KOMISIJOS REGLAMENTAS (ES) Nr. 589/2014

2014 m. birželio 2 d.

kuriuo nustatomi ėminių ėmimo ir analizės metodai, taikomi vykdant dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolę, ir panaikinamas Reglamentas (ES) Nr. 252/2012

(Tekstas svarbus EEE)

EUROPOS KOMISIJA,

atsižvelgdama į Sutartį dėl Europos Sąjungos veikimo,

atsižvelgdama į 2004 m. balandžio 29 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (EB) Nr. 882/2004 dėl oficialios kontrolės, kuri atliekama siekiant užtikrinti, kad būtų įvertinama, ar laikomasi pašarus ir maistą reglamentuojančių teisės aktų, gyvūnų sveikatos ir gerovės taisyklių ([1]), ypač į jo 11 straipsnio 4 dalį,

kadangi:

(1) Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006 ([2]) numatoma didžiausia leidžiamoji ne dioksinų tipo PCB, dioksinų ir furanų koncentracija ir dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracija tam tikruose maisto produktuose;

(2) siekiant skatinti imtis aktyvesnių priemonių mažinant polichlorintų dibenzo-para-dioksinų ir polichlorintų dibenzofuranų (PCDD/F) ir dioksinų tipo PCB koncentraciją maisto produktuose, Komisijos rekomendacijoje 2013/711/ES ([3]) nustatytas lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių. Šis lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, – priemonė, padedanti kompetentingoms institucijoms ir ekonominės veiklos vykdytojams atkreipti dėmesį į atvejus, kai svarbu nustatyti taršos šaltinį ir imtis priemonių ją sumažinti ar pašalinti;

(3) 2012 m. kovo 21 d. Komisijos reglamente (ES) Nr. 252/2012 ([4]) nustatomos konkrečios nuostatos dėl ėminių ėmimo tvarkos ir taikytinų analizės metodų vykdant oficialią kontrolę;

(4) siekiant įgyvendinti Reglamentą (EB) Nr. 1881/2006 ir Rekomendaciją 2013/711/ES, šiame reglamente išdėstytos nuostatos taikomos tik dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB ėminių ėmimo ir analizės metodams. Jos nėra susijusios su ėminių ėmimo strategija, lygmenimis ir dažnumu, apibrėžtais Tarybos direktyvos 96/23/EB ([5]) III ir IV prieduose. Jomis nekeičiami tikslinio ėminių ėmimo kriterijai, nustatyti Komisijos sprendimu 98/179/EB ([6]);

(5) siekiant nustatyti ėminius su didele PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija (pageidautina atrenkant ėminius, kuriuose koncentracija viršija lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir užtikrinant, kad būtų atrinkti ėminiai, kuriuose koncentracija viršija didžiausią leidžiamąją koncentraciją), gali būti naudojamas atrankinis analizės metodas, taikant plačiai patvirtintus ir naudojamus patikros būdus. PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija šiuose ėminiuose turi būti nustatoma patvirtinamuoju analizės metodu. Todėl tikslinga nustatyti tinkamus atrankinio metodo reikalavimus, užtikrinant, kad klaidingų didžiausios leidžiamosios koncentracijos neatitikimo nustatymo rezultatų dalis būtų mažesnė kaip 5 proc., ir griežtus patvirtinamųjų analizės metodų reikalavimus. Be to, taikant pakankamai jautrius patvirtinamuosius analizės metodus galima nustatyti mažo, foninio lygio koncentraciją. Tai svarbu stebint kitimą laike, vertinant poveikį ir iš naujo įvertinant didžiausią leidžiamąją koncentraciją ir lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių;

(6) būtina nustatyti specialią ėminių ėmimo tvarką, taikomą labai didelėms žuvims, siekiant ją suderinti visoje Sąjungoje;

([1]) OL L 165, 2004 4 30, p. 1.

([2]) 2006 m. gruodžio 19 d. Komisijos reglamentas (EB) Nr. 1881/2006, nustatantis didžiausias leistinas tam tikrų teršalų maisto produktuose koncentracijas (OL L 364, 2006 12 20, p. 5).

([3]) 2013 m. gruodžio 3 d. Komisijos rekomendacija 2013/711/ES dėl dioksinų, furanų ir PCB koncentracijos pašaruose ir maisto produktuose mažinimo (OJ L 323, 2013 12 4, p. 37).

([4]) 2012 m. kovo 21 d. Komisijos reglamentas (ES) Nr. 252/2012, kuriuo nustatomi ėminių ėmimo ir analizės metodai, taikomi vykdant oficialią dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos tam tikruose maisto produktuose kontrolę, ir panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 1883/2006 (OL L 84, 2012 3 23, p. 1).

([5]) 1996 m. balandžio 29 d. Tarybos direktyva 96/23/EB dėl kai kurių medžiagų ir jų likučių gyvuose gyvūnuose ir gyvūninės kilmės produktuose monitoringo priemonių, panaikinanti direktyvas 85/358/EEB ir 86/469/EEB bei sprendimus 89/187/EEB ir 91/664/EEB (OL L 125, 1996 5 23, p. 10).

([6]) 1998 m. vasario 23 d. Komisijos sprendimas 98/179/EB, nustatantis išsamias mėginių, skirtų tam tikrų medžiagų ir jų likučių gyvuose gyvūnuose ir gyvūninės kilmės produktuose monitoringui vykdyti, oficialaus ėmimo taisykles (OL L 65, 1998 3 5, p. 31).

(7) to paties regiono kilmės ir tos pačios rūšies žuvų dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracija gali skirtis priklausomai nuo žuvies dydžio ir (arba) amžiaus. Be to, dioksinų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracija įvairiose žuvies dalyse gali būti nevienoda. Todėl būtina nustatyti ėminių ėmimo ir ėminių ruošimo tvarką, siekiant ją suderinti visoje Sąjungoje;

(8) siekiant užtikrinti suderintą reikalavimų vykdymą visoje Sąjungoje, svarbu vienodai teikti ir interpretuoti analizės rezultatus;

(9) iš techninės pažangos ir pokyčių matyti, kad kaip patvirtinamasis metodas, skirtas patikrinti, ar laikomasi didžiausios leidžiamosios koncentracijos, be dujų chromatografijos ir didelės skyros masių spektrometrijos (GC-HRMS) taip pat gali būti naudojama dujų chromatografija ir dviguboji masių spektrometrija (GC-MS/MS). Todėl Reglamentas (ES) Nr. 252/2012 turėtų būti pakeistas nauju reglamentu, kuriame būtų numatyta, kad kaip tinkamas patvirtinamasis metodas, skirtas patikrinti, ar laikomasi didžiausios leidžiamosios koncentracijos, naudojama dujų chromatografija ir dviguboji masių spektrometrija (GC-MS/MS);

(10) šiame reglamente numatytos priemonės atitinka Maisto grandinės ir gyvūnų sveikatos nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Šiame reglamente vartojamų terminų apibrėžtys ir santrumpos pateiktos I priede.

2 straipsnis

Vykdant oficialią dioksinų, furanų, dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai imami taikant šio reglamento II priede nustatytus metodus.

3 straipsnis

Vykdant dioksinų, furanų ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai ruošiami ir analizuojami taikant šio reglamento III priede nustatytus metodus.

4 straipsnis

Vykdant ne dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose, nurodytuose Reglamento (EB) Nr. 1881/2006 priedo 5 dalyje, kontrolę, ėminiai analizuojami laikantis šio reglamento IV priede nustatytų analizės metodų reikalavimų.

5 straipsnis

Reglamentas (ES) Nr. 252/2012 panaikinamas.

Nuorodos į panaikintąjį reglamentą laikomos nuorodomis į šį reglamentą.

6 straipsnis

Šis reglamentas įsigalioja dvidešimtą dieną po jo paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Šis reglamentas privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje 2014 m. birželio 2 d.

Komisijos vardu

Pirmininkas

José Manuel BARROSO

I PRIEDAS

APIBRĖŽTYS IR SANTRUMPOS

I. APIBRĖŽTYS

Šiame reglamente vartojamų terminų apibrėžtys nustatytos 2002 m. rugpjūčio 14 d. Komisijos sprendimo 2002/657/EB dėl Tarybos direktyvos 96/23/EB nuostatų dėl analizės metodų tinkamumo ir rezultatų aiškinimo įgyvendinimo ([1]) I priede.

Be šių terminų apibrėžčių, šiame reglamente vartojamos toliau nurodytos apibrėžtys.

1.1. Lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių – tam tikros medžiagos koncentracija, nustatyta Rekomendacijos 2013/711/ES priede, kuriai padidėjus atliekami tyrimai, siekiant nustatyti tos medžiagos šaltinį.

1.2. Atrankiniai metodai – metodai, naudojami atrinkti tuos mėginius, kuriuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija viršija didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių. Jie leidžia pasiekti didelį ekonominį efektyvumą ir našumą ir taip padidinti tikimybę aptikti naujus aktyvius cheminės medžiagos veikimo ir rizikos vartotojų sveikatai šaltinius. Atrankiniai metodai grindžiami bioanalitiniais arba GC-MS metodais. Siekiant nustatyti atitiktį didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai tikrinami ribinę vertę viršijantys mėginių tyrimo rezultatai – atliekama išsami pakartotinė pirminio mėginio analizė patvirtinamuoju metodu.

1.3. Patvirtinamieji metodai – metodai, suteikiantys visą informaciją arba papildomos informacijos, kuri leidžia vienareikšmiškai identifikuoti ir kiekybiškai nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB, kurių kiekis atitinka didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją arba, kai reikia, lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių. Taikant šiuos metodus naudojama dujų chromatografija ir didelės skyros masių spektrometrija (GC-HRMS) arba dujų chromatografija ir dviguboji masių spektrometrija (GC-MS/MS).

1.4. Bioanalitiniai metodai – biologiniais principais, pavyzdžiui, ląstelių tyrimais, juslių tyrimais arba imuniniais tyrimais, pagrįsti metodai. Juos taikant nustatoma ne gimininго junginio koncentracija, o tik TEQ lygis ([2]), išreikštas bioanalitiniais ekvivalentais (BEQ), atsižvelgiant į tai, kad ne visi mėginio ekstrakte, kurio atsakas gaunamas atliekant bandymą, esantys junginiai gali atitikti visus TEQ principo reikalavimus.

1.5. Tikroji bioanalizės išgava – BEQ lygis, apskaičiuotas remiantis TCDD arba PCB 126 kalibravimo kreive, atlikus tuščiojo mėginio pataisą, padalytas iš TEQ lygio, nustatyto patvirtinamuoju metodu. Ja stengiamasi patikslinti tokius veiksnius kaip PCDD/PCDF ir dioksinų tipo junginių nuostoliai ekstrahavimo ir gryninimo etapais, kartu ekstrahuojami junginiai, padidinantys arba sumažinantys atsaką (agonistinis ir antagonistinis poveikis), kreivės atitikimo savybė arba TEF ir REP verčių skirtumai. Tikroji bioanalizės išgava apskaičiuojama naudojant tinkamus kontrolinius mėginius su panašios struktūros gimininгais junginiais, tiriamais didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių.

1.6. Pusiau kiekybiniai metodai – metodai, kuriuos taikant nustatoma apytikslė tariamosios analitės koncentracija, nes skaitmenimis išreikštas rezultatas neatitinka kiekybinių metodų reikalavimų.

