Ta dokument je mišljen zgolj kot dokumentacijsko orodje in institucije za njegovo vsebino ne prevzemajo nobene odgovornosti

►**B**

DIREKTIVA KOMISIJE 2002/70/ES

z dne 26. julija 2002

o določitvi zahtev za določanje vrednosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev v krmi

(Besedilo velja za EGP)

(EGT L 209, 6.8.2002, s. 15)

spremenjena z:

		Uradni list		
		št.	stran	datum
►**M1**	Direktiva Komisije 2005/7/ES z dne 27. januarja 2005	L 27	41	29.1.2005

▼B

DIREKTIVA KOMISIJE 2002/70/ES

z dne 26. julija 2002

o določitvi zahtev za določanje vrednosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev v krmi

(Besedilo velja za EGP)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 70/373/EGS z dne 20. julija 1970 o uvedbi metod vzorčenja in analiz Skupnosti za uradni nadzor krme ([1]), kakor je bila nazadnje spremenjena z Aktom o pristopu Avstrije, Finske in Švedske, in zlasti člena 2 Direktive,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Direktiva Sveta 1999/29/ES z dne 22. aprila 1999 o nezaželenih snoveh in proizvodih v prehrani živali ([2]), kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 2001/102/ES ([3]), določa zgornje meje za dioksine in furane v posameznih sestavinah krme in krmi.

(2) Treba je določiti zahteve, s katerimi bi morale biti usklajene analitske metode za zagotovitev, da laboratoriji uporabljajo analitske metode s primerljivo stopnjo zmogljivosti.

(3) Določbe za vzorčenje in analitske metode so bile oblikovane na podlagi dosedanjega znanja in se lahko prilagajajo ob upoštevanju napredka znanstvenega in tehnološkega znanja.

(4) Določbe, določene s to direktivo, se nanašajo zgolj na analizo dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev za izvajanje Direktive 2001/102/ES o spremembi Direktive 1999/29/ES o nezaželenih snoveh in proizvodih v prehrani živali.

(5) Treba bi bilo uresničiti aktivni pristop z namenom pridobitve popolnih zanesljivih podatkov o prisotnosti dioksinom podobnih PCB-jev v sestavinah krme in krmi. Treba je določiti zahteve glede analitskih metod, ki se uporabljajo za določanje dioksinom podobnih PCB-jev v sestavinah krme in krmi.

(6) Presejalna analitska metoda z dokazano, široko sprejemljivo validacijo in visoko prepustnostjo se lahko uporablja za izbor vzorcev z značilnimi vrednostmi dioksinov. Vrednosti dioksinov v teh vzorcih morajo biti določene s potrditveno analitsko metodo. Zato je primerno, da se določijo zahteve za potrditvene analitske metode in za presejalne metode.

(7) Ukrepi, predvideni s to direktivo, so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za prehranjevalno verigo in zdravje živali –

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice zagotovijo, da se vzorčenje za uradni nadzor vrednosti dioksinov in furanov ter določanje vrednosti dioksinom podobnih PCB-jev v krmi izvaja v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi I.

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

▼B

Člen 2

Države članice zagotovijo, da so priprava vzorca in analitske metode, uporabljane za uradni nadzor vrednosti dioksinov in furanov, ter določanje vrednosti dioksinom podobnih PCB-jev v krmi v skladu z merili, opisanimi v Prilogi II.

Člen 3

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 28. februarja 2003. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

Člen 4

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih skupnosti*.

Člen 5

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

▼B

PRILOGA I

METODE VZORČENJA ZA URADNI NADZOR VREDNOSTI DIOKSINOV (PCDD/PCDF) IN DOLOČANJE DIOKSINOM PODOBNIH PCB-jev V NEKATERIH KRMAH

▼M1

1. **Namen in področje uporabe**

Vzorci, ki so namenjeni za uradni nadzor vsebnosti dioksinov (PCDD/PCDF) kot tudi za opredelitev vsebnosti dioksinom podobnih PCB-jev ([1]) v krmi, se odvzamejo v skladu z določbami Direktive 76/371/EGS. Izpolnjene morajo biti zahteve v zvezi s količino glede nadzora snovi ali proizvodov, ki so enakomerno porazdeljeni v krmi v skladu s točko 5.A. Priloge k Direktivi 76/371/EGS. Tako dobljeni sestavljeni vzorci se štejejo za reprezentativne za serije ali podserije, iz katerih so vzeti. Skladnost z mejnimi vrednostmi iz Direktive 2002/32/ES Evropskega parlamenta in Sveta ([2]) se ugotavlja na osnovi vrednosti, določenih v laboratorijskih vzorcih.

