

32002L0070

6.8.2002

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

L 209/15

KOMISJONI DIREKTIIV 2002/70/EÜ,**26. juuli 2002,****millega kehtestatakse nõuded dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde taseme määramiseks söödas****(EMPs kohaldatav tekst)**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 20. juuli 1970. aasta direktiivi 70/373/EMÜ ühenduse söötade ametlikuks kontrollimiseks ettenähtud proovivõtu- ja analüüsimeetodite kehtestamise kohta, ⁽¹⁾ viimati muudetud Austria, Soome ja Rootsi ühinemisaktiga, eriti selle artiklit 2,

ning arvestades järgmist:

- (1) Nõukogu 22. aprilli 1999. aasta direktiivis 1999/29/EÜ soovimatute ainete ja toodete kohta loomasöötades, ⁽²⁾ viimati muudetud direktiiviga 2001/102/EÜ, ⁽³⁾ kehtestatakse dioksiinide ja furaanide piirmäärad teatavates söödatoorainetes ja söötades.
- (2) On tarvis kehtestada nõuded, millele analüüsimeetod peaks vastama ning millega tagatakse, et laborite kasutatavad analüüsimeetodid on võrreldavad.
- (3) Proovivõttu ja analüüsimeetodeid käsitlevad sätted on koostatud praeguste teadmiste alusel ning neid võib kohandada vastavalt teaduse ja tehnika arengule.
- (4) Käesoleva direktiivi sätted käsitlevad üksnes dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde analüüsi direktiivi 2001/102/EÜ kohaldamisel, millega muudetakse direktiivi 1999/29/EÜ soovimatute ainete ja toodete kohta loomasöötades.
- (5) Vajalike usaldusväärsate andmete saamiseks dioksiinitaoliste PCBde olemasolu kohta söödatooraines ja söötades tuleks kasutada aktiivset lähenemisviisi. Seetõttu tuleks sätestada nõuded analüüsimeetodite jaoks, mida kasutada dioksiinitaoliste PCBde kindlakstegemiseks söödamaterjalides ja söötades.
- (6) Märkimisväärse dioksiini tasemega proovide selekteerimisel tuleks kasutada järeleproovitud, üldtunnustatud valiidsuse kontrolli ja suure tootlikkusega sõelumismetodeid. Nende proovide dioksiinide tase tuleb kindlaks

määrata kinnitava analüüsimeetodiga. Seetõttu on tarvis kehtestada kinnitavate analüüsimeetodite ja sõelumismetodi nõuded.

- (7) Käesoleva direktiiviga ettenähtud meetmed on kooskõlas alalise toiduahela ja loomatervishoiu komitee arvamusga,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Liikmesriigid tagavad, et proovivõtmine dioksiinide ja furaanide taseme ametlikuks kontrolliks ja dioksiinitaoliste PCBde taseme kindlaksmääramine söötades viiakse läbi vastavalt I lisas kirjeldatud meetodile.

Artikkel 2

Liikmesriigid tagavad, et proovide ettevalmistamine ja analüüsimeetodid, mida kasutatakse dioksiinide ja furaanide sisalduse ametlikuks kontrolliks ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse kindlaksmääramine söötades, on kooskõlas II lisas kirjeldatud kriteeriumidega.

Artikkel 3

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgmiseks vajalikud õigusnormid hiljemalt 28. veebruariks 2003. Liikmesriigid teatavad neist viivitamata komisjonile.

Kui liikmesriigid need õigusnormid vastu võtavad, lisavad nad nendesse või nende ametliku avaldamise korral nende juurde viite käesolevale direktiivile. Sellise viitamise viisi näevad ette liikmesriigid.

Artikkel 4

Käesolev direktiiv jõustub 20. päeval pärast selle avaldamist Euroopa Ühenduste Teatajas.

⁽¹⁾ EÜT L 170, 3.8.1970, lk 2.

⁽²⁾ EÜT L 115, 4.5.1999, lk 32.

⁽³⁾ EÜT L 6, 10.1.2002, lk 45.