1.7. Priimtina specifinė atskiro gimininго junginio kiekybinio nustatymo mėginyje riba – mažiausioji analitės koncentracija, kuri gali būti statistiškai patikimai išmatuota pagal nustatymo kriterijus, aprašytus tarptautiniu mastu pripažintuose standartuose, pvz., standarte EN 16215:2012 „Pašarai. Dioksinų ir dioksinų tipo polichlorbifenilų (PCB) bei polichlorbifenilų indikatorių nustatymas, taikant dujų chromatografiją ir didelės skyros masių spektrometriją (GC/HRMS)“ ir (arba) EPA 1613 ir 1668 metoduose (nauja redakcija).

Atskiro gimininго junginio kiekybinio nustatymo riba gali būti nustatoma kaip:

a) mėginio ekstrakto analitės koncentracija, kuriai esant gaunamas prietaiso atsakas dviem skirtingiems kontroliuojamiems jonams, kai mažesnio intensyvumo neapdorotų duomenų signalo S/T (signalo ir triukšmo) santykis yra 3:1;

arba, jeigu dėl techninių priežasčių negalima gauti patikimų signalo ir triukšmo skaičiavimo rezultatų,

b) žemiausias koncentracijos taškas kalibravimo kreivėje, kuriame gaunamas priimtinas (≤ 30 %) ir pastovus (matuojama bent analitinės mėginių serijos pradžioje ir pabaigoje) nuokrypis, palyginti su vidutiniu santykiniu atsako koeficientu, apskaičiuotu visiems taškams kalibravimo kreivėje kiekvienoje mėginių serijoje ([3]).

([1]) 2002 m. rugpjūčio 14 d. Komisijos sprendimas 2002/657/EB dėl Tarybos direktyvos 96/23/EB nuostatų dėl analizės metodų tinkamumo ir rezultatų aiškinimo įgyvendinimo (OL L 221, 2002 8 17, p. 8).

([2]) Bioanalitiniai metodai netaikomi į TEF sistemą įtrauktiems gimininгiems junginiams. Mėginio ekstrakte gali būti kitų struktūriškai gimininгų aktyvuoto aromatinių angliavandenilių (Ah) receptoriaus junginių, prisidedančių prie bendro atsako. Todėl bioanalitiniai rezultatai negali būti laikomi įverčiais, o greičiau mėginio TEQ lygio indikacija.

([3]) Kiekybinio nustatymo riba apskaičiuojama remiantis žemiausiu koncentracijos tašku, atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavą ir mėginio kiekį.

1.8. Viršutinė ribinė koncentracija – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto gimininго junginio indėlis turi būti prilyginamas kiekybinio įvertinimo ribinei vertei.

1.9. Žemutinė ribinė koncentracija – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto gimininго junginio indėlis turi būti prilyginamas nuliui.

1.10. Vidutinė ribinė koncentracija – samprata, pagal kurią kiekvieno kiekybiškai nenustatyto gimininго junginio indėlis turi būti prilyginamas pusei kiekybinio įvertinimo ribinės vertės.

1.11. Partija – identifikuojamas kiekis vienu metu pristatomų maisto produktų, turinčių, kaip nustato pareigūnas, bendrų savybių, pvz., vienodą kilmę, rūšį, pakuotės tipą, tą patį pakuotoją, siuntėją arba vienodus žymenis. Jei tai žuvys ar žuvininkystės produktai, žuvų dydis taip pat turi būti panašus. Jei žuvų dydis ir (arba) masė nėra panašūs, siunta vis tiek gali būti laikoma partija, tik reikia taikyti specialią ėminių ėmimo tvarką.

1.12. Partijos dalis – nustatyta didelės partijos dalis, kuriai turi būti taikomas ėminių ėmimo metodas. Kiekviena partijos dalis turi būti fiziškai atskirta ir identifikuojama.

1.13. Pavienis ėminys – medžiagos kiekis, paimtas vienoje partijos arba jos dalies vietoje.

1.14. Jungtinis ėminys – visų partijos arba jos dalies pavienių ėminių suminis kiekis.

1.15. *Laboratorinis mėginys* – laboratorijai skirta reprezentatyvi jungtinio ėminio dalis (kiekis).

II. VARTOJAMOS SANTRUMPOS

BEQ	bioanalitiniai ekvivalentai
GC	dujų chromatografija
HRMS	didelės skyros masių spektrometrija
LRMS	mažos skyros masių spektrometrija
MS/MS	dviguboji masių spektrometrija
PCB	polichlorinti bifenilai
PCDD	polichlorinti dibenzo-p-dioksinai
PCDF	polichlorinti dibenzofuranai
QC	kokybės kontrolė
REP	santykinis stiprumas
TEF	toksiškumo ekvivalento koeficientas
TEQ	toksiškumo ekvivalentai
TCDD	tetrachlordibenzodioksinas
U	išplėstoji matavimo neapibrėžtis

II PRIEDAS

OFICIALIOS DIOKSINŲ (PCDD/PCDF), DIOKSINŲ TIPO PCB IR NE DIOKSINŲ TIPO PCB KONCENTRACIJOS TAM TIKRUOSE MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĖS ĖMINIŲ ĖMIMO METODAI

I. TAIKYMO SRITIS

Vykdant oficialią dioksinų (PCDD/PCDF), dioksinų tipo PCB ir ne dioksinų tipo PCB (toliau – dioksinai ir PCB) koncentracijos maisto produktuose kontrolę, ėminiai imami taikant šiame priede aprašytus metodus. Taip gauti jungtiniai ėminiai laikomi reprezentatyviais partijų arba jų dalių, iš kurių jie yra paimti, ėminiais. Pagal gautą laboratorinių mėginių koncentraciją sprendžiama, ar ji atitinka Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytą didžiausiąją leidžiamąją tam tikrų maisto produktų teršalų koncentraciją.

II. BENDROSIOS NUOSTATOS

1. **Ėminius imantys asmenys**

Ėminius ima valstybės narės paskirtas įgaliotasis asmuo.

2. **Medžiaga, iš kurios imami ėminiai**

Iš kiekvienos tirtinos partijos arba jos dalies ėminiai turi būti imami atskirai.

3. **Būtinos atsargumo priemonės**

Imant ir ruošiant ėminius taikomos atsargumo priemonės, siekiant išvengti bet kokių pokyčių, kurie galėtų turėti poveikio dioksinų ir PCB koncentracijai, neigiamai veiktų analizinį nustatymą arba dėl kurių jungtiniai ėminiai taptų nereprezentatyvūs.

4. **Pavieniai ėminiai**

Jei įmanoma, pavieniai ėminiai imami iš kuo įvairesnių partijos arba jos dalies vietų. Jeigu šios tvarkos nesilaikoma, šį faktą reikia užregistruoti, kaip numatyta šio priedo II.8 punkte.

5. **Jungtinio ėminio ruošimas**

Jungtinis ėminys sudaromas sudėjus pavienius ėminius. Jo masė turi būti bent 1 kg, išskyrus atvejus, kai tai neįmanoma, pvz., jeigu ėminį sudaro viena pakuotė arba produkto rinkos kaina yra labai didelė.

6. **Kartotiniai ėminiai**

Kartotiniai ėminiai, imami teisės aktų vykdymo, atsiliepimo į ieškinį ir kreipimosi į arbitrą (arbitražo) tikslais, turi būti imami iš homogenizuoto jungtinio ėminio, jeigu tokia procedūra neprieštarauja maisto ūkio subjektų teises reglamentuojančioms valstybių narių taisyklėms. Analizei skirto laboratorinio ėminio turi pakakti bent dviem kartotinėms analizėms.

7. **Ėminių pakavimas ir vežimas**

Kiekvienas ėminys dedamas į švarią, iš inertiškos medžiagos pagamintą talpyklą, tinkamai apsaugančią nuo užteršimo, analitės praradimo dėl adsorbcijos į vidines talpyklos sieneles ir sugadinimo vežant. Reikia imtis visų atsargumo priemonių, kad laikant arba vežant ėminį nepakistų jo sudėtis.

8. **Ėminių plombavimas ir ženklinimas**

Kiekvienas oficialiai kontrolei skirtas ėminys plombuojamas jo ėmimo vietoje ir ženklinamas laikantis valstybių narių taisyklių.

Kiekvienas ėminių paėmimo atvejis registruojamas, kad būtų galima vienareikšmiškai identifikuoti partiją, nurodant ėminio paėmimo datą bei vietą ir kitą informaciją, galinčią padėti analizę atliekančiam asmeniui.

III. ĖMINIŲ ĖMIMO PLANAS

Taikant ėminių ėmimo metodą būtina užtikrinti, kad jungtinis ėminys atitiktų kontroliuojamą partiją (partijos dalį).

1. **Partijų dalijimas į dalis**

Didelės partijos yra dalijamos į dalis, jei jos gali būti atskirtos fiziškai. Jeigu produktai parduodami nesupakuoti didelėmis partijomis (pvz., augalinis aliejus), vadovaujamasi 1 lentele. Kitų produktų atveju vadovaujamasi 2 lentele. Atsižvelgiant į tai, kad partijos masė ne visuomet yra tikslus partijos dalių masių kartotinis, partijos dalies masė gali būti didesnė už nurodytą masę ne daugiau kaip 20 %.

1 lentelė

Produktų, kurie parduodami nesupakuoti, partijų dalijimas į dalis

Partijos masė (t)	Partijos dalių masė arba skaičius
≥ 1 500	500 tonų
> 300 ir < 1 500	3 partijos dalys
≥ 50 ir ≤ 300	100 tonų
< 50	–

2 lentelė

Kitų produktų partijų dalijimas į dalis

Partijos masė (t)	Partijos dalių masė arba skaičius
≥ 15	15–30 tonų
< 15	–

2. **Pavienių ėminių skaičius**

Jungtinio ėminio, apimančio visus pavienius ėminius, masė turi būti bent 1 kg (žr. šio priedo II.5 punktą).

Mažiausias pavienių ėminių, kuriuos reikia paimti iš partijos arba jos dalies, skaičius nurodytas 3 ir 4 lentelėse.

Skystų pilstomų produktų siunta arba jos dalis turi būti kuo geriau išmaišoma rankiniu arba mechaniniu būdu iš karto prieš ėminių ėmimą taip, kad nenukentėtų produkto kokybė. Šiuo atveju daroma prielaida, kad toje partijoje arba jos dalyje teršalai yra pasiskirstę tolygiai. Todėl iš partijos arba jos dalies pakanka paimti tris pavienius ėminius, sudarysiančius jungtinį ėminį.

Pavienių ėminių masė turi būti panaši. Pavienio ėminio masė turi būti bent 100 gramų.

Jeigu šios tvarkos nesilaikoma, šį faktą būtina užregistruoti, kaip numatyta šio priedo II.8 punkte. Pagal Sprendimą 97/747/EB, nustatantį mėginių kiekį ir jų ėmimo dažnumą, numatytą Direktyvoje 96/23/EB dėl kai kurių medžiagų ir jų likučių tam tikruose gyvūninės kilmės produktuose kontroliavimo, vištų kiaušinių jungtinis ėminys turi būti bent 12 kiaušinių dydžio (nepakuotoms partijoms ir partijoms, sudarytoms iš atskirų pakuočių, taikomos 3 ir 4 lentelės).

3 lentelė

Mažiausias iš vienos partijos arba jos dalies imtinų pavienių ėminių skaičius

Partijos arba jos dalies masė arba tūris (kg arba l)	Mažiausias imtinų pavienių ėminių skaičius
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Jeigu partiją arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės arba vienetai, pakuočių arba vienetų, kuriuos reikia paimti norint sudaryti jungtinį ėminį, skaičius nurodytas 4 lentelėje.

