, str. 15)

Zmenené a doplnené:

		Úradný vestník		
		Č.	Strana	Dátum
►**M1**	Smernica Komisie 2005/7/ES z 27. januára 2005	L 27	41	29.1.2005

▼B

SMERNICA KOMISIE 2002/70/ES

z 26. júla 2002,

ktorou sa zavádzajú požiadavky na určovanie koncentrácie dioxínov a PCB podobných dioxínom v krmivách

(Text s významom pre EHP)

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 70/373/EHS z 20. júla 1970 o zavádzaní metód spoločenstva, pokiaľ ide o odoberanie vzoriek a vykonávanie analýzy na účel úradnej kontroly krmív ([1]), naposledy zmenenú a doplnenú Aktom o pristúpení Fínska, Rakúska a Švédska, najmä na jej článok 2,

keďže:

(1) Smernicou Rady 1999/29/ES z 22.apríla 1999 o nežiaducich látkach a výrobkoch vo výžive zvierat ([2]), naposledy zmenenou a doplnenou smernicou 2001/102/ES ([3]), sa zavádza maximálna koncentrácia dioxínov a furánov vo viacerých látkach a krmivách.

(2) Je potrebné určiť požiadavky, ktoré by mala spĺňať metóda analýzy, aby sa zabezpečilo, že v laboratóriách sa budú používať porovnateľne účinné metódy analýzy.

(3) Ustanovenia týkajúce sa odoberania vzoriek a metód analýzy sa vypracovali na základe súčasného poznania a možno ich upraviť, aby sa zohľadnil pokrok vo vedecko-technických poznatkoch.

(4) Ustanovenia, ktoré sa prijímajú touto smernicou, sa vzťahujú len na analýzu dioxínov a PCB podobných dioxínom na účel vykonania smernice 2001/102/ES, ktorou sa mení a dopĺňa smernica 1999/29/ES o nežiaducich látkach a výrobkoch vo výžive zvierat.

(5) V záujme získania úplných a spoľahlivých údajov o prítomnosti PCB podobných dioxínom v kŕmnych látkach a krmivách by sa malo postupovať aktívne. Mali by sa preto ustanoviť požiadavky ohľadne metód analýzy pri určovaní prítomnosti PCB podobných dioxínom v kŕmnych látkach a krmivách.

(6) Pri výbere vzoriek s významnou koncentráciou dioxínov by sa mohla použiť metóda skríningovej analýzy s preukázanou, všeobecne uznávanou platnosťou a vysokou výkonnosťou. Koncentrácia dioxínov v týchto vzorkách sa musí určiť metódou overovacej analýzy. Z toho dôvodu je vhodné, aby sa určili požiadavky ohľadne metód overovacej analýzy a skríningovej analýzy.

(7) Opatrenia, ktoré sa ustanovujú v tejto smernici, sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potravinový reťazec a zdravie zvierat,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Členské štáty zabezpečujú, aby sa odber vzoriek na úradnú kontrolu koncentrácie dioxínov a furánov a určovanie koncentrácie PCB podob-

([1]) Ú. v. ES L 170, 3.8.1970, s. 2.
([2]) Ú. v. ES L 115, 4.5.1999, s. 32.
([3]) Ú. v. ES L 6, 10.1.2002, s. 45.

▼B

ných dioxínom v krmivách vykonával v súlade s metódami opísanými v prílohe I.

Článok 2

Členské štáty zabezpečia, aby príprava vzoriek a metódy analýzy, ktoré sa používajú pri kontrole koncentrácie dioxínov a furánov a určovaní koncentrácie PCB podobných dioxínom v krmivách, vyhovovala kritériám opísaným v prílohe II.

Článok 3

Členské štáty uvedú do účinnosti zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia, ktoré sú potrebné na zosúladenie s touto smernicou, najneskôr do 28. februára 2003. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Pri ich prijímaní členskými štátmi obsahujú tieto ustanovenia odkaz na túto smernicu alebo sa k nim pripája pri príležitosti ich úradného uverejnenia. Členské štáty určujú, akým spôsobom sa takýto odkaz vykoná.