Artikkel 5

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 26. juuli 2002

Komisjoni nimel
komisjoni liige
David BYRNE

I LISA

PROOVIVÕTUMEETODID DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) TASEME AMETLIKUKS KONTROLLIKS JA DIOKSIINITAOLISTE PCBde KINDLAKSMÄÄRAMISEKS TEATAVATES SÖÖTADES**1. Eesmärk ja rakendusala**

Söötades esinevate dioksiinide (PCDD/PCDF) taseme ametlikuks kontrolliks ning dioksiinitaoliste PCBde kindlaksmääramiseks ⁽¹⁾ ettenähtud proovid võetakse vastavalt komisjoni 1. märtsi 1976. aasta direktiivi 76/371/EMÜ sätetele, millega kehtestatakse ühenduse proovivõtumeetodid söötade ametlikuks kontrollimiseks ⁽²⁾. Selliselt võetud koondproove käsitatakse tüüpilisena partiile või osapartiile, kust need on võetud. Direktiiviga 1999/29/EÜ sätestatud piirmäärade järgimine tehakse kindlaks laboriproovides määratud sisalduste alusel.

2. Partii või osapartii vastavus spetsifikatsioonile

Kontroll-labor analüüsib laboriproovi eeskirjade täitmise tagamiseks teist korda, kui esimesel analüüsil saadud tulemus on vähem kui 20 % väiksem kui piirmäär või piirmäärast suurem, ning arvutab tulemuste keskmise. Partii võetakse vastu, kui esimese analüüsi tulemus on piirmäärast üle 20 % väiksem või kui kordusanalüüsi tegemise puhul vastab keskmine tulemus direktiivis 1999/29/EÜ sätestatud asjakohasele piirmäärale.

⁽¹⁾ WHO toksilisuse ekvivalentfaktorite tabel inimest ähvardava ohu hinnangu kohta, mis põhineb Maailma Tervishoiuorganisatsiooni Stockholmis, Rootsis 15.–18. juunil 1997 peetud istungi järeldustel (Van den Berg *et al.*, (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775).

Analoog	TEFi väärtus
Dibenso-para-dioksiinid (PCDDd)	
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
Dibensofuraanid (PCDFid)	
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
“Dioksiinitaolised” PCBd: mitte-orto ja mono-orto PCBd	
Mitte-orto PCBd	
PCB 77	0,0001
PCB 81	0,0001
PCB 126	0,1
PCB 169	0,01
Mono-orto PCBd	
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

Kasutatud lühendid: T = tetra; Pe = penta; Hx = heksta; Hp = hepta; O = okta; CDD = klorodibensodioksiin; CDF = klorodibensofuraan; CB = klorobifenüül.

⁽²⁾ EÜT L 102, 15.4.1976, lk 1.

II LISA

PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE JA NÕUDED ANALÜÜSIMEETODITELE, MIDA KASUTATAKSE DIOKSIINIDE (PCDD/PCDF) SISALDUSE AMETLIKUL KONTROLLIMISEL JA DIOKSIINITAOLISTE PCBde KINDLAKSMÄÄRAMISEL TEATAVATES SÖÖTADES**1. Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevaid nõudeid tuleks kohaldada söödatooraine ja söötade analüüsimisel dioksiinide (polüklooritud dibenso-para-dioksiinide (PCDD) ja polüklooritud dibensofuraanide (PCDF)) ning dioksiinitaoliste polüklooritud difenüülide (PCBde) kindlaksmääramiseks.

Järelevalvet dioksiinide esinemise üle söötades võib teha strateegia abil, mis hõlmab sõelumismeetodit, et valida välja need proovid, mille dioksiini- ja dioksiinitaoliste PCBde sisaldus on väiksem kui 30–40 % alla teatavat taset või sellest tasemest suurem. Sellistes märkimisväärses dioksiinide tasemega proovides tuleb dioksiinide kontsentratsioon kindlaks määrata/kinnitada kinnitusmeetodi abil.