2. **Skladnost serij ali podserij s specifikacijo**

Serija je sprejeta, če rezultat analiznega preskušanja posamezne analize ne presega zadevne zgornje meje vrednosti, določene v Direktivi 2002/32/ES ob upoštevanju nezanesljivosti meritev.

Serija je neskladna z zgornjo mejo vrednosti, določeno v Direktivi 2002/32/ES, če je rezultat analiznega preskušanja potrjen z dvakratno analizo, izračunano povprečje vsaj dveh ločenih določitev pa skoraj gotovo presega zgornjo mejo vrednosti, ob upoštevanju nezanesljivosti meritev.

Nezanesljivost meritev se lahko upošteva v skladu z enim od naslednjih pristopov:

([1]) Preglednica dioksinom podobnih PCB-jev

Kongener	Vrednost faktorja toksične ekvivalence (TEF)
Dibenzo-p-dioksini **(„PCDD-ji“)**	
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
Dibenzofurani **(„PCDF-ji“)**	
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
„*Dioksinom podobni*“ PCB-ji: neorto **PCB-ji + monoorto PCB-ji**	
Neorto PCB-ji	
PCB 77	0,0001
PCB 81	0,0001
PCB 126	0,1
PCB 169	0,01
Monoorto PCB-ji	
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

Uporabljene kratice: = tetra; „Pe“ = penta; „Hx“ = heksa; „Hp“ = hepta; „O“ = okta; „CDD“ = klorodibenzo-p-dioksin; „CDF“ = klorodibenzofuran; „CB“ = klorobifenil.

([2]) UL L 140, 30.5.2002, str. 10.

▼M1

— z izračunom razširjene nezanesljivosti, ob uporabi faktorja za zajetje 2, ki da raven zanesljivosti približno 95 %;

— z določitvijo meje, potrebne za odločitev (CCα) v skladu z Odločbo Komisije 2002/657/ES ([1]) (točka 3.1.2.5. Priloge – v primeru snovi z določeno dovoljeno vrednostjo).

Sedanja pravila za razlaganje se uporabljajo za rezultat analiznega preskušanja, dobljenega na vzorcu za uradni nadzor. To ne posega v pravico držav članic, da uporabljajo nacionalna pravila za analize za namene obrambe ali sodnega izvedenstva iz člena 18 Direktive 95/53 ([2]).

([1]) UL L 221, 17.8.2002, str. 8.
([2]) UL L 265, 8.11.1995, str. 17.

▼B

PRILOGA II

PRIPRAVA VZORCEV IN ZAHTEVE ZA ANALITSKE METODE, UPORABLJENE PRI URADNEM NADZORU VREDNOSTI DIOKSINOV (PCDD/PCDF) TER DOLOČANJE DIOKSINOM PODOBNIH PCB-jev V NEKATERIH KRMAH

1. **Cilj in področje uporabe**

Navedene zahteve naj bi se uporabljale, kadar se sestavine krme in krma analizirajo z namenom določitve dioksinov (poliklorirani dibenzo-p-dioksini (PCDD) in poliklorirani dibenzofurani (PCDF)) in dioksinom podobnih polikloriranih bifenilov (PCB-ji).

Spremljanje in nadzor prisotnosti dioksinov v krmi se lahko izvaja s strategijo, ki vključuje presejalno metodo z namenom izbire tistih vzorcev, pri katerih so vrednosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev manj kakor 30 % do 40 % pod predpisano vrednostjo ali jo presegajo. Koncentracija dioksinov v vzorcih z značilnimi vrednostmi se mora določiti/potrditi s potrditveno metodo.