Článok 4

Táto smernica nadobúda účinnosť 20. deň odo dňa jej uverejnenia v *Úradnom vestníku Európskych spoločenstiev*.

Článok 5

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

▼B

PRÍLOHA I

METÓDY ODBERU VZORIEK NA ÚRADNÚ KONTROLU KONCENTRÁCIE DIOXÍNOV (PCDD/PCDF) A URČOVANIE PRÍTOMNOSTI PCB PODOBNÝCH DIOXÍNOM V URČITÝCH KRMIVÁCH

▼M1

1. **Cieľ a rozsah pôsobnosti**

Vzorky určené na úradnú kontrolu koncentrácie obsahu dioxínov (PCDD/PCDF), ako aj na určenie obsahu PCB podobných dioxínom ([1]) v krmivách majú byť odobrané v súlade s ustanoveniami smernice 76/371/EHS. Pri kontrole látok a výrobkov rovnomerne rozložených v krmivách musia byť uplatnené kvantitatívne požiadavky tak, ako je ustanovené v bode 5.A prílohy k smernici 76/371/EHS. Súborné vzorky, ktoré sa takto získajú, sa považujú za reprezentatívne pre vzorkované dávky alebo časti vzorkovaných dávok, z ktorých sa odoberú. Dodržanie maximálnej koncentrácie ustanovenej v smernici Európskeho parlamentu a Rady 2002/32/ES ([2]) sa zisťuje na základe určenia koncentrácie v laboratórnych vzorkách.

2. **Zhodnosť vzorkovanej dávky alebo časti vzorkovanej dávky so špecifikáciou**

Vzorkovaná dávka je schválená, ak výsledok jednej analýzy neprekročí príslušnú maximálnu hodnotu stanovenú v smernici 2002/32/ES, berúc do úvahy neistotu merania.

Vzorkovaná dávka nevyhovuje hranici maximálnej hodnoty stanovenej v smernici 2002/32/ES, ak výsledok potvrdený opakovanou analýzou a vypočítaný ako priemer minimálne dvoch posledných nezávislých zistení jednoznačne prekročí maximálnu hodnotu, berúc do úvahy neistotu merania.

Neistota merania sa môže vziať do úvahy v súlade s niektorým z nasledovných postupov:

([1]) Tabuľka PCB podobných dioxínom

Kongener	Hodnota TEF	Kongener	Hodnota TEF
dibenzo-p-dioxíny (**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	*PCB podobné dioxínom:* **non-ortho PCB + mono-ortho PCB**	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	**non-ortho 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
dibenzofurány (**PCDF**)		PCB 169	0,01
2,3,7,8-TCDF	0,1	**mono-ortho 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

Použité skratky: T-tetra; Pe-penta; Hx-hexa; Hp-hepta; O-okta; CDD-chlorodibenzo-p-dioxín; CDF-chlórodibenzofurán; CB- chlórobifenyl.

([2]) Ú. v. ES L 140, 30.5.2002, s. 10.

▼M1

— vypočítaním rozšírenej neistoty merania, použitím faktora 2, ktorý zabezpečuje spoľahlivosť na úrovni približne 95 %,

— stanovením hraničnej hodnoty (CCα) v súlade s rozhodnutím Komisie 2002/657/ES [1] (bod 3.1.2.5 prílohy – látky so stanovenou povolenou hodnotou).

Súčasné pravidlá interpretácie sa vzťahujú na výsledok analýzy získaný zo vzorky na úradnú kontrolu. Tým nie je dotknuté právo členských štátov aplikovať na analýzy vnútroštátne pravidlá na účely obrany alebo rozhodovacieho konania uvedených v článku 18 smernice 95/53 [2].

[1] Ú. v. ES L 221, 17.8.2002, s. 8.
[2] Ú. v. ES L 265, 8.11.1995, s. 17.