4 lentelė

Pakuočių arba vienetų (pavienių ėminių), imamų jungtiniam ėminiui sudaryti, skaičius, jeigu partiją arba jos dalį sudaro atskiros pakuotės arba vienetai

Pakuočių arba vienetų skaičius partijoje arba jos dalyje	Imtinų pakuočių arba vienetų skaičius
1–25	bent 1 pakuotė arba vienetas
26–100	apie 5 %, ne mažiau kaip 2 pakuotės arba vienetai
> 100	apie 5 %, ne daugiau kaip 10 pakuočių arba vienetų

3. **Specialios ėminių ėmimo iš neišdorotų panašaus dydžio ir masės žuvų partijų nuostatos**

Žuvų dydis ir masė laikomi panašiais, jei dydžio ir masės skirtumas ne didesnis nei maždaug 50 %.

Iš partijos imtinų pavienių ėminių skaičius nurodytas 3 lentelėje. Jungtinio ėminio, sujungiančio visus pavienius ėminius, masė turi būti bent 1 kg (žr. II.5 punktą).

— Jei partiją, iš kurios imami ėminiai, sudaro mažos žuvys (vienos žuvies masė mažesnė nei maždaug 1 kg), kaip pavienis ėminys jungtiniam ėminiui gauti imama visa žuvis. Jei gauto jungtinio ėminio masė yra didesnė kaip 3 kg, pavienius ėminius gali sudaryti jungtiniam ėminiui imamos žuvies vidurinioji dalis, sverianti bent 100 g. Ėminiui homogenizuoti naudojama visa dalis, kuriai taikoma didžiausioji leidžiamoji koncentracija.

  Vidurinioji žuvies dalis yra ten, kur yra svorio centras. Dažniausiai jis yra ties nugaros peleku (jei žuvis turi nugaros peleką) arba viduryje tarp žiaunų ir šalinamosios angos.

— Jei partiją, iš kurios imami ėminiai, sudaro didesnės žuvys (vienos žuvies masė didesnė nei maždaug 1 kg), pavienį ėminį sudaro žuvies vidurinioji dalis. Kiekvieno pavienio ėminio masė yra bent 100 g.

  Jei žuvys yra vidutinio dydžio (apie 1–6 kg), pavienį ėminį sudaro gabalas iš viduriniosios žuvies dalies nuo nugarkaulio iki papilvės.

  Jei žuvys yra labai didelės (pvz., jų masė didesnė nei maždaug 6 kg), pavienis ėminys imamas iš viduriniosios žuvies dalies dešiniosios pusės (žiūrint iš priekio) nugaros šoninio raumens. Jeigu imant tokį gabalą iš vidurinės žuvies dalies būtų padaryta didelių finansinių nuostolių, neatsižvelgiant į partijos dydį, pakaktų paimti tris bent 350 g masės pavienius ėminius arba pasirinktinai vienos žuvies tokios pačios masės dalį iš arti uodegos dalies esančios raumens mėsos ir arti galvos dalies esančios raumens mėsos, norint sudaryti neišdorotos žuvies reprezentatyvų dioksinų koncentracijos pavienį ėminį.

4. **Ėminių ėmimas iš skirtingo dydžio ir (arba) masės neišdorotų žuvų partijų**

— Taikomos III.3 punkte pateiktos ėminio sudarymo nuostatos.

— Jeigu dominuoja tam tikro dydžio arba svorio klasė (kategorija) (maždaug 80 % partijos arba daugiau), ėminys imamas iš žuvų, kurių dydis arba masė dominuoja. Šis ėminys laikytinas reprezentatyviu visos partijos ėminiu.

— Jeigu tam tikros dominuojančio dydžio arba svorio klasės (kategorijos) nėra, reikia užtikrinti, kad ėminiui atrinktos žuvys būtų reprezentatyvios partijai. Tokiems atvejams skirtos specialios gairės pateikiamos dokumente „Guidance on sampling of whole fishes of different size and/or weight“ ([1]).

5. **Ėminių ėmimas mažmeninėje prekyboje**

Jeigu įmanoma, maisto produktų ėminiai mažmeninėje prekyboje imami vadovaujantis šio priedo III.2 punkto nuostatomis dėl ėminių ėmimo.

([1]) http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

Jeigu neįmanoma, mažmeninėje prekyboje galima taikyti alternatyvų ėminių ėmimo metodą, jei juo užtikrinamas pakankamas partijos arba jos dalies, iš kurios imami ėminiai, reprezentatyvumas.

IV. PARTIJOS ARBA JOS DALIES ATITIKTIS SPECIFIKACIJAI

1. **Ne dioksinų tipo PCB**

Partija yra priimama, jei analizės rezultatas yra ne didesnis nei didžiausioji leidžiamoji ne dioksinų tipo PCB koncentracija, nustatyta Reglamente (EB) Nr. 1881/2006, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Partija neatitinka didžiausiosios leidžiamosios Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos koncentracijos, jeigu atlikus analizę gauta viršutinė ribinė koncentracija, patvirtinta kartotine analize (*), atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, be pagrįstos abejonės viršija didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją. Siekiant patikrinti atitiktį naudojamas dviejų nustatymų vidurkis, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Į matavimo neapibrėžtį galima atsižvelgti vienu iš šių būdų:

— apskaičiuojant išplėstąją neapibrėžtį, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 % pasikliovimo lygis. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė, atėmus U, viršija nustatytą leidžiamą lygį,

— nustatant sprendimo ribą (CCα) pagal Komisijos sprendimo 2002/657/EB nuostatas (šio sprendimo I priedo 3.1.2.5 punktas, medžiagų su nustatytu leidžiamu lygiu atvejis). Laikoma, kad partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė yra lygi CCα arba ją viršija.

Šios taisyklės taikomos analizės rezultatui, kuris gaunamas tiriant oficialiai kontrolei skirtą ėminį. Atliekant analizę atsiliepimo į ieškinį ar arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

2. **Dioksinų (PCDD/PCDF) ir dioksinų tipo PCB**

Partija yra priimama, jei:

— pavienės analizės, atliktos taikant atrankinį metodą, kai klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis mažesnė nei 5 %, rezultatas rodo, kad koncentracija neviršija atitinkamos didžiausiosios leidžiamosios PCDD/F ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracijos, nustatytos Reglamente (EB) Nr. 1881/2006,

— pavienės analizės, atliktos taikant patvirtinamąjį metodą, rezultatas neviršija atitinkamos didžiausiosios leidžiamosios PCDD/F koncentracijos ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumos koncentracijos, nustatytos Reglamente (EB) Nr. 1881/2006, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Atliekant atrankinius tyrimus nustatoma ribinė vertė, siekiant nustatyti atitiktį atitinkamai nustatytai PCDD/F arba PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai.

Partija neatitinka didžiausiosios leidžiamosios Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatytos koncentracijos, jeigu atlikus analizę, taikant patvirtinamąjį metodą, gauta viršutinė ribinė koncentracija, patvirtinta kartotine analize (**), atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį, be pagrįstos abejonės viršija didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją. Siekiant patikrinti atitiktį naudojamas dviejų nustatymų vidurkis, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

Į matavimo neapibrėžtį galima atsižvelgti vienu iš šių būdų:

— apskaičiuojant išplėstąją neapibrėžtį, taikant aprėpties koeficientą 2, kuris užtikrina maždaug 95 % pasikliovimo lygį. Partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė, atėmus U, yra didesnė už nustatytą leidžiamą lygį. Jei PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatomi atskirai, siekiant nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos išplėstąją neapibrėžtį turi būti naudojama PCDD/F ir dioksinų tipo PCB atskirų analizės rezultatų išplėstosios neapibrėžties suma,

— nustatant sprendimo ribą (CCα) pagal Komisijos sprendimo 2002/657/EB nuostatas (šio sprendimo I priedo 3.1.2.5 punktas, medžiagų su nustatytu leidžiamu lygiu atvejis). Laikoma, kad partija arba jos dalis neatitinka reikalavimų, jeigu išmatuota vertė yra lygi CCα arba ją viršija.

Šios taisyklės taikomos analizės rezultatui, kuris gaunamas tiriant oficialiai kontrolei skirtą ėminį. Atliekant analizę atsiliepimo į ieškinį ar arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

(*) Jeigu pirmojo nustatymo taikant patvirtinamuosius metodus rezultatas, naudojant vidinį etaloną su žymėtais ^{13}C atomais atitinkamoms analitėms, neatitinka didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos, būtina kartotinė analizė. Kartotinė analizė yra būtina tam, kad būtų pašalinta mėginių vidinės tarpusavio taršos arba atsitiktinio sumaišymo galimybė. Jeigu analizė atliekama nustačius atsitiktinę taršą ir galima atsekti, kad analizei paimti ėminiai yra susiję su tarša, o nustatyta koncentracija yra daug didesnė, nei didžiausioji leidžiamoji koncentracija, to nereikia patvirtinti atliekant kartotinę analizę.

(**) Kartotinei analizei, atliekamai vykdant lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, kontrolę, taikomas identiškas aprašymas ir reikalavimai kaip nurodytieji (*) išnašoje, taikomi didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai.

V. LYGIO, KURĮ PASIEKUS IMAMASI PRIEMONIŲ, VIRŠIJIMAS

Lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, taikymas padeda atrinkti ėminius tais atvejais, kai svarbu nustatyti taršos šaltinį ir imtis priemonių sumažinti ar pašalinti taršą. Atrankiniais metodais nustatomos atitinkamos ribinės vertės, taikomos atliekant šių ėminių atranką. Jeigu taršos šaltiniui nustatyti ir taršai sumažinti ar pašalinti reikia didelių pastangų, gali būti tikslinga patvirtinti lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijimą kartotine mėginio analize, taikant patvirtinamąjį metodą ir atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį (**).

III PRIEDAS

MĖGINIŲ RUOŠIMAS IR REIKALAVIMAI, KELIAMI ANALIZĖS METODAMS, KURIE TAIKOMI VYKDANT DIOKSINŲ (PCDD/PCDF) IR DIOKSINŲ TIPO PCB KONCENTRACIJOS TAM TIKRUOSE MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĘ

1. TAIKYMO SRITIS

Šiame priede nustatyti reikalavimai taikomi, kai maisto produktai tiriami vykdant oficialią 2, 3, 7, 8 padėtyse polichlorintų dibenzo-p-dioksinų (PCDD) ir polichlorintų dibenzofuranų (PCDF) ir dioksinų tipo polichlorintų bifenilų (dioksinų tipo PCB) kontrolę ir reguliavimo tikslais.

PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracijos maisto produktuose stebėsena gali būti atliekama taikant dviejų skirtingų tipų analizės metodus:

a) **Atrankiniai metodai**

Atrankinių metodų tikslas – atrinkti tuos mėginius, kuriuose PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija viršija didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių. Atrankiniais metodais turėtų būti sudarytos sąlygos pasiekti didelį ekonominį efektyvumą ir našumą ir taip padidinti tikimybę aptikti naujus aktyvius cheminės medžiagos veikimo ir rizikos vartotojų sveikatai šaltinius. Juos taikant turėtų būti siekiama išvengti klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų. Jiems galima priskirti bioanalitinius metodus ir GC/MS metodus.

Taikant atrankinius metodus analizės rezultatas palyginamas su ribine verte ir gaunamas teigiamas arba neigiamas atsakymas dėl galimo didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijimo. PCDD/F koncentracija ir PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumos koncentracija mėginiuose, kuriuose ji, kaip įtariama, neatitinka didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos, turi būti nustatoma (patvirtinama) taikant patvirtinamąjį metodą.