Presejalne metode so metode, ki se uporabljajo za odkrivanje prisotnosti dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev pri predpisani vrednosti. Te metode imajo visoko prepustnost vzorcev in se uporabljajo za presejanje velikega števila vzorcev za določitev potencialno pozitivnih. So posebej oblikovane, da se z njimi izognemo lažno negativnim.

Potrditvene metode so metode, ki zagotavljajo popolne ali dopolnilne informacije, ki omogočijo, da se dioksini in dioksinom podobni PCB-ji ugotovijo in nedvoumno kvantificirajo pri predpisani vrednosti.

2. **Ozadje**

Ker okoljski in biološki vzorci (vključno z vzorci sestavin krme/krme) na splošno vsebujejo kompleksne mešanice različnih dioksinov, ki pripadajo isti vrsti, se je razvil koncept faktorjev ekvivalence toksičnosti (TEF-ov), da se omogoči ocena tveganja. Ti TEF-i so bili oblikovani za izražanje koncentracije mešanic 2,3,7,8-substituiranih PCDD-jev in PCDF-jev in, bolj nedavno, nekaterih ne-orto in mono-orto s klorom substituiranih PCB-jev, ki imajo dioksinom podobne aktivnosti v ekvivalentih toksičnosti (TEQ-i) 2,3,7,8-TCDD (glej Priloga I, opomba pod črto 1).

Koncentracije posameznih snovi v danem vzorcu se pomnožijo z njihovim TEF in se nato seštejejo, da se dobi celotna koncentracija dioksinom podobnih spojin, izraženih v TEQ-jih.

Pojem „zaokroženo navzgor“ zahteva uporabo meje kvantifikacije za prispevek vsakega nekvantificiranega pripadnika iste vrste k TEQ.

Pojem „zaokroženo navzdol“ zahteva uporabo ničle za prispevek vsakega nekvantificiranega pripadnika iste vrste k TEQ.

Pojem „zaokrožen v sredino“ zahteva uporabo polovice meje kvantifikacije za izračun prispevka vsakega nekvantificiranega pripadnika iste vrste k TEQ.

▼M1

Za namene samo te direktive je sprejemljiva meja določljivosti posameznega kongenerja koncentracija analita v izvlečku (ekstraktu) vzorca, ki ustvari instrumentalni odziv na dva različna iona, ki se ju spremlja z razmerjem S/N (signal/šum) 3:1 za manj občutljivi signal, in izpolnitev osnovnih zahtev, kot so retencijski čas, razmerje izotopov v skladu s postopkom določanja, kakor je naveden v metodi EPA 1613, revizija B.

▼B

3. **Skladnost z zahtevami za zagotavljanje kakovosti pri pripravi vzorca**

Splošne določbe glede priprave vzorca za analizo so določene v Prilogi k Direktivi komisije 81/680/EGS z dne 30. julija 1981 o spremembi direktiv 71/250/EGS, 71/393/EGS, 72/199/EGS, 73/46/EGS, 74/203/EGS, 75/84/EGS, 76/372/EGS in 78/633/EGS o določitvi analitskih metod Skupnosti za uradni nadzor krme ([1]).

Dodatno mora biti dosežena skladnost tudi z naslednjimi zahtevami:

([1]) UL L 102, 15.4.1976, str. 1.

▼B

— vzorci se morajo hraniti in prevažati v steklenih, aluminijastih, polipropilenskih ali polietilenskih posodah. Iz posod za vzorce morajo biti odstranjeni sledovi papirnega prahu. Steklene posode je treba sprati s topili, v katerih se predhodno preveri prisotnost dioksinov,

— izvedba slepe analize z izvedbo celotnega analitskega postopka, iz katerega se izpusti le vzorec,

— masa vzorca, uporabljenega za ekstrakcijo, mora biti zadostna, da so izpolnjene zahteve glede občutljivosti.

4. **Zahteve za laboratorije**

— Laboratoriji dokažejo zmogljivost metode v območju predpisane vrednosti, na primer 0,5-kratna, 1-kratna in 2-kratna predpisana vrednost s sprejemljivim koeficientom variacije za ponovljene analize. Za podrobnosti glede meril sprejemljivosti glej točko 5.