▼B

PRÍLOHA II

PRÍPRAVA VZORIEK A POŽIADAVKY NA METÓDY ANALÝZY, KTORÉ SA POUŽÍVAJÚ PRI ÚRADNEJ KONTROLE KONCENTRÁCIE DIOXÍNOV (PCDD/PCDF) A PRI URČOVANÍ PRÍTOMNOSTI PCB PODOBNÝCH DIOXÍNOM V URČITÝCH KRMIVÁCH

1. **Cieľ a pôsobnosť**

Tieto požiadavky by sa mali uplatňovať tam, kde sa krmivové zložky a krmivá analyzujú na prítomnosť dioxínov (polychlórovaných dibenzo-p-dioxínov) (PCDD) a polychlórovaných dibenzofuránov (PCDF) a dioxínom podobných polychlórovaných bifenylov (PCB).

Kontrolu prítomnosti dioxínov v krmivách možno vykonávať tak, že na vyselektovanie vzoriek s koncentráciou dioxínov a PCB podobných dioxínom menšou ako 30 % až 40 % alebo prekračujúcou mieru významnosti sa použije skríningová metóda. Koncentrácia dioxínov vo vzorkách s významnou mierou koncentrácie sa musí určiť/potvrdiť potvrdzujúcou metódou.

Skríningové metódy sú metódy, ktoré sa používajú na zisťovanie prítomnosti dioxínov a PCB podobných dioxínom vo významnej koncentrácii. Týmito metódami možno analyzovať veľké množstvo vzoriek a používajú sa na vytriedenie prípadných pozitívnych vzoriek z veľkého množstva. Konkrétne sú určené na to, aby sa zabránilo výskytu nesprávnych negatívnych vzoriek.

Potvrdzujúce metódy sú metódy, ktoré poskytujú úplné alebo dodatkové informácie, na základe ktorých možno jednoznačne určiť a kvantifikovať významnú mieru koncentrácie dioxínov a PCB podobných dioxínom.

2. **Základné informácie**

Vzhľadom na to, že environmentálne a biologické vzorky (vrátane vzoriek krmivových zložiek/krmív) spravidla obsahujú komplexné zmesi rôznych príbuzných dioxínov, v záujme jednoduchšieho vyhodnocovania rizík sa vypracoval pojem faktory toxickej ekvivalencie (TEF).Tieto TEF sa zaviedli na vyjadrenie koncentrácií zmesí s 2,3,7,8-substituovanými PCDD a PCDF a celkom nedávno s určitými neorto a mono-orto chlór substituovanými PCB s dioxínom podobnou účinnosťou v toxických ekvivalentoch (TEQ) 2,3,7,8-TCDD (pozri prílohu I, poznámka pod čiarou 1).

Koncentrácie jednotlivých látok v danej vzorke sa vynásobia ich príslušným TEF a celková koncentrácia zlúčenín podobných dioxínom, vyjadrená v TEQ, sa potom vypočíta ich sčítaním.

Pojem „vysoká koncentrácie“ si vyžaduje použitie hranice kvantifikovateľnosti, pokiaľ ide o podiel každej nekvantifikovanej príbuznej látky na TEQ.

Pojem „nízka koncentrácia“ si vyžaduje použiť nulu v súvislosti s určením podielu každej nekvantifikovanej príbuznej látky na TEQ.

Pojem „stredná koncentrácia“ si vyžaduje použiť polovičnú hranicu kvantifikovateľnosti, pomocou ktorej sa vypočítava podiel každej nekvantifikovanej látky na TEQ.

▼M1

Výlučne na účely tejto smernice je prípustná hraničná hodnota stanovenia množstva jednotlivých kongenerov koncentrácia analytu v extrakte vzorky, ktorá vytvára inštrumentálnu reakciu na dvoch rôznych iontoch, určených na monitorovanie v pomere signál – šum 3:1 pre menej citlivé signály a pri splnení základných požiadaviek, ako je napr. retenčný čas alebo pomer izotopu podľa postupu stanovenia popísaného v metóde EPA 1613 revízie B.