Be to, atrankiniai metodai gali parodyti, kokia yra PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija mėginyje. Taikant bioanalitinius atrankinius metodus rezultatas išreiškiamas bioanalitiniais ekvivalentais (BEQ), o taikant fizikinius cheminius GC-MS metodus – toksiškumo ekvivalentais (TEQ). Skaičiais išreikšti atrankinių metodų rezultatai yra tinkami siekiant įrodyti atitiktį ar įtariamą neatitiktį arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijimą ir parodyti koncentracijos ribas, jeigu reikėtų toliau taikyti patvirtinamuosius metodus. Jie netinkami tokiems tikslams kaip, pavyzdžiui, foninio lygio koncentracijos ir suvartojimo įvertinimas, koncentracijos pokyčio per tam tikrą laiką stebėsena arba didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, pakartotinis įvertinimas.

b) **Patvirtinamieji metodai**

Patvirtinamieji metodai leidžia vienareikšmiškai identifikuoti ir kiekybiškai nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB mėginyje ir suteikia visą gimininingų junginių lygmens informaciją. Todėl šiuos metodus galima taikyti kontroliuojant didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją ir lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, taip pat siekiant patvirtinti rezultatus, gautus taikant atrankinius metodus. Be to, jų rezultatai gali būti naudojami kitiems tikslams, pavyzdžiui, siekiant nustatyti mažą, foninio lygio koncentraciją atliekant maisto produktų stebėseną, stebint pokyčius per tam tikrą laiką, vertinant poveikį žmonėms ir kuriant duomenų bazę, kad būtų galima iš naujo įvertinti lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją. Jie taip pat svarbūs nustatant gimininingų junginių struktūras, kad būtų galima identifikuoti galimus taršos šaltinius. Taikant šiuos metodus naudojama GC-HRMS. Siekiant patvirtinti atitiktį arba neatitiktį didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai, taip pat gali būti naudojama GC-MS/MS.

2. PAGRINDINIAI FAKTAI

Apskaičiuojant TEQ koncentracijos vertes, atskirų medžiagų koncentracijos konkrečiame mėginyje vertės dauginamos iš jų atitinkamo TEQ koeficiento, kaip nustatyta Pasaulio sveikatos organizacijos ir nurodyta šio priedo priedėlyje, gautos sandaugos sudedamos ir gaunama suminė dioksinų tipo junginių koncentracija, išreikšta TEQ.

Atrankiniai ir patvirtinamieji metodai gali būti taikomi tik atliekant tam tikros matricos kontrolę, jeigu metodai yra pakankamai tikslūs, kad būtų galima patikimai nustatyti didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių.

3. KOKYBĖS UŽTIKRINIMO REIKALAVIMAI

— Kiekvienu ėminių ėmimo ir mėginių analizės procedūros etapu turi būti imtasi priemonių, kad būtų išvengta kryžminės taršos.

— Ėminiai turi būti saugomi ir vežami stiklinėse, aliumininėse, polipropileno arba polietileno talpose, pritaikytose taip, kad saugojimas neturėtų poveikio PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracijai ėminiuose. Iš ėminių talpyklų turi būti pašalinami popieriaus dulkių pėdsakai.

— Maisto produktų ėminiai turi būti saugomi ir vežami taip, kad nebūtų sugadinti.

— Prireikus kiekvienas laboratorinis mėginys smulkiai sumalamas ir kruopščiai išmaišomas, kad homogenizavimo procesas atitiktų visus reikalavimus (pvz., sumalamas taip, kad prasisijotų pro 1 mm sietelį). Jei drėgnis yra pernelyg didelis, prieš malant mėginiai turi būti išdžiovinami.

— Svarbu patikrinti, ar reagentai, stikliniai indai ir įranga negali turėti įtakos TEQ ar BEQ pagrįstiems rezultatams.

— Tuščiasis tyrimas atliekamas atliekant visą analizę tik be mėginio.

— Taikant bioanalitinius metodus labai svarbu patikrinti, ar nė viename analizei naudojamame stikliniame inde ir tirpikliuose nėra junginių, galinčių sutrukdyti aptikti tikslinius junginius, patenkančius į darbinę sritį. Stikliniai indai praskalaujami naudojant tirpiklius ir (arba) kaitinami tokioje temperatūroje, kad nuo paviršiaus būtų pašalinti PCDD/F, dioksinų tipo junginių ir trukdančiųjų junginių pėdsakai.

— Ekstrahuojant naudojamo mėginio kiekis turi būti toks, kad būtų paisoma reikalavimų, susijusių su pakankamai siaura darbine sritimi, įskaitant didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygį arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių.

— Specialios nagrinėjamųjų produktų mėginių ruošimo procedūros turi atitikti tarptautiniu mastu pripažintas gaires.

— Imant žuvų ėminius būtina pašalinti odą, kadangi didžiausia teršalų koncentracija būna raumens mėsoje be odos. Vis dėlto nuo vidinės odos pusės būtina atsargiai ir kruopščiai nugrandyti visus raumenų mėsos ir riebalų likučius, kad jie galėtų būti įtraukti į tirtiną ėminį.

4. LABORATORIJOMS TAIKOMI REIKALAVIMAI

— Vadovaujantis Europos Parlamento ir Tarybos reglamento (EB) Nr. 882/2004 ([1]) nuostatomis, laboratorijos turi gauti patvirtintos institucijos, veikiančios pagal ISO vadovą 58, akreditaciją, kad būtų užtikrinta analizės kokybė. Laboratorijos turi būti akredituotos pagal EN ISO/IEC 17025 standartą.

— Laboratorijų atliekamų tyrimų ar bandymų kokybė turi būti įrodyta nuolat sėkmingai dalyvaujant tarplaboratoriniuose tyrimuose, kurių tikslas atitinkamose maisto produktų matricose arba tam tikrame koncentracijos intervale nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB.

— Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis, siekdamos užtikrinti kokybės kontrolę ir patvirtinti įtartinų mėginių analizės rezultatą.

5. PAGRINDINIAI REIKALAVIMAI, KELIAMI DIOKSINŲ (PCDD/F) IR DIOKSINŲ TIPO PCB ANALIZEI

5.1. **Darbinės srities siaurumas ir kiekybinio nustatymo riba**

— Dėl ypatingo kai kurių šių junginių toksiškumo turi būti įmanoma aptikti didesnės kaip vieno femtogramo (10^{-15}g) eilės PCDD/F kiekį. Daugumos gimininių PCB junginių kiekybinio nustatymo riba gali būti ir vieno nanogramo (10^{-9} g) eilės. Tačiau matuojant toksiškesnius dioksinų tipo giminingus PCB junginius (visų pirma pakeistuosius ne orto giminingus junginius), žemesnioji darbinės srities dalis turi atitikti žemesniąją pikogramo (10^{-12} g) eilę.

5.2. **Didelis atrankumas (specifiškumas)**

— Reikia skirti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB ir daugybę kitų kartu ekstrahuojamų ir galinčių trukdyti junginių, kurių koncentracija gali būti keliomis eilėmis didesnė nei tiriamų analičių. Taikant dujų chromatografijos ir masių spektrometrijos (GC-MS) metodus, būtina atskirti įvairius giminingus junginius, pvz., toksiškus (pvz., septyniolika 2,3,7,8 padėtyse pakeistų PCDD/F ir dvylika dioksinų tipo PCB) ir kitus giminingus junginius.

— Bioanalitiniai metodai turi būti tokie, kad juos taikant būtų įmanoma aptikti tikslinius junginius kaip PCDD/F ir (arba) dioksinų tipo PCB sumą. Mėginio gryninimo tikslas – pašalinti junginius, dėl kurių gaunami klaidingi neatitikimo nustatymo rezultatai, arba junginius, dėl kurių gali būti ribojamas atsakas ir taip gaunami klaidingi atitikimo nustatymo rezultatai.

([1]) 2004 m. balandžio 29 d. Europos Parlamento ir Tarybos Reglamentas (EB) Nr. 882/2004 dėl oficialios kontrolės, kuri atliekama siekiant užtikrinti, kad būtų įvertinama, ar laikomasi pašarus ir maistą reglamentuojančių teisės aktų, gyvūnų sveikatos ir gerovės taisyklių (OL L 165, 2004 4 30, p. 1).

5.3. **Didelis tikslumas (tikrumas ir glaudumas, tikroji bioanalizės išgava)**

— Taikant GC/MS metodus, apskaičiuojamas pagrįstas tikrosios koncentracijos mėginyje įvertis. Kad būtų galima išvengti mėginio analizės rezultato atmetimo, remiantis labai nepatikimai apskaičiuotu TEQ lygiu, būtinas didelis tikslumas (matavimo tikslumas: matavimo rezultato ir tikrosios arba priskirtosios matavimo vertės atitikimo artumas). Tikslumas išreiškiamas kaip *tikrumas* (išmatuotos analitės koncentracijos sertifikuotoje medžiagoje vidutinės vertės ir sertifikuotos vertės skirtumas, išreikštas kaip šios vertės procentinė dalis) ir *glaudumas* (SSN_R – santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuotas remiantis rezultatais, gautais atkuriamumo sąlygomis).

— Taikant bioanalitinius metodus, nustatoma tikroji bioanalizės išgava.

5.4. **Pagrįstumo tikrinimas didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygmeniu ir bendrosios kokybės kontrolės priemonės**

— Atlikdamos pagrįstumo tikrinimą ir (arba) įprastinę analizę, laboratorijos įrodo metodo tinkamumą didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygmeniui tirti, pvz., didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygmenį padauginus iš 0,5, 1 ir 2, esant priimtinam kartotinės analizės variacijos koeficientui.

— Turi būti taikomos vidaus kokybės kontrolės priemonės – nuolat atliekama tuščiųjų mėginių kontrolė, žymėtų etalonų įdėjimo bandymai arba kontrolinių mėginių (jei įmanoma, geriau naudoti sertifikuotą pamatinę medžiagą) analizė. Turi būti registruojamos ir tikrinamos tuščiųjų mėginių kontrolės, žymėtų etalonų įdėjimo bandymų arba kontrolinių mėginių analizės kokybės kontrolės diagramos, siekiant užtikrinti, kad analizė atitiktų tinkamumo reikalavimus.

5.5. **Kiekybinio nustatymo riba**

— Taikant bioanalitinį atrankinį metodą, nereikalaujama būtinai apibrėžti kiekybinio nustatymo ribą, tačiau turi būti įrodyta, kad taikant šį metodą įmanoma atskirti, kuri vertė yra tuščioji, o kuri – ribinė. Turi būti nustatytas registruojamasis lygis, kad būtų galima pranešti apie mėginius, kurių atveju atsakas neviršija nustatyto BEQ lygio. Kai atsakas nesiekia darbinės srities, registruojamasis lygis turi skirtis nuo tuščiųjų mėginių bent tris kartus. Todėl jis apskaičiuojamas pagal mėginius, kurių sudėtyje yra tikslinių junginių, kurių lygis maždaug atitinka mažiausią reikalaujamą lygį, o ne pagal S/T santykį arba tuščiojo bandymo vertę.

— Taikant patvirtinamąjį metodą, kiekybinio nustatymo riba turi būti maždaug viena penktoji didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos.

5.6. **Analizės kriterijai**

— Siekiant gauti patikimus rezultatus, kai taikomi patvirtinamieji ar atrankiniai metodai, TEQ arba BEQ vertė didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių, turi atitikti toliau nurodytus kriterijus, nesvarbu, ar ji apskaičiuojama kaip bendra PCDD/F ir dioksinų tipo PCB TEQ vertė (kaip PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma), ar kaip atskiros jų vertės.