Sõelumismeetodid on meetodid, mida kasutatakse dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde sisalduse kindlaksmääramiseks teataval tasemel. Need meetodid on suure tootlikkusega ja neid kasutatakse suure arvu proovide kontrollimiseks positiivsete tulemuste suhtes. Need on spetsiaalselt kavandatud, et vältida valesid negatiivseid tulemusi.

Kinnitusmeetodid on meetodid, mis annavad täielikku või täiendavat teavet dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde olemasolu üheseks identifitseerimiseks ja koguse kindlakstegemiseks teataval tasemel.

2. Taust

Kuna keskkonnast võetud proovid ja bioloogilised proovid (sh söödatooraine/söötade proovid) sisaldavad üldiselt erinevate dioksiini analoogide keerulisi segusid, on riskianalüüsi hõlbustamiseks välja töötatud toksilisuse ekvivalent-faktorite (TEF) mõiste. Need TEFd on kehtestatud väljendama 2,3,7,8-asendatud PCDDde ja PCDFde segude kontsentratsioone ning hiljem ka mõnede mitte-orto ja mono-orto kloor-asendatud PCBsid, millel on dioksiinitaoline toime 2,3,7,8-TCDD toksilisuse ekvivalentides (TEQ) (vt I lisa viidet 1).

Konkreetsed proovi üksikute ainete kontsentratsioonid korrutatakse neile vastava TEFiga ning seejärel liidetakse kokku, et saada TEQdes väljendatud dioksiinitaoliste ühendite üldkontsentratsioon.

Mõiste “ülemtõke” nõuab kvantifitseerimispiiri kasutamist, et väljendada kvantifitseerimata analooge TEQdes.

Mõiste “alamtõke” nõuab nulli kasutamist, et väljendada kvantifitseerimata analooge TEQdes.

Mõiste “vaheväärtus” nõuab poole kvantifitseerimispiiri kasutamist, et väljendada kvantifitseerimata analooge TEQdes.

3. Proovi ettevalmistamisel täidetavad kvaliteeditagamise nõuded

Proovide analüüsiks ettevalmistamisel kohaldatakse üldsätteid, mis on ette nähtud komisjoni 30. juuli 1981. aasta direktiivi 81/680/EMÜ (millega muudetakse direktiive 71/250/EMÜ, 71/393/EMÜ, 72/199/EMÜ, 73/46/EMÜ, 74/203/EMÜ, 75/84/EMÜ, 76/372/EMÜ ja 78/633/EMÜ, millega kehtestatakse ühenduse analüüsimeetodid sööda ametlikuks kontrollimiseks) (1) lisas.

Lisaks peavad olema täidetud järgmised nõuded:

- proove tuleb hoida ja transportida klaasist, alumiiniumist, polüpropüleenist või polüetüleenist mahutites; paberitolmu jäljed tuleb proove sisaldavatelt mahutitelt eemaldada; klaastarvikud tuleks eelnevalt loputada lahustiga, mida on kontrollitud dioksiinide olemasolu osas,
- tehakse ilma proovita pimekatse, sooritades kogu analüüsimenetluse,
- ekstraksiooniks kasutatava proovi mass peab olema piisav tundlikkusega seotud nõuetele vastamiseks.

4. Nõuded laboritele

- Laborid tõestavad meetodi tulemuslikkust teataval tasemel, näiteks 0,5×, 1× ja 2× tasemel koos nõuetekohase variatsioonikordajaga kordusanalüüside puhul. Nõuetekohase tingimuste kohta vt punkti 5.
- Kinnitusmeetodi kvantifitseerimispiir on antud tasemest ligikaudu üks viiendik tagamaks, et nõuetekohastest variatsioonikordajatest on antud tasemel kinni peetud.

(1) EÜT L 246, 29.8.1981, lk 32.