▼B

3. **Požiadavky na zabezpečenie kvality, ktoré sa musia splniť pri príprave vzoriek**

Platia všeobecne platné ustanovenia týkajúce sa prípravy vzoriek na analýzu, ako sa ustanovuje v prílohe k smernici Komisie 81/680/EHS z 30. júla 1981, ktorou sa menia a dopĺňajú smernice 71/250/EHS, 71/393/EHS, 72/199/EHS, 73/46/EHS, 74/203/EHS, 75/84/EHS, 76/372/EHS a 78/633/EHS, zavádzajúce analytické metódy spoločenstva na kontrolu krmív ([1]).

([1]) Ú. v. ES L 246, 29.8.1981, s. 32.

▼B

Okrem toho sa musia splniť tieto požiadavky:

— vzorky sa musia uchovávať a prepravovať v sklenených, hliníkových, polypropylénových alebo polyetylénových nádobách. Z nádoby určenej na uchovávanie vzoriek sa musia odstrániť stopové množstvá papierového prachu. Sklenené nádoby by sa mali vypláchnuť rozpúšťadlami, ktoré sa najskôr skontrolujú na prítomnosť dioxínov,

— vykonaním celého postupu analýzy bez vzorky vykonajte analýzu na prázdno,

— hmotnosť vzorky, ktorá sa použije na extrakciu, musí byť postačujúca na to, aby sa splnili požiadavky ohľadne citlivosti.

4. **Požiadavky na laboratóriá**

— Laboratóriá preukazujú výkonnosť určitej metódy v rozsahu miery významnosti, napríklad 0,5 x 1 x a 2 x miery významnosti s prípustným koeficientom odchýlky u opakovanej analýzy. Ohľadne kritérií prípustnosti pozri bod 5.

— Medza kvantifikovateľnosti u potvrdzujúcej metódy je v rozsahu približne jednej pätiny miery významnosti, aby sa zabezpečilo, že prijateľné koeficienty odchýlky sa splnia v rozsahu miery významnosti.

— Pravidelné slepé kontroly a pokusy na vopred kontaminovaných vzorkách alebo analýza kontrolných vzoriek (ak je to možné, tak najlepšie certifikovaného referenčného materiálu) sa vykonávajú v rámci vnútorných opatrení kontroly kvality.

— Úspešná účasť na medzilaboratórnom výskume, v rámci ktorého sa posudzuje odborná spôsobilosť laboratórií, predstavuje najlepší spôsob ako preukázať spôsobilosť pre konkrétne druhy analýzy. Jednako úspešná účasť na medzilaboratórnom výskume napríklad vzoriek pôdy alebo tekutého odpadu ešte nemusí preukazovať spôsobilosť v oblasti vzoriek potravín alebo krmív, u ktorých sa vyskytuje nižšia miera kontaminácie. Z toho dôvodu je povinná účasť na medzilaboratórnom výskume týkajúcom sa určovania prítomnosti dioxínov a PCB podobných dioxínom v príslušných matriciach krmív/materiálov.

— Laboratóriá autorizuje uznávaný orgán, ktorého činnosť sa riadi usmernením 58 ISO, aby sa zabezpečilo, že laboratóriá budú uplatňovať zabezpečovanie kvality analýz. Laboratóriá by sa mali autorizovať v súlade s normou 17025:1999 ISO/IEC.

5. **Požiadavky na analytické postupy u dioxínov a PCB podobných dioxínom**

Základné požiadavky na schválenie analytických postupov:

— *Vysoká citlivosť a nízka hranica zistiteľnosti.* V prípade PCDD a PCDF sa vzhľadom na mimoriadnu toxicitu niektorých zlúčenín zistiteľné množstvo musí nachádzať v pikogramovom rozsahu TEQ (10^{-12} g). Je známe, že PCB sa vyskytujú vo väčšej koncentrácii ako PCDD a PCDF. U väčšiny príbuzných PCB citlivosť v nanogramovom (10^{-09} g) rozsahu je už postačujúca. Avšak pri meraní toxickejších príbuzných PCB podobných dioxínom (najmä neorto substituovaných príbuzných látok) sa musí dosiahnuť rovnaká citlivosť ako u PCDD a PCDF.