	Atranka, taikant bioanalitinius arba fizikinius ir cheminius metodus	Patvirtinamieji metodai
Klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis (*)	< 5 %	
Tikrumas		– 20 % iki + 20 %
Pakartojamumas (SSN_r)	< 20 %	
Atkuriamumas vienoje laboratorijoje (SSN_r)	< 25 %	< 15 %

(*) Nustatant didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją.

5.7. **Atrankiniams metodams taikomi specialieji reikalavimai**

— Atrankos tikslais galima taikyti ir GC-MS, ir bioanalitinius metodus. GC-MS metodams taikomi reikalavimai nustatyti šio priedo 6 punkte. Bioanalitiniams ląstelių metodams taikomi šio priedo 7 punkte nustatyti specialieji reikalavimai.

— Įprastinės mėginių kontrolės tikslais atrankinius metodus taikančios laboratorijos glaudžiai bendradarbiauja su patvirtinamuosius metodus taikančiomis laboratorijomis.

— Atliekant įprastinę analizę, būtina patikrinti atrankinio metodo tinkamumą; tai daroma taikant analizės kokybės kontrolę ir nuolat tikrinant metodo pagrįstumą. Turi būti vykdoma tęstinė reikalavimus atitinkančių rezultatų kontrolės programa.

— Galimo ląstelių atsako slopinimo ir citoksiškumo tikrinimas

20 % mėginio ekstraktų matuojama atliekant įprastinę atranką pridėjus didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, 2, 3, 7, 8 eilės TCDD arba jų nepridėjus, siekiant patikrinti, ar atsaką gali slopinti mėginio ekstrakte esančios jam galinčios trukdyti medžiagos. Išmatuota įdėtosios analitės koncentracija palyginama su nežymėto ekstrakto koncentracijos ir žymėtų etalonų koncentracijos suma. Jeigu ši išmatuota koncentracija yra daugiau kaip 25 % mažesnė už apskaičiuotą (suminę) koncentraciją, tai reiškia galimą signalo slopinimą ir kad turi būti atlikta atitinkamo mėginio patvirtinamoji analizė. Rezultatai registruojami ir stebimi naudojant kokybės kontrolės diagramas.

— Reikalavimus atitinkančių mėginių kokybės kontrolė

Priklausomai nuo mėginių matricos ir laboratorijos patirties, patikrinama maždaug 2–10 % reikalavimus atitinkančių mėginių.

— Klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies nustatymas pagal kokybės kontrolės duomenis

Atlikus mėginių atrankinį tyrimą, nustatoma didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją arba lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršijanti arba jų neviršijanti klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis. Faktinė klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis turi būti mažesnė kaip 5 %.

Kai po reikalavimus atitinkančių mėginių kokybės kontrolės gaunama mažiausiai 20 patvirtintų kiekvienos matricos (matricos grupės) rezultatų, išvados dėl klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies daromos iš šių duomenų. Žiedinės reakcijos tyrimo arba atsitiktinės taršos metu tirtų mėginių, kurių koncentracija yra, pvz., iki dviejų kartų didesnė nei didžiausioji leidžiamoji koncentracija, rezultatai taip pat gali būti įtraukti tarp tų mažiausiai 20 rezultatų, kuriais remiantis vertinama klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis. Mėginiai imami taip, kad būtų atsižvelgta į dažniausiai pasitaikančias gimininguų junginių struktūras ir šaltinių įvairovę.

Nors atliekant atrankinius tyrimus reikėtų siekti nustatyti mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies nustatymo kriterijumi laikoma didžiausioji leidžiamoji koncentracija, atsižvelgiant į patvirtinamojo metodo matavimo neapibrėžtį.

— Po atrankinio tyrimo mėginiai, kurie gali neatitikti reikalavimų, turi būti visuomet tikrinami atliekant išsamią pakartotinę pirminio mėginio analizę patvirtinamuoju metodu. Šiuos mėginius galima naudoti ir tada, kai vertinama klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dalis. Taikant atrankinius metodus, klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dalis – tie rezultatai, kurių atitiktis reikalavimams patvirtinama patvirtinamosios analizės būdu, nors ankstesnės atrankos metu ir būta įtarimų, kad mėginys neatitinka reikalavimų. Tačiau atrankinio metodo naudingumo vertinimas grindžiamas reikalavimų neatitinkančių klaidingų mėginių ir bendro patikrintų mėginių skaičiaus palyginimu. Minėta dalis turi būti pakankamai maža, kad atrankinis metodas pasiteisintų.

— Bent tikrinant pagrįstumą, kai taikomi bioanalitiniai metodai, turi būti įmanoma gauti pagrįstą TEQ lygį, apskaičiuotą ir išreikštą BEQ.

— Taip pat ir tuo atveju, kai bioanalitiniai metodai taikomi pakartojamumo sąlygomis, SSN_r vienoje laboratorijoje paprastai bus mažesnis nei atkuriamumo SSN_R.

6. GC-MS METODAMS TAIKOMI SPECIALIEJI REIKALAVIMAI, KURIŲ BŪTINA LAIKYTIS ATLIEKANT ATRANKĄ ARBA PATVIRTINIMO TIKSLAIS

6.1. **Priimtinas PSO-TEQ lygio viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas**

— Siekiant patvirtinti, kad viršyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija arba prireikus lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, viršutinės ir žemutinės ribinės koncentracijos skirtumas turi neviršyti 20 %.

6.2. **Išgavos kontrolė**

— Siekiant patikrinti analizės pagrįstumą, prieš pat taikant analizės metodą, pvz., prieš ekstrahavimą, turi būti pridedama 2, 3, 7, 8 pozicijose chlorintų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais ir dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais. Turi būti pridėta bent po vieną gimininguą junginį, skirtą kiekvienai homologinei eilei nuo tetrachlorintų iki oktachlorintų PCDD/F ir bent po vieną gimininguą junginį, skirtą kiekvienai dioksinų tipo PCB homologinei eilei (arba bent po vieną gimininguą junginį, skirtą kiekvieno jono, atrinkto taikant masių spektrometriją, registravimo funkcijai atlikti, kad būtų galima stebėti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB). Taikant patvirtinamuosius metodus, naudojami visi 17 2, 3, 7, 8 padėtyse pakeistų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais ir visi 12 dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtais ^{13}C atomais.

— Taip pat nustatomi santykiniai atsako koeficientai, taikomi tiems gimininginiems junginiams, kurių atveju į atitinkamus kalibravimo tirpalus nepridėta jokių žymėtų ^{13}C analogų.

— Jeigu augalinių ir gyvūninių maisto produktų sudėtyje yra mažiau kaip 10 % riebalų, vidinius etalonus būtina įdėti prieš ekstrahavimą. Jeigu gyvūninių maisto produktų sudėtyje yra daugiau kaip 10 % riebalų, vidiniai etalonai gali būti įdedami prieš ekstrahuojant riebalus arba po to. Turi būti atliktas atitinkamas ekstrahavimo efektyvumo pagrįstumo tikrinimas, atsižvelgiant į tai, kuriuo etapu buvo įdėta vidinių etalonų ir ar rezultatai registruojami pagal produktą, ar pagal riebalus.

— Prieš GC-MS analizę turi būti įdedamas vienas arba du (pakaitiniai) išgavos etalonai.

— Būtina atlikti išgavos kontrolę. Taikant patvirtinamuosius metodus, atskirų vidinių etalonų išgavos vertės turi būti nuo 60 iki 120 %. Mažesnės arba didesnės atskirų gimininginų junginių išgavos vertės, ypač kai kurių heptachlorintų ir oktachlorintų dibenzo-p-dioksinų ir dibenzofuranų, priimtinos su sąlyga, kad jų indėlis į TEQ vertę yra ne didesnis kaip 10 % suminės TEQ vertės (remiantis PCDD/F ir dioksinų tipo PCB suma). Taikant GC-MS atrankinius metodus, išgavos vertės turi būti nuo 30 iki 140 %.

6.3. **Trukdančiųjų medžiagų pašalinimas**

— PCDD/F nuo trukdančiųjų chlorintų junginių, tokių kaip ne dioksinų tipo PCB ir chlorinti difenileteriai, atskiriami taikant tinkamus chromatografijos metodus (pageidautina naudoti florisilio, aliuminio oksido ir (arba) anglies kolonėlę).

— Pakanka atlikti izomerų atskyrimą, taikant dujų chromatografiją (< 25 % nuo 1,2,3,4,7,8-HxCDF smailės iki 1,2,3,6,7,8-HxCDF smailės).

6.4. **Kalibravimas standartine kreive**

— Kalibravimo kreivės intervalas turi atitikti atitinkamą didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, intervalą.

6.5. **Specialieji patvirtinamųjų metodų kriterijai**

— Taikomi atliekant GC-HRMS:

Atliekant HRMS skyra paprastai turi būti ne mažesnė nei 10 000 visame masės intervale esant 10 % įdubai.

Turi būti tenkinami kiti nustatymo ir patvirtinimo kriterijai, aprašyti tarptautiniu mastu pripažintuose standartuose, pvz., standarte EN 16215:2012 „Pašarai. Dioksinų ir dioksinų tipo polichlorbifenilų (PCB) bei polichlorbifenilų indikatorių nustatymas, taikant dujų chromatografiją ir didelės skyros masių spektrometriją (GC/HRMS)“ ir (arba) EPA 1613 ir 1668 metoduose (nauja redakcija).

— Taikomi atliekant GC-MS/MS:

Turi būti stebimi bent 2 pradiniai jonai, kiekvienas su vienu konkrečiu atitinkamu tarpiniu antriniu jonu, visose paženklintose ir nepaženklintose analitėse analizės taikymo srityje.

Didžiausias leidžiamas ± 15 % dydžio santykinio jonų intensyvumo nuokrypis, taikomas pasirinktiems tarpiniams antriniams jonams, palyginti su apskaičiuotomis arba išmatuotomis vertėmis (etalonų kalibravimo vidurkis) taikant vienodas MS/MS sąlygas, ypač susidūrimo energiją ir susidūrimo dujų slėgį, kiekvienam analitės pereinamajam etapui.

Kiekvieno kvadrupolio skyra turi būti lygi ar didesnė nei vieneto masės skyra (vieneto masės skyra: pakankama skyra, kad dvi viršūnės būtų atskirtos per vieną masės vienetą), siekiant kuo labiau sumažinti galimus trukdžius tiriamose analitėse.

Turi būti tenkinami kiti kriterijai, aprašyti tarptautiniu mastu pripažintuose standartuose, pvz., standarte EN 16215:2012 „Pašarai. Dioksinų ir dioksinų tipo polichlorbifenilų (PCB) bei polichlorbifenilų indikatorių nustatymas, taikant dujų chromatografiją ir didelės skyros masių spektrometriją (GC/HRMS)“ ir (arba) EPA 1613 ir 1668 metoduose (nauja redakcija), išskyrus reikalavimą taikyti GC-HRMS.

7. SPECIALIEJI BIOANALITINIŲ METODŲ REIKALAVIMAI

Bioanalitiniai metodai – biologinių principų taikymu pagrįsti metodai, pvz., ląstelių, juslių arba imuniniai tyrimai. Šiame 7 punkte nustatomi bendrieji reikalavimai, taikomi bioanalitiniams metodams.