- Sisekontrolli meetmetena viiakse läbi regulaarsed pimekatsed ja kontroll-rikastusproovid või analüüsitakse kontrollproove (kasutades võimaluse korral sertifitseeritud etalonainet).
- Edukas osalemine laboritevahelistes uuringutes, millega kontrollitakse laborite taset, on parim viis tõendada oma pädevust konkreetsetes alüüsid. Siiski ei tõenda edukas osalemine näiteks pinnase- või reoveeproovide laboritevahelistes uuringutes tingimata pädevust ka toidu- või söödaproovide tegemisel, kus saastatuse tase on väiksem. Seetõttu on kohustuslik pidev osalemine laboritevahelistes uuringutes dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde kindlaksmääramisel asjakohastes toidu/sööda põhiainetes.
- Laborid akrediteeritakse vastavalt ISO juhendile 58 tegutsevate tunnustatud asutuste poolt tagamaks, et nad kasutaksid analüütilist kvaliteedi tagamist. Laborid tuleks akrediteerida vastavalt standardile ISO/IEC/17025:1999.

5. Nõuded dioksiinide ja dioksiinitaoliste PCBde analüüsimise korrale

Analüüsikorra heakskiitmise põhinõuded:

- *Kõrge tundlikkus ja madal avastamispiir.* PCDDde ja PCDFide puhul peavad avastatavad kogused olema pikogrammides TEQ (10^{-12} g), kuna mõned nendest ühenditest on väga mürgised. PCBde tase on teadaolevalt kõrgem kui PCDDde ja PCDFide tase. Enamiku PCB analoogide puhul on tundlikkus nanogrammides (10^{-9} g) juba piisav. Siiski tuleb mürgisemate dioksiinitaoliste PCB analoogide (eelkõige mitte-orto asendatud analoogide) sisalduse mõõtmisel saavutada samasugune tundlikkus nagu PCDDde ja PCDFide puhul.
- *Kõrge selektiivsus (spetsiifilisus).* PCDDsid, PCDFe ja dioksiinitaolisi PCBsid tuleb eristada paljudest muudest, kaasaekstraheerunud ning võimalik et ka segavatest ühenditest, mille sisaldus võib analüüsitava aine tase-mega võrreldes olla mitmekordne. Gaasikromatograafia/mass-spektromeetria (GC/MS) meetodite puhul on vaja eristada mitmeid eri analooge, nagu näiteks toksilisi (nt seitseteist 2,3,7,8-asendatud PCDDsid ja PCDFe ja dioksiinitaolisi PCBsid) ning muid analooge. Biotestid peaksid võimaldama määrata valikulisi TEQ väärtusi PCDDde, PCDFide ja dioksiinitaoliste PCBde summana.
- *Kõrge täpsus (tõesus ja täpsusaste).* Kindlaksmääramisel tuleks esitada kehtiv ja usaldusväärne hinnang aine tegeliku sisalduse kohta proovis. Kõrge täpsus (mõõtmistäpsus: mõõtmistulemuse lähedus mõõtmise tegelikule või määratud väärtusele) on vajalik, et vältida proovi analüüsitulemuste kõrvalejäämist hinnangulise TEQ viletsa usaldusväärsuse tõttu. Täpsust väljendatakse tõesusena (erinevus sertifitseeritud aines mõõdetud analüüdi keskvaartuse ja selle sertifitseeritud väärtuse vahel, väljendatud selle väärtuse protsendimäärana) ja täpsusastmena (tavaliselt arvutatakse täpsusaste standardhällbena, mis hõlmab korratavust ja reprodutseeritavust, ning näitab ettenähtud tingimustel mitu korda tehtud katsete tulemuste lähedust).