— *Vysoká selektívnosť (špecifickosť).* Vyžaduje sa rozlíšenie PCDD, PCDF a PCB podobných dioxínom od viacerých iných, spolu vyextrahovaných a prípadne interferujúcich zlúčenín, ktoré sa vyskytujú v rádovo viacnásobne vyššej koncentrácii ako spomínané analyzované významné látky. V prípade metód plynovej chromatografie/hmotnostnej spektrometrie (GC/MS) je potrebné rozlíšenie medzi rôznymi príbuznými látkami, napríklad medzi toxickými (napr. sedemnástimi 2,3,7,8-substituovanými PCDD a PCDF a PCB podobnými dioxínom) a ostatnými príbuznými látkami. Pomocou biologických analýz by sa mali dať selektívne určiť hodnoty TEQ ako suma PCDD, PCDF a PCB podobných dioxínom.

— *Vysoká presnosť (správnosť a presnosť).* Na základe určenia by sa malo dospieť k platnému a spoľahlivému odhadu skutočnej koncentrácie v určitej vzorke. Vysoká presnosť (presnosť merania: miera zhody medzi výsledkom určitého merania a skutočnou alebo priradenou hodnotou merania) je potrebná, aby sa výsledok analýzy určitej vzorky nezamietol kvôli nízkej spoľahlivosti odhadu TEQ. Presnosť sa vyjadruje ako správnosť (rozdiel medzi strednou hodnotou merania určitej analyzovanej látky prítomnej v certifikovanom materiále a jej certifiko-

▼B

vanou hodnotou vyjadrenou v percentách tejto hodnoty) a presnosť (presnosť sa zvyčajne vyjadruje ako štandardná odchýlka, vrátane opakovateľnosti a reprodukovateľnosti, a udáva mieru zhody medzi výsledkami, ktoré sa získajú na základe viacnásobného uplatnenia experimentálneho postupu za predpísaných podmienok).

Skríningové metódy môžu zahŕňať biologické analýzy a metódy GC/MS; potvrdzujúce metódy sú metódy plynovej chromatografie s vysokou rozlišiteľnosťou/hmotnostnej spektrometrie s vysokou rozlišiteľnosťou (HRGC/HRMS). Pokiaľ ide o celkovú hodnotu TEQ, musia sa dodržať tieto kritériá:

	Skríningové metódy	Potvrdzujúce metódy
Miera nesprávnych negatívnych nálezov	< 1 %	
Správnosť		– 20 % a + 20 %
KV	< 30 %	< 15 %

6. **Osobitné požiadavky na metódy GC/MS, ktoré je potrebné splniť na účely vytrieďovania a potvrdzovania**

— Ak má byť analytický postup platný, na samom začiatku analýzy, napríklad pred extrakciou, sa musí pridať štandardný prídavok ^{13}C značených 2,3,7,8-chlór substituovaných vnútorných PCDD/F (a ^{13}C značených vnútorných PCB podobných dioxínom, ak sa má určiť prítomnosť PCB podobných dioxínom). Pre každú z tetra až okta-chlórovaných homologických skupín u PCDD/F sa musí pridať aspoň jedná príbuzná látka (a pre každú z homologovaných skupín u PCB podobných dioxínom, ak sa musí určiť prítomnosť PCB podobných dioxínom, aspoň jedna príbuzná látka) (prípadne aspoň jedna príbuzná látka pre každú hmotnostnou spektrometriou vyselektovanú, ióny zaznamenávajúcu funkciu, ktorá sa použije na kontrolu prítomnosti PCDD/F a PCB podobných dioxínom). V prípade potvrdzujúcich metód sa jednoznačne uprednostňuje použitie štandardného prídavku všetkých 17 ^{13}C značených 2,3,7,8-chlór substituovaných vnútorných PCDD/F a všetkých 12 ^{13}C značených 2,3,7,8-chlór vnútorných PCB podobných dioxínom (ak sa musí určiť prítomnosť PCB podobných dioxínom).