— Meja kvantifikacije za potrditveno metodo je v območju približno ene petine predpisane vrednosti, s čimer se zagotovi, da so v območju predpisanih vrednosti sprejemljivi koeficienti variacije.

— Redne slepe kontrole in preskusi z dodatkom ali analize kontrolnih vzorcev (če je na voljo, je zaželen certificiran referenčni material) se izvajajo kot ukrepi za notranje obvladovanje kakovosti.

— Uspešno sodelovanje v medlaboratorijskih študijah, ki ocenjujejo sposobnost laboratorija, je najboljši način, da se dokaže usposobljenost za specifične analize. Vendar ni nujno, da uspešno sodelovanje v medlaboratorijskih študijah pri npr. vzorcih zemlje ali odpadnega blata dokazuje tudi usposobljenost za področje vzorcev živil in krme, ki predstavljajo nižje ravni kontaminacije. Zato je nenehno sodelovanje v medlaboratorijskih študijah za določanje dioksinov in dioksinom podobnih PCB-jev v ustreznih matricah krme/hrane obvezno.

— Laboratorije akreditirajo priznani organi, ki delujejo v skladu z ISO Guide 58, s čimer je zagotovljeno, da le-ti uporabljajo analitsko zagotavljanje kakovosti. Laboratoriji naj bi bili akreditirani na podlagi standarda ISO/IEC/17025:1999.

5. **Zahteve za analitske postopke za dioksine in dioksinom podobne PCB-je**

Osnovne zahteve za sprejem analitskih postopkov:

— *Visoka občutljivost in nizke meje zaznavanja.* Zaradi izredne toksičnosti nekaterih od teh spojin morajo biti za PCDD-je in PCDF-je zaznavne količine v pikogramskem TEQ območju (10^{-12} g). Za PCB-je je znano, da se pojavljajo pri višjih vrednostih kot PCDD-ji in PCDF-ji. Za večino PCB-jev, ki pripadajo isti vrsti, je občutljivost v nanogramskem območju (10^{-9} g) že zadostna.Vendar pa mora biti za merjenje bolj toksičnih dioksinom podobnih PCB-jev (zlasti ne-orto substituiranih, ki pripadajo isti vrsti) dosežena ista občutljivost kakor za PCDD-je in PCDF-je.

— *Visoka selektivnost (specifičnost)*. Zahteva se razlikovanje med PCDD-ji, PCDF-ji in dioksinom podobnimi PCB-ji ter številnimi drugimi možnimi motečimi spojinami, ki se ekstrahirajo hkrati in so morda s svojo prisotnostjo moteče pri koncentracijah, ki so za več velikostnih razredov višje od predpisanega analita. Za metode plinske kromatografije/masne spektrometrije (GC/MS) je treba razlikovanje med različnimi pripadniki iste vrste, kot na primer med toksičnimi (npr. sedemnajstimi 2,3,7,8-substituiranimi PCDD-ji in PCDF-ji ter dioksinom podobnimi PCB-ji) in drugimi pripadniki iste vrste. Bioanalize bi morale omogočiti določanje TEQ vrednosti selektivno kot seštevek PCDD-jev, PCDF-jev in dioksinom podobnih PCB-jev.

— *Visoka točnost (pravilnost in natančnost).* Določanje naj zagotovi veljavne in zanesljive ocene pravih koncentracij v vzorcu. Visoka točnost (točnost meritve: ujemanje merilnega rezultata s pravo ali dogovorjeno vrednostjo meritve) je potrebna, da se prepreči zavrnitev rezultata analize vzorca na podlagi slabe zanesljivosti ocene TEQ. Točnost se izrazi kot pravilnost (razlika med srednjo vrednostjo izmerjenega analita v certificiranem materialu, in njegovo certificirano vrednostjo, izraženo kot odstotek te vrednosti) in natančnost (natančnost se običajno izračuna kot standardni odmik, ki vključuje ponovljivost in obnovljivost ter kaže ujemanje med rezultati, dobljenimi z večkratno ponovitvijo eksperimentalnih postopkov pri vnaprej določenih pogojih).