Sõelumismeetodid võivad hõlmata bioteste ja GC/MS meetodeid; kinnitusmeetodid on kõrglahutusgaasikromatograafia/kõrglahutusmass-spektromeetria meetodid. TEQ koguväärtuse puhul peavad olema täidetud järgmised kriteeriumid:

	Sõelumismeetodid	Kinnitusmeetodid
Valenegatiivne määr	< 1 %	
Tõesus		– 20 % kuni + 20 %
Variatsioonikordaja	< 30 %	< 15 %

6. Erinõuded sõelumiseks või kinnituse saamiseks kasutatavatele GC/MS meetoditele

- Analüüsikorra valideerimiseks tuleb menetluse alguses või näiteks enne ekstraheerimist lisada täiendavat ^{13}C -märgistatud (süsinik-märgistatud) 2,3,7,8-klooriini asendatud PCDD/F sisestandardiga (ja ^{13}C -märgistatud dioksiinitaolise PCB sisestandardiga, kui tuleb määrata dioksiinitaolisi PCBsid). Tuleb lisada vähemalt üks analoog igast tetra kuni okta klooritud PCDD/F homoloogilisest rühmast (ja vähemalt üks analoog igast dioksiinitaoliste PCBde homoloogilisest rühmast, kui tuleb määrata dioksiinitaolisi PCBsid), teine võimalus on vähemalt üks analoog igast mass-spektromeetriliselt selekteeritud iooni registreerimisfunktsioonist, mida kasutatakse PCDD/F ja dioksiinilaadsete PCBde kontrolliks. Kinnitusmeetodite puhul on kindlasti parem, kui kasutatakse kõiki 17 ^{13}C -märgistatud (süsinik-märgistatud) 2,3,7,8-klooriini PCDD/F sisestandardeid või kõiki 12 ^{13}C -märgistatud dioksiinitaoliste PCBde sisestandardeid (kui tuleb määrata dioksiinitaolisi PCBsid).

Samuti tuleks määrata kindlaks suhtelised kalibreerimistegurid nende analoogide jaoks, mille puhul ^{13}C -märgistatud analoogi ei ole kohaseid kalibreerimislahuseid kasutades lisatud.

- Taimset või loomset päritolu söötade puhul, mille rasvasisaldus on alla 10 %, on sisestandardite lisamine enne ekstraheerimist kohustuslik. Loomset päritolu söötade puhul, mille rasvasisaldus on üle 10 %, võib sisestandardid lisada enne või pärast rasva ekstraheerimist. Ekstraheerimise tõhusust tuleks asjakohaselt kinnitada, sõltuvalt sisestandardite lisamise etapist ning sellest, kas tulemustest on teatatud toote või rasva alusel.
- Enne GC/MS analüüsi tuleb lisada üks või kaks surrogaatsaagist.
- Saagist tuleb kontrollida. Kinnitusmeetodite puhul peaks sisestandardite saagised jääma vahemikku 60–120 %. Üksikute analoogide (eelkõige mõnede hepta ja okta klooritud dibensodioksiinide ja dibensofuraanide) madalamad või kõrgemad saagised on vastuvõetavad tingimusel, et nende osa TEQ väärtuses ei ületa 10 % TEQ koguväärtusest (üksnes PCDD/F alusel). Sõelumismeetodite puhul peaks saagis jääma vahemikku 30–140 %.
- Dioksiinide eraldamine segavatest klooritud ühenditest, näiteks PCBdest ja klooritud difenüüleetritest, tuleks teostada nõuetekohaste kromatograafiliste meetoditega (soovitavalt florisili, alumiiniumoksiidi ja/või süsiniku kolonnis).
- Isomeeride gaasikromatograafiline eraldamine peaks olema piisav (piikidevahelise oru kõrgus 1,2,3,4,7,8-HxCDF ja 1,2,3,6,7,8-HxCDF vahel on väiksem kui 25 %).
- Määramine tuleks läbi viia vastavalt EPA meetodi 1613 versioonile B (*tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS*) või muu samaväärne nõuetekohane meetod.
- Suurima ja väikseima väärtuse vahe ei või olla üle 20 % söötades, mille dioksiinisaldus on piirmääraga võrdne või sellest suurem. Söötades, mille saastumise tase on oluliselt allpool piirmäära, võib erinevus olla vahemikus 25–40 %.

7. Sõelumis-analüüsimetodid

7.1. Sissejuhatus

Sõelumismeetodit võib kasutada erinevate analüüsides tegemisel: puhas sõelumismeetod või kvantitatiivne meetod.