U príbuzných látok, u ktorých sa nepridáva žiadna ^{13}C značená podobná látka vo forme vhodného kalibračného roztoku, by sa mali určiť aj príslušné reakčné faktory.

— U krmív rastlinného pôvodu a krmív živočíšneho pôvodu, ktoré obsahujú menej ako 10 % tuku, sa pred extrakciou vnútorné štandardy pridávajú povinne. U krmovín živočíšneho pôvodu, ktoré obsahujú viac ako 10 % tuku, možno vnútorný štandard pridať buď pred extrakciou, alebo po vyextrahovaní tuku. V závislosti od toho, v ktorej fáze sa pridáva štandard, a od toho, či sa udávané výsledky vzťahujú na výrobok alebo tuk, by sa mala riadne preveriť účinnosť extrakcie.

— Ešte pred započatím analýzy GC/MS sa musí pridať jeden alebo dva extrakčný/-é (náhradný/-é) štandard/-y).

— Extrakciu je potrebné kontrolovať. U potvrdzujúcich metód by sa extrakcia jednotlivých vnútorných štandardov mala pohybovať v rozmedzí 60 % až 120 %. Nižšia alebo vyššia miera extrakcie sa u jednotlivých príbuzných látok, najmä u niektorých hepta- a okta-chlórovaných dibenzodioxínov a dibenzofuránov, pripúšťa za podmienky, že ich podiel na hodnote TEQ nie je väčší ako 10 % z celkovej hodnoty (vychádzajúcej len z PCDD/F). V prípade skríningových metód by sa extrakcia mala pohybovať v rozmedzí 30 % až 140 %.

— Separácia dioxínov z interferujúcich chlórovaných zlúčenín, akými sú PCB a chlórované difenylétery, by sa mala vykonať vhodnou chromatografickou technológiou (najlepšie s kolónou florisilu, oxidu hlinitého a/alebo uhlíka).

— Plynovochromatografická separácia izomérov by mala byť postačujúca. (< 25 % medzi vrcholmi 1,2,3,4,7,8-HxCDF a 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

▼B

— Určovanie by sa malo vykonať podľa metódy EPA 1613 revízie B: tetra- až okta-chlórované dioxíny a furány zriedením izotopov HRGC/HRMS alebo inou s rovnocennými kritériami výkonnosti.

— Rozdiel medzi hornou a dolnou hranicou by nemal byť väčší ako 20 % u krmív kontaminovaných dioxínmi v rozsahu maximálnej koncentrácie alebo väčšom. U krmív s mierou kontaminácie značne nižšou ako maximálna koncentrácia sa rozdiel môže pohybovať v rozsahu 25 % až 40 %.

7. **Skríningové metódy analýzy**

7.1. *Úvod*

Skríningovou metódou možno vykonávať rôzne analytické postupy: čistý skríningový postup a kvantitatívny postup.

Skríningový postup

Odozva na vzorky sa porovnáva s významnou odozvou na referenčné vzorky. Vzorky s nižšou odozvou ako u referenčnej sa vyhlásia za negatívne, s vyššou za potenciálne pozitívne. Požiadavky:

— slepá a referenčná vzorka sa musia zahrnúť do každej skúšobnej série, ktoré sa extrahujú a skúšajú súčasne za rovnakých podmienok. Referenčná vzorka musí vykazovať zjavne zvýšenú odozvu v porovnaní so slepou,

— do analýzy by sa mali zahrnúť aj ďalšie referenčné vzorky s 0,5 x a 2 x významnejšou odozvou, aby sa pri kontrole významnosti preukázala riadna výkonnosť skúšky v rozsahu významnosti,

— pri skúšaní iných materiálov sa musí preukázať vhodnosť referenčných vzoriek, a to najlepšie tak, že sa do analýzy zaradia vzorky, u ktorých sa pomocou HRGC/HRMS preukáže, že obsahujú TEQ približne na úrovni referenčnej vzorky, alebo slepé vzorky vopred kontaminované na tejto úrovni,

— keďže pri biologických analýzach nemožno používať vnútorné štandardy, veľmi dôležité sú skúšky opakovateľnosti, aby sa v rámci skúšobnej série získali údaje o štandardnej odchýlke. Koeficient odchýlky musí byť menší ako 30 %,

— pri biologických analýzach by sa mali určiť cieľové zlúčeniny, prípadné interferencie a maximálne prípustná miera slepých vzoriek.