▼B

Presejalne analitske metode lahko obsegajo bioanalize in GC/MS metode; potrditvene metode so visoko ločljive plinske kromatografske/visoko ločljive masne spektrometrične (HRGC/HRMS) metode. Glede celotne TEQ vrednosti mora biti zagotovljena skladnost z naslednjimi merili:

	Presejalna metoda	Potrditvena metoda
Lažna negativna stopnja	< 1 %	
Pravilnost		20 % do + 20 %
CV	< 30 %	15 %

6. **Specifične zahteve, s katerimi morajo biti usklajene GC/MS metode za izločitev ali potrditev**

— Dodatek ^{13}C-označenih 2,3,7,8-klor substituiranih notranjih PCDD/F standardov (in ^{13}C-označenih notranjih standardov za dioksinom podobne PCB-je, če se morajo določiti dioksinom podobni PCB-ji) moramo izvesti na samem začetku analitske metode, na primer pred ekstrakcijo, da se validira analitski postopek. Dodati moramo vsaj enega pripadnika iste vrste za vsako od tetra do okta- kloriranih homolognih skupin za PCDD/F (in vsaj enega pripadnika iste vrste za vsako od homolognih skupin za dioksinom podobne PCB-je, če se morajo določiti dioksinom podobni PCB-ji in alternativno vsaj enega pripadnika iste vrste za vsak spektrometričen izbran ion s funkcijo evidentiranja, ki se uporablja za spremljanje PCDD/F in dioksinom podobnih PCB-jev). Prednost ima, še zlasti v primerih potrditvenih metod, uporaba vseh 17-ih C-označenih 2,3,7,8-klor substituiranih notranjih PCDD/F standardov in vseh 12-ih ^{13}C-označenih notranjih standardov za dioksinom podobne PCB-je (če se morajo določiti dioksinom podobni PCB-ji).

Prav tako je treba določiti relativne odzivne faktorje za tiste pripadnike iste vrste, za katere ni dodan noben od ^{13}C-označenih analogov z uporabo ustreznih raztopin za umerjanje.

— Pri krmi rastlinskega izvora in krmi živalskega izvora, ki vsebuje manj kakor 10 % maščobe, je dodatek notranjih standardov pred ekstrakcijo obvezen. Pri krmi živalskega izvora, ki vsebuje več kakor 10 % maščobe, se lahko notranji standardi dodajo ali pred ekstrakcijo ali po ekstrakciji maščob. Treba je izvesti ustrezno validacijo učinkovitosti ekstrakcije, ki je odvisna od faze, pri kateri se dodajo notranji standardi, in od tega, ali se o rezultatih poroča na podlagi proizvoda ali maščob.

— Pred GC/MS analizo moramo dodati še enega ali dva standarda za izkoristek (surogat).

— Potreben je nadzor izkoristka. Za potrditvene metode naj bi bili izkoristki posameznih notranjih standardov v območju od 60 % do 120 %. Nižji ali višji izkoristki za posamezne pripadnike iste vrste, še zlasti za nekatere hepta in okta klorirane dibenzodioksine in dibenzofurane, so sprejemljivi pod pogojem, da njihov prispevek k TEQ vrednosti ne presega 10 % celotne TEQ vrednosti (temelji zgolj na PCDD/F). Pri presejalnih metodah naj bi bili izkoristki v območju od 30 % do 140 %.

— Ločevanje dioksinov od motečih kloriranih spojin, kakor so PCB-ji in klorirani difenil etri, je treba izvesti z ustreznimi kromatografskimi tehnikami (prednost imajo florizil, koloni iz aluminijevega oksida in/ali ogljikovi koloni).

— Plinsko kromatografsko ločevanje izomerov naj bi bilo zadostno (< 25 % vrh do vrha med 1,2,3,4,7,8-HxCDF in 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Določanje naj poteka v skladu z EPA metodo, revizija 1613 B: tetra skozi okta-klorirani dioksini in furani z izotopsko razredčeno HRGC/HRMS ali drugo z enakimi merili zmogljivosti.