S õ e l u m i s m e e t o d

Proovide vastuseid võrreldakse standardproovi vastusega antud tasemel. Standardproovist väiksema vastuse andnud proovid loetakse negatiivseteks ja standardproovist kõrgema vastuse andnud proovid on oletatavasti positiivsed. Nõuded:

- igas katseseerias on hõlmatud pime- ja standardproov/proovid, mida ekstraheeritakse ja analüüsitakse samal ajal ja samadel tingimustel; standardproov peab näitama selgelt kõrgemaid vastuseid kui pimeproov,
- tuleks hõlmata täiendavaid standardproove 0,5- ja 2kordsel antud tasemel, et näidata analüüsi nõuetekohast läbiviimist antud taseme piires selle taseme kontrollimiseks,
- muid põhiaiaineid analüüsides tuleb näidata standardproovi/proovide sobivust, kaasates soovitatavalt proove, mille TEQ tasemeks on määratud kõrghutusgaasikromatograafia/körghutusmass-spektromeetria abil standardproovi väärtusele lähedane arv või samale tasemele seatud pimekatse,
- kuna biotestides ei saa sisestandardit kasutada, on korratavuse katsed väga olulised, et saada teavet standardhälbe kohta ühes katseseerias; variatsioonikordaja peaks jääma alla 30 %,
- biotestide puhul tuleks määratleda sihtühendid, võimalikud häired ja suurim lubatud pimekatsete tase.

K v a n t i t a t i i v n e m e e t o d

Kvantitatiivne meetod nõuab standardlahjenduseeriat, kahe- või kolmekordset puhastamist ning mõõtmis-, pimekatse- ja saagisekontrolli. Tulemust võib väljendada TEQna, eeldades, et signaali tekitanud ühendid vastavad TEQ põhimõttele. Seda on võimalik demonstreerida TCDD (või dioksiin/furaanstandardlahuse) abil, moodustades kalibreerimiskõvera, et arvutada TEQ tase ekstraktis ja selle kaudu ka proovis. Tulemust korrigeeritakse pimekatse jaoks arvutatud TEQ taseme (võttes arvesse kasutatud lahustite ja kemikaalide ebapuhtust) ja saagise (arvutatakse antud taseme kvaliteedikontrolli proovi TEQ tasemest) põhjal. On oluline märkida, et osa ilmsest saagise kaost võivad põhjustada põhiaiaine mõjud ja/või erinevused biotestide TEF-väärtuste ja WHO kehtestatud ametlike TEF-väärtuste vahel.

7.2. Nõuded sõelumiseks kasutatavatele analüüsimetoditele

- Sõeluuringuks võib kasutada GC/MS analüüsimetodeid ja bioteste. GC/MS meetodite puhul kasutatakse punktis 6 sätestatud nõudeid. Erinõuded raku biotestidele (*cell-based bioassays*) on sätestatud punktis 7.3 ja erinõuded komplekteeritud vormis biotestidele (*kit-based bioassays*) punktis 7.4.

- Vajalik on informatsioon valepositiivsete ja valenegatiivsete tulemuste arvu kohta suure katsete hulga puhul, mis jäävad alla- või ülespoole piirnормi või häiretaset, võrreldes kinnitava analüüsimeetodiga määratud TEQ sisaldusega. Tegelik valenegatiivsete tulemuste hulk peaks jääma alla 1 %. Valepositiivsete proovide hulk peaks olema nii väike, et sõeluuringutest on kasu.
- Positiivseid tulemusi tuleb alati kinnitada analüüsi kinnitusmeetodiga (HRGC/HRMS). Lisaks tuleks HRGC/HRMS meetoditega kinnitada laia TEQ ulatusega proove (umbes 2–10 % negatiivsetest proovidest). Teave biotestide ja HRGC/HRMS tulemuste kohta tuleks teha kättesaadavaks.