Kvantitatívny postup

Kvantitatívny postup si vyžaduje série štandardných zriedení, dvojnásobné alebo trojnásobné čistenie a meranie, ako aj kontrolu slepých a extrakčných vzoriek. Výsledok možno vyjadriť ako TEQ, pričom sa predpokladá, že zlúčeniny, ktoré vyvolajú signál, zodpovedajú princípu TEQ. Možno na to použiť TCDD (alebo štandardnú zmes dioxínu/furánu), pričom obdržíme kalibračnú krivku na výpočet hodnoty TEQ v extrakte, a teda aj vo vzorke. Výsledok sa potom koriguje, pokiaľ ide hodnotu TEQ, ktorá sa vypočíta pre slepú vzorku, (aby sa zohľadnili nečistoty pochádzajúce z použitých rozpúšťadiel a chemikálií) a extrakciu (vypočítanú z hodnoty TEQ vzorky určenej na kontrolu kvality, ktorá sa pohybuje okolo hranice významnosti). Najdôležitejšie je uvedomiť si, že zdanlivý úbytok extrakcie môže byť čiastočne spôsobený účinkom materiálu a/alebo rozdielmi medzi hodnotami TEF v biologických analýzach a oficiálnymi hodnotami TEF, ktoré stanovila SZO.

7.2. *Požiadavky na metódy analýzy, ktoré sa používajú pri skríningu*

— Na skríning možno použiť metódy analýzy GC/MS a biologickú analýzu. V prípade metód GC/MS sa uplatnia požiadavky ustanovené v bode 6. V prípade biologických analýz s bunkami sa osobitné požiadavky ustanovujú v bode 7.3. a v prípade biologických analýz s použitým testovacej súpravy v bode 7.4.

— Informácie o počte nesprávnych pozitívnych nálezov a nesprávnych negatívnych nálezov vo veľkom súbore vzoriek, ktoré sa pohybujú pod a nad maximálnou koncentráciou alebo mierou účinnosti, sú potrebné na porovnanie s obsahom TEQ, ako sa určuje porovnávacou metódou analýzy. Skutočná miera nesprávnych negatívnych nálezov by mala byť nižšia ako 1 %. Miera nesprávne zistených pozitívnych vzoriek by mala byť natoľko nízka, aby sa vyplatilo použitie skríningového prístroja.

▼B

— Pozitívne nálezy sa spravidla musia potvrdiť potvrdzujúcou metódou analýzy (HRGC/HRMS). Okrem toho vzorky nachádzajúce sa v širokom rozsahu TEQ by sa mali potvrdiť HRGC/HRMS (približne 2 % až 10 % negatívnych vzoriek). Informácie o zhodnosti výsledkov biologickej analýzy s výsledkami HRGC/HRMS by mali byť k dispozícii.

7.3. *Osobitné požiadavky na bunečnú biologickú analýzu*

— Pri vykonávaní biologickej analýzy sa pri každom skúšobnom kole vyžaduje séria referenčných koncentrácií TCDD alebo určitej zmesi dioxínu/furánu (plná krivka odozvy dávke s $R^2 > 0,95$). Avšak na účely skríningu možno na analýzu vzoriek s nízkou odozvou použiť rozšírenú krivku nízkej odozvy.