— Razlika med vrednostjo, zaokroženo navzgor in vrednostjo, zaokroženo navzdol, naj ne presega 20 % pri krmi, kontaminirani z dioksini, v območju najvišje vrednosti ali nad njo. Pri krmi z vrednostjo kontaminacije precej pod najvišjo vrednostjo, je lahko razlika v območju od 25 % do 40 %.

▼B

7. **Izločilne metode**

7.1 *Uvod*

Pri uporabi izločilne metode se lahko uporabijo različni analitski pristopi: čisti izločilni pristop in količinski pristop.

Izločilni pristop

Odziv vzorcev se primerja z odzivom referenčnega vzorca pri predpisani vrednosti. Vzorci z odzivom, ki je manjši od referenčnega, se opredelijo kot negativni, za tiste z višjim odzivom pa se domneva, da so pozitivni. Zahteve:

— v vsako preskusno serijo se mora vključiti slepi vzorec in referenčni vzorec(-i), ki se ekstrahirajo in preskušajo hkrati in pod enakimi pogoji. Referenčni vzorec mora pokazati izrazito višji odziv v primerjavi s slepim,

— vključijo se dodatni referenčni vzorci z 0,5-kratno in 2-kratno predpisano vrednostjo, da se dokaže primerna zmogljivost preskusa v območju predpisane vrednosti,

— pri preskušanju drugih matrik se mora dokazati ustreznost referenčnega vzorca/vzorcev, prednostno z vključitvijo vzorcev, pri katerih se z HRGC/HRMS pokaže, da je vrednost TEQ v bližini vrednosti v referenčnem vzorcu, ali s slepim vzorcem z dodatkom pri tej vrednosti,

— ker se pri bioanalizah ne morejo uporabiti notranji standardi, so preskusi ponovljivosti zelo pomembni za pridobitev podatkov o standardnem odmiku v okviru ene preskusne serije. Koeficient variacije bi moral biti pod 30 %,

— za bioanalize je treba opredeliti ciljne spojine, možne interference in najvišje sprejemljive slepe vrednosti.

Količinski pristop

Količinski pristop zahteva standardne serije razredčitev, dvakratno ali trikratno čiščenje in merjenje ter kontrolo slepih vrednosti in izkoristka. Rezultati se lahko izrazijo kot TEQ, pri tem se predpostavlja, da spojine, odgovorne za signal, ustrezajo principu TEQ. To se lahko izvaja z uporabo TCDD (ali standardne dioksin/furan mešanice), s katero pripravimo umeritveno krivuljo za izračun vrednosti TEQ v ekstraktu in s tem v vzorcu. Ta se nato korigira za TEQ vrednost, izračunano za slepi vzorec (da se upošteva nečistost uporabljenih topil in kemikalij), in izkoristek (izračunan iz vrednosti TEQ v vzorcu za obvladovanje kakovosti v bližini mejne vrednosti). Bistveno je omeniti, da do dela navidezne izgube izkoristka pride zaradi vplivov matrice in/ali razlik med TEF vrednostmi pri bioanalizah in uradnimi TEF vrednostmi, ki jih določa Svetovna zdravstvena organizacija.

7.2 *Zahteve za analitske metode, uporabljane pri izločitvi*

— pri izločitvi se lahko uporabijo GC/MS analitske metode in bioanalize. Za GC/MS metode se uporabljajo zahteve, določene v točki 6. Za bioanalize na celični osnovi so posebne zahteve določene v točki 7.3 in za bioanalize na osnovi pribora v točki 7.4.

— Potrebna je informacija o številu lažno pozitivnih in lažno negativnih rezultatov večjega števila vzorcev pod najvišjo vrednostjo ali nad njo, ali vrednost ukrepanja, v primerjavi z vsebnostjo TEQ, določeno s potrditveno analitsko metodo. Dejanska stopnja lažnih negativnih bi morala biti pod 1 %. Stopnja lažnih pozitivnih vzorcev bi morala biti dovolj nizka, da je uporaba presejalnega orodja prednostna.