7.3. Erinõuded raku biotestidele (*cell-based bioassays*)

- Biotesti läbiviimisel on iga testi puhul nõutav TCDD või dioksiin/furaansegu standardkontsentratsioonide seeria (täielik doosi ja toime kõver, kus $R^2 > 0,95$). Sõelumisel võib madala tasemega proovide puhul siiski kasutada venitatud madala tasemega kõverat.
- Biotesti tulemuste väljendamiseks kindlatel ajavahemikel tuleks kasutada kvaliteedikontrolli lehele märgitud TCDD standardkontsentratsiooni (umbes kolmekordne kvantifitseerimispiir). Teine võimalus oleks standardproovi suhteline vastus võrreldes TCDD kalibreerimiskõveraga, kuna rakkude vastused võivad sõltuda paljudest teguritest.
- Iga standardmaterjali tüübi kohta tuleks pidada kvaliteedikontrolli kaarti ning seda tuleb kontrollida, et teha kindlaks tulemuste vastavus sätestatud suunistele.
- Eelkõige kvantitatiivsete arvutuste puhul peab kasutatud proovilahjenduse induksioon olema toimekõveraga lineaarne. Toimekõveraga lineaarset suhet ületavad proovid tuleb lahjendada ja uuesti testida. Seetõttu ongi soovitatav testida samal ajal vähemalt kolme või enamalt lahjendust.
- Standardhälve ei tohiks olla üle 15 % iga proovilahjenduse kolmekordsel määramisel ning üle 30 % kolme eri katse vahel.
- Avastamispiiriks võib kehtestada lahusti fooninäidu või nullefekti vastuse kolmekordse standardhälbe. Teine võimalus on kohaldada nullefektist suuremat vastust (lahusti fooninäidu viiekordne induksioonifaktor), mis arvutatakse kõnealuse päeva kalibreerimiskõverast. Kvantifitseerimispiiriks võib kehtestada lahusti fooninäidu või nullefekti vastuse 5–6kordse standardhälbe või kohaldada nullefektist selgesti suuremat vastust (lahusti fooninäidu kümnekordne induksioonifaktor), mis arvutatakse kõnealuse päeva kalibreerimiskõverast.

7.4. Erinõuded komplekteeritud vormis biotestidele (*kit-based bioassays*)⁽¹⁾

- Tuleb järgida valmistaja juhendeid proovide ettevalmistamise ja analüüsamise kohta.
- Ei tohiks kasutada kõlblikkusaja ületanud testikomplekte.
- Ei tohiks kasutada materjale või komponente, mis on kavandatud kasutamiseks teistes kompleksides.
- Testikomplekte tuleks säilitada ettenähtud säilitustemperatuuril ja kasutada ettenähtud töötemperatuuril.
- Immunoloogilise analüüsi avastamispiir on keskväärtuse ja kümnel pimekatse kordusanalüüsil põhineva standardhälbe kolmekordse summa, mis jagatakse lineaarse regressiooni võrrandi tõusunurgaga.
- Laborikatsetel tuleks kasutada tugietalone tagamaks, et vastavus standardile on vastuvõetavates piirides.

8. Tulemustest teatamine

Kui kasutatav analüüsimenetlus seda võimaldab, peaksid analüüsi tulemused sisaldama eri PCDD/Fide ja PCBde analooge ning tulemused tuleks esitada alamtõkkena, ülemtõkkena ja vaheväärtusena, et tulemuste aruandest saaks võimalikult palju teavet, mida oleks võimalik tõlgendada vastavalt konkreetsetele nõuetele.

Aruandes peaks olema näidatud ka proovi lipiidisisaldus ning lipiidide ekstraheerimisel kasutatud meetod.

Eri sisestandardite saagis tuleb teatada juhul, kui saagis jääb väljapoole punktis 6 nimetatud piire, kui on ületatud ülempiiri või kui sellest teatamist nõutakse.

⁽¹⁾ Veel ei ole esitatud tõendeid müügil olevate komplekteeritud vormis biotestide kohta, mis oleksid piisavalt tundlikud ja usaldusväärsed, et kasutada neid nõutaval tasemel sõeluuringutel dioksiinide olemasolu määramiseks toiduainete ja loomasööda proovides.