— Na vykonávanie biologickej analýzy, vždy v rovnakom trvaní, sa používa referenčná koncentrácia TCDD (približne trojnásobok medze zistiteľnosti), ktorá sa uvádza na príslušnom hárku kontroly kvality. Alebo možno odozvu na referenčnú vzorku porovnávať s kalibračnou priamkou TCDD, keďže odozva na bunky môže závisieť od viacerých faktorov.

— Grafy kontroly kvality (QC) každého typu referenčného materiálu by sa mali zaznamenávať a kontrolovať, aby sa zabezpečilo, že výsledok bude v súlade s uvádzanými pokynmi.

— Najmä v prípade kvantitatívnych výpočtov indukcia použitého zriedenia vzorky sa musí pohybovať v lineárnej časti krivky odozvy. Vzorky, ktoré sa nachádzajú nad lineárnou časťou krivky odozvy, sa musia rozriediť a opäť preskúšať. Z toho dôvodu sa odporúča, aby sa súčasne preskúšali aspoň tri alebo viac zriedení.

— Štandardná percentuálna odchýlka by nemala byť väčšia ako 15 % pri trojnásobnom určovaní každého zriedenia vzorky a ako 30 % počas samostatných pokusov.

— Medzu zistiteľnosti možno určiť ako trojnásobok štandardnej odchýlky slepej vzorky alebo odozvy pozadia. Podľa iného postupu možno uplatniť odozvu väčšiu ako je odozva pozadia (indukčný faktor predstavuje päťnásobok slepej vzorky), vypočítanú na základe kalibračnej krivky za príslušný deň. Medzu kvantifikovateľnosti možno určiť ako päťnásobok štandardnej odchýlky slepej vzorky alebo odozvy pozadia alebo možno použiť odozvu, ktorá je zjavne väčšia ako odozva pozadia (indukčný faktor predstavuje 10-násobok slepej vzorky), vypočítaná na základe kalibračnej krivky za príslušný deň.

7.4. *Osobitné požiadavky na biologické analýzy s použitím testovacej súpravy* ([1])

— Potrebné je dodržať pokyny výrobcu ohľadne prípravy a analýzy vzorky.

— Testovacie vzorky by sa nemali používať po uplynutí termínu na ich použitie.

— Nemali by sa používať materiály alebo súčasti, ktoré sú určené na použitie s inými súpravami.

— Testovacie súpravy by sa mali uchovávať v rámci udávaného rozsahu teplôt.

— Medza zistiteľnosti sa v prípade imunologických pokusov určuje ako suma strednej hodnoty a trojnásobku štandardnej odchýlky, vychádzajúcej z 10 opakovaných analýz slepej vzorky, ktorá sa vydelí hodnotou odchýlky lineárnej regresnej rovnice.

— Na pokusy v laboratóriách by sa mali používať referenčné štandardné prípravky, aby sa zabezpečilo, že citlivosť na štandardný prídavok sa bude pohybovať v prípustnom rozsahu.

8. **Podávanie správy o výsledkoch**

Pokiaľ to použitý analytický postup umožňuje, analytické výsledky by mali obsahovať koncentráciu jednotlivých príbuzných PCDD/F a PCB a mala by sa nahlasovať ako nízka, vysoká a stredná, aby sa do výsledkov zahrnulo čo

([1]) Doteraz neboli predložené žiadne dôkazy o tom, že komerčne dostupné biologické skúšky zlúčenín, vykonávané pomocou súprav, sú dostatočne citlivé a spoľahlivé na to, aby sa mohli používať na skríningové zisťovanie prítomnosti dioxínov v požadovaných koncentráciách vo vzorkách potravín a krmív.

▼B

najviac informácií, a tak umožnilo interpretovať výsledky v súlade s osobitnými požiadavkami.

Správa by mala takisto obsahovať údaje o obsahu lipidov vo vzorke, ako aj o metóde, ktorá sa použila na ich extrakciu.

Údaje o extrakcii jednotlivých vnútorných štandardov sa musia poskytnúť v prípade, že extrakcia sa pohybuje mimo rozsahu uvedeného v bode 6 v prípade, že sa prekročí maximálna koncentrácia a v ostatných prípadoch na požiadanie.