Taikant atrankinį metodą, iš esmės pripažįstama, kad mėginys atitinka reikalavimus arba kad jo atitiktis kelia įtarimų. Šiuo tikslu apskaičiuotas BEQ lygis palyginamas su ribine verte (žr. 7.3 punktą). Ribinės vertės nesiekiantys mėginiai pripažįstami atitinkančiais reikalavimus, o ją siekiančių arba viršijančių mėginių atitiktis pripažįstama keliančia įtarimų, todėl juos būtina ištirti taikant patvirtinamąjį metodą. Praktikoje BEQ lygis, atitinkantis 2/3 didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos, gali būti naudojamas kaip ribinė vertė, jeigu klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis yra mažesnė nei 5 % ir užtikrinama priimtina klaidingų neatitikimo nustatymo rezultatų dalis. PCDD/F ir PCDD/F bei dioksinų tipo PCB sumai nustačius skirtingą didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją ir tikrinant mėginių atitiktį be frakcionavimo, būtina nustatyti atitinkamas ribines bioanalizės vertes, taikomas PCDD/F. Tikrinant mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ribine verte gali būti laikoma atitinkama to lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, procentinė dalis.

Be to, taikant tam tikrus bioanalitinius metodus, gali būti nurodyta BEQ išreikšta orientacinė koncentracija, kai mėginiai patenka į darbinės srities dalį ir viršija registruojamąjį lygį (žr. 7.1.1 ir 7.1.6 punktus).

7.1. **Bandymo atsako vertinimas**

7.1.1. *Bendrieji reikalavimai*

— Kai koncentracija apskaičiuojama pagal TCDD kalibravimo kreivę, bus pastebimas didelis skirtumas tarp žemutinėje ir viršutinėje kreivės dalyse nurodytų koncentracijos verčių (didelis pokyčio koeficientas). Darbinė sritis – dalis, kurioje tas pokytis yra mažesnis nei 15 %. Žemutinė darbinės srities dalis (registruojamasis lygis) dar labiau padidinama (bent tris kartus), kad viršytų tuščiuosius mėginius. Viršutinė darbinės srities dalis paprastai išreiškiama EC_{70} verte (70 % didžiausios efektyviosios koncentracijos), tačiau ji yra žemesnė, jeigu šioje srityje pokytis yra didesnis kaip 15 %. Darbinė sritis nustatoma tikrinant pagrįstumą. Ribinės vertės (žr. 7.3 punktą) turi neabejotinai būti darbinės srities ribose.

— Lygiagrečiai tiriami bent standartiniai tirpalai ir mėginių ekstraktai. Atliekant lygiagrečiuosius tyrimus, standartinio tirpalo arba kontrolinio ekstrakto tyrimas atliekamas 4–6 plokštelės akutėse, o atsakas arba koncentracija gaunami, kai pokytis yra mažesnis nei 15 % (įmanoma tik darbinės srities ribose).

7.1.2. *Kalibravimas*

7.1.2.1. Kalibravimas standartine kreive

— Koncentracija mėginiuose gali būti įvertinama lyginant bandymo atsaką ir TCDD (arba PCB 126 ar standartinio PCDD/F ir dioksinų tipo PCB mišinio) kalibravimo kreivę, siekiant apskaičiuoti BEQ lygį ekstrakte, o vėliau ir mėginyje.

— Kalibravimo kreivės turi būti sudarytos iš 8–12 koncentracijos verčių (sugrupuotų bent po dvi), kad jų netrūktų žemutinėje kreivės dalyje (darbinėje srityje). Ypač atkreipiamas dėmesys į tai, kad kreivė atitiktų darbinę sritį. Pati R^2 vertė neturi jokios arba beveik jokios reikšmės vertinant kreivių atitikimo savybę nelinijinės regresijos būdu. Geresnis kreivių atitikimas bus pasiektas minimaliai sumažinus skirtumą tarp apskaičiuoto ir išmatuoto lygių kreivės darbinėje srityje (pvz., kuo labiau sumažinus kvadratu pakeltų likučių sumą).

— Vėliau apskaičiuotoji koncentracija mėginio ekstrakte patikslinama atsižvelgiant į BEQ lygį, apskaičiuotą pagal matricą ir (arba) tuščiąjį tirpiklio mėginį (siekiant atsižvelgti į naudojamų tirpiklių ir cheminių medžiagų priemaišas) ir tikrąją išgavą (apskaičiuotą pagal BEQ lygį tinkamuose kontroliniuose mėginiuose su panašios struktūros gimininiais junginiais, tiriamais didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių). Norint patikslinti išgavą, tikroji išgava turi niekada neviršyti nustatyto intervalo (žr. 7.1.4 punktą). Tikslinant išgavą naudojami kontroliniai mėginiai turi atitikti 7.2 punkte nustatytus reikalavimus.

7.1.2.2. Kalibravimas naudojant kontrolinius mėginius

Kaip alternatyva gali būti naudojama kalibravimo kreivė, parengta bent iš keturių kontrolinių mėginių (žr. 7.2. punktą): viena tuščioji matrica ir trys kontroliniai mėginiai, didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių, padauginti iš 0,5, 1 ir 2), kurios nereikėtų tikslinti pagal tuščiąją vertę ir išgavą. Šiuo atveju 2/3 didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos atitinkantis tyrimo atsakas (žr. 7.3 punktą) gali būti apskaičiuotas tiesiogiai pagal šiuos mėginius ir naudojamas kaip ribinė vertė. Tikrinant mėginius, viršijančius lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, ribine verte gali būti laikoma atitinkama to lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, procentinė dalis.

7.1.3. *Atskiras PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatymas*

Ekstraktai gali būti dalijami į frakcijas, kurių sudėtyje yra PCDD/F ir dioksinų tipo PCB, kad būtų galima atskirai nustatyti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB TEQ lygius (išreikštus BEQ). Frakcijos, kurios sudėtyje yra dioksinų tipo PCB, rezultatams įvertinti geriausia naudoti standartinę PCB 126 kalibravimo kreivę.

7.1.4. *Tikrosios bioanalizės išgavos vertės*

Tikroji bioanalizės išgava apskaičiuojama analizuojant tinkamus kontrolinius mėginius su panašios struktūros gimininingais junginiais, tiriamais didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių, ir kurie, palyginti su TEQ lygiu, yra išreikšti kaip BEQ lygio procentinis dydis. Priklausomai nuo taikomos analizės tipo ir TEF ([1]), dėl TEF ir REP koeficientų, taikomų dioksinų tipo PCB, tikrosios dioksinų tipo PCB išgavos vertės, palyginti su PCDD/F, gali būti mažesnės. Dėl to, kai PCDD/F ir dioksinų tipo PCB yra nustatomi atskirai, tikrosios bioanalizės išgavos vertės turi būti tokios: dioksinų tipo PCB – nuo 20 iki 60 %, PCDD/F – nuo 50 iki 130 % (intervalai, taikomi TCDD kalibravimo kreivei). Dioksinų tipo PCB indėlis į PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumą skirtingose matricose ir mėginiuose skiriasi, tad tuos intervalus atitinka tikrosios bioanalizės išgavos verčių, kurios turi būti nuo 30 iki 130 %, suma.

7.1.5. *Išgavos verčių kontrolė gryninant*

Tikrinant pagrįstumą patikrinama, ar gryninant nesumažėjo junginių. Turi būti išgrynintas (kai n yra bent 3) tuščiasis mėginys, į kurį įdėta įvairių gimininingų junginių mišinio, ir, taikant patvirtinamąjį metodą, turi būti patikrinta išgava ir kintamumas. Išgava turi būti nuo 60 iki 120 %, visų pirma tų gimininingų junginių, kurių indėlis į TEQ lygį įvairiuose mišiniuose viršija 10 %.

7.1.6. *Registruojamasis lygis*

Kai registruojami BEQ lygiai, registruojamasis lygis nustatomas pagal atitinkamų matricų mėginius, kuriuose yra tipiškos struktūros gimininingų junginių, o ne pagal etalonų kalibravimo kreivę, kadangi žemutinėje jos intervalo dalyje trūksta duomenų glaudumo. Turi būti atsižvelgiama į ekstrahavimo ir gryninimo poveikį. Registruojamasis lygis padidinamas (bent tris kartus) ir nustatomas, kad viršytų tuščiuosius mėginius.

7.2. **Kontrolinių mėginių naudojimas**

— Kontroliniai mėginiai išreiškia į didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos ar lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, intervalą patenkančių PCDD/F ir dioksinų tipo PCB mėginių matricą, gimininingų junginių struktūrą ir koncentracijos verčių intervalus.

— Į kiekvieną bandymų eilę turi būti įtraukiamas didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu ar lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių, tiriamas tuščiasis mėginys, arba pageidautina tuščioji matrica, ir kontrolinis mėginys. Šie mėginiai turi būti ekstrahuojami ir tiriami tuo pat metu tapačiomis sąlygomis. Naudojant kontrolinį mėginį, palyginti su tuščiuoju mėginiu, turi būti gautas akivaizdžiai aukštesnės vertės atsakas, taip užtikrinant tyrimo tinkamumą. Šiuos mėginius galima naudoti tuščiosios vertės ir išgavos tikslinimo tikslais.

— Išgavos tikslinimo tikslais atrinkti kontroliniai mėginiai turi atitikti bandomuosius mėginius, t. y. koncentracija negali būti nepakankamai įvertinta dėl gimininingų junginių struktūros.

— Gali būti papildomai įtraukta iš 0,5 ir 2 padaugintų didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos ar lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, kontrolinių mėginių, siekiant įrodyti, kad tiriamos koncentracijos verčių bandymas tinka didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai ar lygiui, kurį pasiekus imamasi priemonių, kontroliuoti. Šie mėginiai gali būti kartu naudojami apskaičiuojant BEQ lygį bandomuosiuose mėginiuose (žr. 7.1.2.2 punktą).

7.3. **Ribinių verčių nustatymas**

Turi būti nustatomas BEQ išreikštų bioanalizės rezultatų ir TEQ išreikštų rezultatų, gautų taikant patvirtinamuosius metodus, ryšys (pvz., atliekant kalibravimo matricomis bandymus, naudojant žymėtus kontrolinius mėginius, kurių didžiausioji leidžiamoji koncentracija padauginama iš 0, 0,5, 1 ir 2 ir kiekvienu lygiu atliekant šešis pakartojimus (n = 24)). Remiantis šiuo ryšiu galima įvertinti korekcijos koeficientus (tuščiąją vertę ir išgavą), tačiau kiekvienoje bandymų eilėje jie tikrinami įtraukiant tuščiąjį mėginį arba tuščiąją matricą ir išgavos mėginius (žr. 7.2 punktą).

Ribinės vertės nustatomos priimant sprendimą dėl mėginių atitikties didžiausiajai leidžiamajai koncentracijai arba kontroliuojant lygį, kurį pasiekus imamasi priemonių, jei taikytina, palyginti su atitinkama didžiausiąja leidžiamąja koncentracija arba lygiu, kurį pasiekus imamasi priemonių, nustatytu arba atskirai PCDD/F ir dioksinų tipo PCB, arba PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumai. Jos atitinka *žemutinę* bioanalitinių rezultatų pasiskirstymo dalį (patikslinus pagal tuščiąją vertę ir išgavą), atitinkančią patvirtinamojo metodo sprendimo ribą, remiantis 95 % pasikliovimo lygiu, kai klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis yra mažesnė nei 5 % ir SSN_R yra mažesnis nei 25 %. Patvirtinamojo metodo sprendimo riba reiškia didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį.

([1]) Dabartiniai reikalavimai grindžiami TEF, paskelbtais leidinyje *Toxicol Sci* (M. Van den Berg *et al*, 93 (2), 223–241 (2006)).