— Pozitivni rezultati morajo biti vedno potrjeni s potrditveno analitsko metodo (HRGC/HRMS). Poleg tega bi bilo treba vzorce iz širokega TEQ območja potrditi z HRGC/HRMS (približno 2 % do 10 % negativnih vzorcev). Na voljo bi morali biti tudi podatki o ujemanju med bioanalizo in rezultati HRGC/HRMS.

7.3 *Posebne zahteve za bioanalizo na celični osnovi*

— Pri izvajanju bioanalize vsaka serija preskusov zahteva serijo referenčnih koncentracij TCDD ali dioksin/furan mešanice (celotna krivulja odziva odmerka z $R^{13} > 0,95$). Vendar pa se za namene izločitve lahko za analizo vzorcev pri nizkih vrednostih uporabi razširjena krivulja nizkih vrednosti.

▼B

— Uporabiti bi bilo treba TCDD referenčno koncentracijo (približno trikratna količinska meja) na diagramu obvladovanja kakovosti rezultatov za rezultate bioanalize v neprekinjenem časovnem obdobju. Alternativa je lahko odziv referenčnega vzorca v primerjavi s TCDD umeritveno premico, kajti odziv celic je lahko odvisen od številnih dejavnikov.

— Za vsako vrsto referenčnega materiala je treba voditi in preverjati kontrolne karte (QC) za zagotovitev, da so rezultati v skladu z zastavljenimi smernicami.

— Zlasti pri količinskih izračunih mora biti uvedba uporabljene razredčitve vzorca znotraj linearnega dela krivulje odziva. Vzorci nad linearnim delom krivulje odziva se morajo razredčiti in ponovno preskusiti. Zato je priporočljivo, da se hkrati preskuša najmanj tri ali več razredčitev.

— Odstotni standardni odmik naj ne bo nad 15 % pri trikratnem določanju za vsako razredčitev vzorca in ne nad 30 % med tremi neodvisnimi eksperimenti.

— Meja zaznavanja se lahko določi kot trikratni standardni odmik slepega topila ali odziva ozadja. Drugi pristop je uporaba odziva, ki je nad ozadjem (uporabljeni faktor petkratno slepo topilo), izračunan iz umeritvene krivulje za tisti dan. Količinska meja se lahko določi kot petkratni ali šestkratni standardni odmik slepega topila ali odziva ozadja, ali pa se uporabi odziv, ki je razločno nad ozadjem (uporabljeni faktor desetkratno slepo topilo), izračunan iz umeritvene krivulje za tisti dan.

7.4 *Posebne zahteve za bioanalizo na osnovi pribora* ([1])

— Glede priprave vzorca in analize je treba slediti navodilom proizvajalca.

— Preskusna oprema se ne bi smela uporabljati po pretečenem roku.

— Ne sme se uporabljati materialov ali sestavnih delov, ki so bili oblikovani za druge pribore.

— Preskusno opremo je treba hraniti v ustreznem območju temperature hranjenja in jo uporabljati pri ustrezni delovni temperaturi.

— Meja zaznavnosti za imunoanalize se določi kot vsota srednje vrednosti in trikratnega standardnega odmika, ki temelji na 10 ponovitvah analize slepega vzorca, ki se deli z naklonom linearne regresijske enačbe.

— Referenčne standarde bi bilo treba uporabiti za preskuse v laboratorijih, da se zagotovi, da je odzivnost na standard v sprejemljivem območju.

8. **Poročanje o rezultatih**

Če uporabljeni analitski postopki to omogočajo, bi morali analitski rezultati vsebovati vrednosti posameznih PCDD/F in PCB-jev istih vrst in se o njih poroča glede zaokrožanja navzdol, navzgor ali v sredino, da se v poročilo o rezultatih vključi kar največ podatkov in tako omogoči razlago rezultatov glede na posebne zahteve.

Poročilo bi moralo vključiti tudi vsebnost lipidov v vzorcu in metodo, uporabljeno za ekstrakcijo lipidov.

Izkoristki posameznih notranjih standardov morajo biti na voljo v primeru, da so ti izkoristki izven območja, navedenega v točki 6, v primeru, da je presežena najvišja vrednost in na zahtevo tudi v drugih primerih.

([1]) UL L 246, 29.8.1981, str. 32.