Praktikoje ribinė vertė (išreikšta BEQ) gali būti apskaičiuota remiantis vienu iš toliau nustatytų būdų (žr. 1 pav.).

7.3.1. *Žemutinės* 95 % prognozavimo intervalo srities taikymas patvirtinamojo metodo sprendimo ribai

$$\text{Ribinėvertė} = BEQ_{DL} - s_{y,x} * t_{\alpha,f=m-2}\sqrt{1/n + 1/m + (x_i - \overline{x})^2/Q_{xx}}$$

čia:

BEQ_{DL} BEQ, atitinkantis patvirtinamojo metodo sprendimo ribą, t. y. didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį;

$s_{y,x}$ liekamasis standartinis nuokrypis;

$t_{\alpha,f=m-2}$ Stjudento faktorius (α = 5 %, f = laisvės laipsniai, vienpusiai);

m bendras kalibravimo taškų kiekis (j indeksas);

n pakartojimų kiekvienu lygiu skaičius;

x_i mėginio koncentracija (išreikšta TEQ) i kalibravimo taške, nustatyta patvirtinamuoju metodu;

$\overline{x}$ visų kalibruotų mėginių koncentracijos verčių (išreikštų TEQ) vidurkis;

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^{m}(x_i - \overline{x})^2$ kvadratinė suminė vertė,

i = i kalibravimo taško indeksas.

7.3.2. Apskaičiavimas pagal bioanalitinius mėginių, užterštų ties patvirtinamojo metodo sprendimo riba, atitinkančia *žemutinį* galinį duomenų pasiskirstymo atitinkamoje vidutinėje BEQ vertėje tašką, daugkartinės analizės (n > 6) rezultatus (patikslintus pagal tuščiąją vertę ir išgavą):

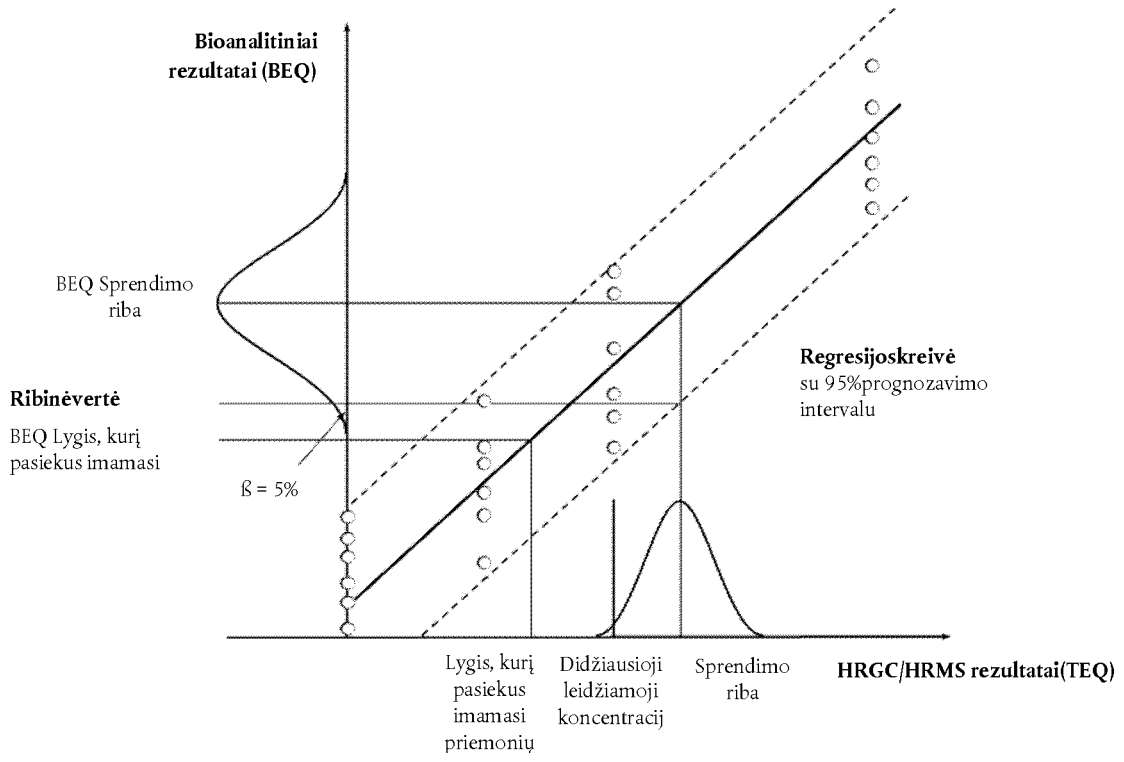
$$\text{ribinėvertė} = BEQ_{DL} - 1{,}64 \times SD_R$$

čia:

SD_R bioanalizės rezultatų standartinis nuokrypis BEQ_{DL} taške, išmatuotas atkuriamumo vienoje laboratorijoje sąlygomis.

7.3.3. Mėginių, užterštų esant 2/3 didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių, daugkartinės analizės (n ≥ 6) būdu gautų bioanalitinių rezultatų (išreikštų BEQ ir patikslintų pagal tuščiąją vertę ir išgavą), kaip vidutinės vertės, apskaičiavimas. Šis apskaičiavimas atliekamas atsižvelgiant į pastabą, kad minėta koncentracija apytikriai atitiks pagal 7.3.1 arba 7.3.2 punktą nustatytą ribinę vertę.

1 pav.



Ribinių verčių apskaičiavimas, remiantis 95 % pasikliovimo lygiu, darant prielaidą, kad klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalis yra mažesnė nei 5 %, o SSN_R yra mažesnis nei 25 %:

1) remiantis *žemutine* 95 % prognozavimo intervalo sritimi ties patvirtinamojo metodo sprendimo riba;

2) remiantis mėginių, užterštų ties patvirtinamojo metodo sprendimo riba, atitinkančia *žemutinį* galinį duomenų pasiskirstymo (paveiksle atvaizduota išlenkta kreivė) atitinkamoje vidutinėje BEQ vertėje tašką, daugkartine analize ($n \geq 6$).

7.3.4. Ribinėms vertėms taikomi apribojimai

Pagal SSN_R, gautą tikrinant pagrįstumą ir naudojant ribotą skaičių mėginių, kurių matricos ir (arba) gimininguų junginių struktūros skiriasi, apskaičiuotos BEQ pagrįstos ribinės vertės gali būti didesnės nei TEQ pagrįsta didžiausioji leidžiamoji koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, atsižvelgiant į didesnį glaudumą, skirtingai nei įprastinėmis sąlygomis, kai reikia kontroliuoti nežinomą galimų gimininguų junginių struktūrų spektrą. Tokiais atvejais ribinės vertės apskaičiuojamos pagal SSN_R, kai jis yra 25 %, arba pasirenkama dvi trečiosios didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos arba lygio, kurį pasiekus imamasi priemonių.

7.4. **Efektyvumo charakteristikos**

— Kadangi taikant bioanalitinius metodus negalima naudoti vidinių etalonų, turi būti atliekami pakartojamumo tyrimai, siekiant gauti informacijos apie standartinį nuokrypį per tos pačios eilės tyrimus ir tarp skirtingų eilių tyrimų. Pakartojamumas turi būti mažesnis nei 20 %, atkuriamumas vienoje laboratorijoje – mažesnis nei 25 %. Tai grindžiama apskaičiuota koncentracija, išreikšta BEQ ir patikslinta pagal tuščiąją vertę ir išgavą.

— Tikrinant pagrįstumą, turi būti įrodoma, kad tiriant galima atskirti tuščiąjį mėginį nuo ribinę vertę atitinkančios koncentracijos ir taip identifikuoti mėginius, viršijančius atitinkamą ribinę vertę (žr. 7.1.2 punktą).

— Turi būti nustatyti tiksliniai junginiai, galimi trukdžiai ir didžiausia toleruotina tuščiojo mėginio koncentracija.

— Atsako arba pagal jį, triskart nustačius mėginio ekstraktą, apskaičiuotos koncentracijos (įmanoma tik darbinės srities ribose) standartinio nuokrypio dydis turi neviršyti 15 %.

— Atliekant bioanalitinio metodo efektyvumo per pastovų laiką vertinimą, naudojami nepatikslinti kontrolinio (-ių) mėginio (-ių) rezultatai, išreikšti BEQ (tuščiasis mėginys ir didžiausioji leidžiamoji koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių).

— Turi būti registruojamos ir tikrinamos tuščiųjų mėginių ir kiekvieno tipo kontrolinių mėginių kokybės kontrolės diagramos, siekiant užtikrinti, kad analitinis efektyvumas atitiktų reikalavimus, visų pirma tuštiesiems mėginiams nustatyto mažiausio reikalaujamo atstumo nuo žemutinės darbinės srities dalies ir kontrolinių mėginių atkuriamumo vienoje laboratorijoje. Tuštieji mėginiai turi būti gerai kontroliuojami, kad būtų išvengta klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų, kai atliekamas atėmimo veiksmas.

— Turi būti renkami rezultatai, gauti tiriant įtartinus mėginius ir 2–10 % reikalavimus atitinkančių mėginių (mažiausiai 20 mėginių vienai matricai) taikant patvirtinamuosius metodus; jie naudojami vertinant atrankinio metodo efektyvumą ir BEQ bei TEQ ryšį. Ši duomenų bazė gali būti naudojama atliekant pakartotinį ribinių verčių, taikomų įprastiniams mėginiams, kai naudojamos patvirtintos matricos, vertinimą.

— Metodo efektyvumas gali būti įrodytas žiedinės reakcijos tyrimais. Mėginių žiedinės reakcijos tyrimų rezultatai, apimantys, pvz., iki 2 kartų didesnį koncentracijos verčių intervalą nei didžiausioji leidžiamoji koncentracija, taip pat gali būti įtraukti į klaidingų atitikimo nustatymo rezultatų dalies vertinimą, jeigu pavyksta įrodyti, kad laboratorija yra tinkamai kvalifikuota. Mėginiai imami taip, kad būtų atsižvelgta į dažniausiai pasitaikančias gimininguų junginių struktūras ir šaltinių įvairovę.

— Atsitikus incidentui, ribinės vertės gali būti vertinamos pakartotinai, siekiant atsižvelgti į šio konkretaus incidento metu naudotas konkrečias matricas ir gimininguų junginių struktūras.

8. REZULTATŲ ATASKAITA

Patvirtinamieji metodai

— Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų PCDD/F ir PCB gimininguų junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidutinė ribinė koncentracija, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir juos būtų galima aiškinti laikantis specialiųjų reikalavimų.

— Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir užregistruojamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija, išreikšta riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 % (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); dėl kitų mėginių lipidų kiekio nustatyti nebūtina.

— Turi būti pateiktos atskirų vidinių etalonų išgavos vertės, jei išgavos vertės neatitinka 6.2 punkte nurodyto intervalo, jei viršijama didžiausioji leidžiamoji koncentracija (tokiu atveju vienos iš dviejų kartotinių analizių išgavos vertės) ir visais kitais atvejais, kai to prašoma.

— Kadangi sprendžiant, ar mėginys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametrą taip pat reikia pateikti. Todėl analizės rezultatai ataskaitoje pateikiami kaip x +/– U, čia x – analizės rezultatas, U – išplėstoji matavimo neapibrėžtis, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 % pasikliovimo lygis. Jeigu PCDD/F ir dioksinų tipo PCB nustatomi atskirai, apskaičiuojant PCDD/F ir dioksinų tipo PCB sumą naudojama apskaičiuota atskirų PCDD/F ir dioksinų tipo PCB analizės rezultatų išplėstųjų neapibrėžčių suma.

— Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCα (kaip aprašyta II priedo IV.2 punkte), šį parametrą reikia pateikti.

— Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir (bent) tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija.

Bioanalitiniai atrankiniai metodai

— Atrankos rezultatas įvardijamas kaip atitinkantis reikalavimus arba įtariamas neatitinkąs reikalavimų (įtartinas).

— Be to, gali būti nurodyta PCDD/F ir (arba) dioksinų tipo PCB koncentracija, išreikšta BEQ, o ne TEQ (žr. III priedo 1 punktą). Mėginiai, kurių atsakas mažesnis nei registruojamasis lygis, nurodomi kaip nesiekiantys registruojamojo lygio.

— Dėl kiekvieno mėginio matricos tipo ataskaitoje nurodoma didžiausioji leidžiamoji koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, kuriais grindžiamas vertinimas.

— Ataskaitoje nurodomas atlikto tyrimo tipas, pagrindinis tyrimo principas ir kalibravimo rūšis.

— Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCDD/F, dioksinų tipo PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir pranešamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija arba lygis, kurį pasiekus imamasi priemonių, išreikšti riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 % (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); dėl kitų mėginių lipidų kiekio nustatyti nebūtina.

— Jeigu įtariama, kad mėginiai neatitinka reikalavimų, ataskaitoje turi būti nurodyta, kokių veiksmų bus imtasi. Jeigu mėginiuose yra didelė PCDD/F koncentracija ir PCDD/F ir dioksinų tipo PCB koncentracija, ji turi būti nustatyta (patvirtinta) patvirtinamuoju metodu.

III PRIEDO priedėlis

PSO TEF, skirti žmonėms keliamai rizikai vertinti, pagrįsti Pasaulio sveikatos organizacijos (PSO) tarptautinės cheminės saugos programos (IPCS) specialistų posėdžio, surengto 2005 m. birželio mėn. Ženevoje, išvadomis (*Martin van den Berg et al., The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. Toxicological Sciences* 93(2), 223–241 (2006)).

Gimininga junginys	TEF vertė	Gimininga junginys	TEF vertė
Dibenzo-p-dioksinai (PCDD)		Dioksinų tipo PCB: **ne orto PCB + mono-orto PCB**	
2,3,7,8-TCDD	1	**Ne orto PCB**	
1,2,3,7,8-PeCDD	1		
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003		
Dibenzofuranai (PCDF)		**Mono-orto PCB**	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

Vartojamos santrumpos: T – tetra; Pe – penta; Hx – heksa; Hp – hepta; O – okta; CDD – chlordibenzodioksinas; CDF – chlordibenzofuranas; CB – chlorbifenilas.

IV PRIEDAS

MĖGINIŲ RUOŠIMAS IR REIKALAVIMAI, KELIAMI ANALIZĖS METODAMS, KURIE TAIKOMI VYKDANT NE DIOKSINŲ TIPO PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 IR 180) KONCENTRACIJOS TAM TIKRUOSE MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĘ

Šiame priede nurodyti reikalavimai taikomi tada, kai maisto produktai tiriami vykdant oficialią ne dioksinų tipo polichlorintų bifenilų (ne dioksinų tipo PCB) kontrolę ir kitais reguliavimo tikslais.

1. **Taikomi nustatymo metodai**

Dujų chromatografija su elektronų pagavos detekcija (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS-MS, GC-HRMS arba lygiaverčiai metodai.

2. **Tiriamųjų analičių identifikavimas ir patvirtinimas**

— Santykinė sulaikymo trukmė, atsižvelgiant į vidinius ar kontrolinius etalonus (priimtinasis nuokrypis yra +/– 0,25 %).

— Visi šeši indikatoriniai PCB (PCB 28, 52, 101, 138, 153 ir 180) atskiriami nuo trukdančiųjų medžiagų, visų pirma nuo kartu išplaunamų PCB, taikant dujų chromatografiją, ypač jeigu mėginių koncentracija neviršija nustatytųjų ribų ir turi būti patvirtintas neatitikimas.

(Nustatyta, kad dažnai kartu išplaunami, pvz., PCB 28 ir 31, PCB 52 ir 69, taip pat PCB 138, 163 ir 164. Be to, taikant GC-MS, turi būti atsižvelgiama į galimus didesnės eilės chlorintų gimininių junginių fragmentų trukdžius.)

— Taikant GC-MS metodus:

— Turi būti stebima bent:

— du specialieji jonai, kai taikoma HRMS;

— du specialieji jonai, kurių m/z > 200 arba trys specialieji jonai, kurių m/z > 100, kai taikoma LRMS;

— 1 pradinis ir 2 antriniai jonai, kai taikoma dviguboji masių spektrometrija (MS-MS).

— Didžiausios leidžiamosios nuokrypos, taikomos atrinktų masių fragmentų pertekliaus santykiams:

Santykinis pasirinktų masių fragmentų pertekliaus santykio nuokrypis nuo teorinio arba tikslinio jono (dažniausiai kontroliuojamo jono) ir identifikacinio (-ių) jono (-ų) kalibravimo etalono.

Santykinis identifikacinio (-ių) jono (-ų) intensyvumas, palyginti su tiksliniu jonu	GC-EI-MS (santykinis nuokrypis)	GC-CI-MS, GC-MS^n (santykinis nuokrypis)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % iki 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % iki 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(*) Yra pakankamai masių fragmentų, kurių santykinis intensyvumas didesnis kaip 10 %, todėl nerekomenduojama naudoti identifikacinio (-ių) jono (-ų), kurio (-ių) santykinis intensyvumas, palyginti su tiksliniu jonu, yra mažesnis kaip 10 %.

— Taikant GC-ECD metodus:

Leidžiamąsias nuokrypas viršijantys rezultatai patvirtinami naudojant dvi dujų chromatografijos kolonėles, kai nejudrios fazės yra skirtingo poliškumo.

3. **Metodo efektyvumo įrodymas**

Patvirtinimas didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos intervale (didžiausioji leidžiamoji koncentracija padauginta iš 0,5–2), taikant priimtiną pakartotos analizės pokyčio koeficientą (žr. 8 punkte nustatytus tarpinio glaudumo reikalavimus).

4. **Kiekybinio nustatymo riba**

Tuščiosios vertės turi neviršyti 30 % taršos lygio, atitinkančio didžiausiąją leidžiamąją koncentraciją ([1]).

5. **Kokybės kontrolė**

Nuolatinė tuščiųjų mėginių kontrolė, žymėtų etalonų ir kokybės kontrolės mėginių analizė, dalyvavimas tarplaboratoriniuose tyrimuose su atitinkamomis matricomis.

6. **Išgavos kontrolė**

— Turi būti naudojami tinkami vidiniai etalonai, kurių fizikinės ir cheminės savybės būtų palyginamos su tiriamosiomis analitėmis.

— Vidinių etalonų įdėjimas:

  — Įdėjimas į produktus (prieš ekstrahavimą ir gryninimą);

  — Taip pat galima įdėti į ekstrahuotus riebalus (prieš gryninimą), jei didžiausioji leidžiamoji koncentracija yra išreikšta riebalų pagrindu.

— Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami visi šeši indikatoriniai gimininginiai PCB junginiai su žymėtais izotopais:

  — rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes;

  — paprastai priimtinos vidinių etalonų su žymėtais izotopais išgavos vertės nuo 50 iki 120 %;

  — mažesnės arba didesnės išgavos vertės priimtinos, jeigu atskiri gimininginiai junginiai sudaro mažiau nei 10 % šešių indikatorinių PCB sumos.

— Reikalavimai metodams, kuriuos taikant naudojami ne visi šeši vidiniai etalonai su žymėtais izotopais arba naudojami kiti vidiniai etalonai:

  — kiekvieno mėginio vidinio (-ių) etalono (-ų) išgavos kontrolė;

  — priimtinos vidinio (-ių) etalono (-ų) išgavos vertės – nuo 60 iki 120 %;

  — rezultatai patikslinami atsižvelgiant į vidinių etalonų išgavos vertes.

— Nežymėtų gimininginių junginių išgavos vertės tikrinamos naudojant žymėtuosius arba kokybės kontrolės mėginius, kurių koncentracijos vertės patenka į didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos intervalą. Priimtinos šių gimininginių junginių išgavos vertės – nuo 70 iki 120 %.

7. **Laboratorijoms taikomi reikalavimai**

Pagal Reglamento (EB) Nr. 882/2004 nuostatas laboratorijos turi gauti patvirtintos institucijos, veikiančios pagal ISO vadovą 58, akreditaciją, kad užtikrintų analizės kokybę. Laboratorijos turi būti akredituotos pagal EN ISO/IEC 17025 standartą.

8. **Efektyvumo charakteristikos. Šešių indikatorinių PCB sumai didžiausiosios leidžiamosios koncentracijos lygiu taikomi kriterijai**

Tikrumas	– 30 iki + 30 %
Tarpinis glaudumas (RSD, %)	≤ 20 %
Viršutinės ir žemutinės ribinių koncentracijų apskaičiavimo skirtumas	≤ 20 %

9. **Rezultatų ataskaita**

— Jei įmanoma, atliekant analizę į rezultatus įtraukiama atskirų PCB gimininginių junginių koncentracija, o rezultatai pateikiami kaip žemutinė ribinė, viršutinė ribinė ir vidutinė ribinė koncentracija, kad rezultatų ataskaitoje būtų kuo daugiau informacijos ir juos būtų galima aiškinti laikantis specialiųjų reikalavimų.

— Ataskaitoje taip pat nurodomas metodas, taikytas atliekant PCB ir lipidų ekstrahavimą. Nustatomas ir užregistruojamas lipidų kiekis maisto produktų mėginiuose, kuriuose nustatyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija, išreikšta riebalų pagrindu, o numatytoji riebalų koncentracija yra 0–2 % (vadovaujantis galiojančiais teisės aktais); dėl kitų mėginių lipidų kiekio nustatyti nebūtina.

([1]) Primygtinai rekomenduojama, kad tuščiosios reagento vertės indėlis į teršalo lygį mėginyje būtų mažesnis. Laboratorija privalo rūpintis, kad tuščiųjų verčių pokytis būtų kontroliuojamas, ypač kai tuščiosios vertės yra atimamos.

— Turi būti pateiktos atskirų vidinių etalonų išgavos vertės, jei išgavos vertės neatitinka 6 punkte nurodyto intervalo, jei viršijama didžiausioji leidžiamoji koncentracija ir visais kitais atvejais, kai to prašoma.

— Kadangi sprendžiant, ar mėginys atitinka reikalavimus, reikia atsižvelgti į matavimo neapibrėžtį, šį parametrą taip pat reikia pateikti. Todėl analizės rezultatai ataskaitoje pateikiami kaip x +/– U, čia x – analizės rezultatas, U – išplėstoji matavimo neapibrėžtis, taikant aprėpties koeficientą 2, kuriuo užtikrinamas maždaug 95 % pasikliovimo lygis.

— Jeigu į matavimo neapibrėžtį atsižvelgta taikant CCα (kaip aprašyta II priedo IV.1 punkte), šį parametrą reikia pateikti.

— Rezultatai išreiškiami tais pačiais vienetais ir (bent) tuo pačiu reikšminių skaitmenų skaičiumi, kaip Reglamente (EB) Nr. 1881/2006 nustatyta didžiausioji leidžiamoji koncentracija.