32002L0070

6.8.2002 IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ L 209/15

ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI 2002/70/KE

tas-26 ta' Lulju 2002

Li tistabbilixxi r-rekwiżiti li jiddeterminaw il-livelli ta' "dioxins" u "PCBs" tat-tip "dioxins" fl-għalf

(Test b'relevanza ŻEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 70/373/KEE tal-20 ta' Lulju 1970 rigward l-introduzzjoni ta' metodi ta' kif jittieħdu l-kampjuni u ta' analizzar fil-Komunità għall-kontroll uffiċjali tal-għalf ([1]), bħalma ġie amendat l-aħħar mill-Att ta' Adeżjoni tal-Awstrija, tal-Fillandja u tal-Isvezja u b'mod partikulari l-Artikolu 2 tal-istess Direttiva,

Billi:

(1) Id-Direttiva tal-Kunsill 1999/29/KE tat-22 ta' April 1999 fuq sustanzi mhux mixtieqa u prodotti fin-nutrizzjoni tal-annimali ([2]), bħalma ġiet emendata l-aħħar mid-Direttiva 2001/102/KE ([3]), tistabbilixxi limiti massimi għal "*dioxins*" u "*furans*" f'ċerti materjali li minnhom isir l-għalf u fl-għalf.

(2) Huwa neċessarju li jiġu stabbiliti rekwiżiti li bihom il-metodu ta' analizzar għandu japplika sabiex jiżgura li l-laboratorji jużaw metodi ta' analiżi b'livelli kumparabbli ta' kif jitwettqu dawn il-metodi.

(3) Id-dispożizzjonijiet sabiex jittieħdu l-kampjuni u metodi ta' analiżi ġew determinati fuq bażi ta' tagħrif preżenti u li jistgħu jiġu adattati sabiex jikkunsidraw l-avvanzi fit-tagħrif xjentifiku u teknoloġiku.

(4) Id-dispożizzjonijiet stabbiliti f'din id-Direttiva jirrelataw biss għall-analiżi ta' "*dioxins*" u "PCBs" tat-tip "*dioxin*" għall-implimentazzjoni tad-Direttiva 2001/102/KE li temenda d-Direttiva 1999/29/KE fuq sustanzi mhux mixtieqa u prodotti fin-nutrizzjoni tal-annimali.

(5) Għandu jintagħżel approċċ attiv li bih tinkiseb l-informazzjoni li wieħed jista' jistrieħ fuqha rigward il-preżenza ta' "PCBs" tat-tip "*dioxin*" fl-għalf. Rekwiżiti għandhom jiġu stabbiliti f'dak li għandu x'jaqsam ma' analiżi li se tintuża sabiex tiddetermina "PCBS" tat-tip "*dioxin*" f'materjali li minhom isir l-għalf u fl-għalf.

(6) Metodu ta' analiżi "*screening*" b'validità ppruvata u aċċettabli jista' jintuża sabiex jingħażlu l-kampjuni b'livelli sinifikanti ta' "*dioxins*" u dawn il-kampjuni għandhom jiġu determinati b'metodu ta' analiżi konfermatorju. Għalhekk huwa xieraq li jiġu stabbiliti r-rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi konfermatorji u għall-metodu "*screening*".

(7) IL-miżuri pprovduti għal din id-Direttiva jaqblu ma' l-opinjoni tal-Kumitat tal-"*Food Chain*" u s-Saħħa tal-Annimali.

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jiżguraw li t-teħid ta' kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' *dioxins* u *furans* u d-determinazzjoni tal-livelli ta' PCBs tat-tip *dioxin* fl-għalf għandhom isiru skond il-metodi deskritti f'L-Anness I.

Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom jiżguraw li l-preparazzjoni tal-kampjuni u l-metodi ta' analiżi użati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' *dioxins* u *furans* u d-determinazzjoni tal-livelli ta' PCBs tat-tip *dioxin* fl-għalf jaqblu mal-kriterji deskritti f'L-Anness II.

Artikolu 3

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ liġijiet, regolamenti u dispożizzjonijiet amministrattivi neċessarji biex jaqblu ma' din id-Direttiva sat-28 ta' Frar 2003 l-iktar tard. Għandhom jinfurmaw lill-Kummissjoni minnufih b' dan.

Meta Stati Membri jadottaw dawk id-dispożizzjonijiet, huma jkollhom referenza għal din id-Direttiva jew ikunu akkumpanjati b'referenza bħal din dak in-nhar tal-pubblikazzjoni uffiċjali tagħhom. Stati Membri għandhom jiddeterminaw kif referenza bħal din tista' ssir.

Artikolu 4

Din id-Direttiva għandha tidħol fis-seħħ fl-20 ġurnata minn wara l-pubblikazzjoni tagħha fil-*Ġurnal Uffiċjali tal-Komunitajiet Ewropej*.

([1]) ĠU L 170, tat-3.8.1970, p. 2.
([2]) ĠU L 115, ta' l-4.5.1999, p. 32.
([3]) ĠU L 6, ta' l-10.1.2002, p. 45.

Artikolu 5

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fis-26 ta' Lulju 2002.

Għall-Kummissjoni

David BYRNE

Membru tal-Kummissjoni

L-ANNESS 1

METODI TA' KIF JITTIEĦDU L-KAMPJUNI GĦALL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TA' *DIOXINS* (PCDD/PCDF) U D-DETERMINAZZJONI TA' PCBs TAT-TIP *DIOXIN* F'ĊERTU TIP TA' GĦALF.

1. **Raġuni u skop**

Il-kampjuni intenzjonati għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' kontenut ta' *dioxin* (PCDD/PCDF), kif ukoll għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' PCBs tat-tip *dioxin* fl-għalf, għandhom jittieħdu skond id-dispożizzjonijiet tad-Direttiva tal-Kummissjoni 76/371/KEE tal-1 ta' Marzu 1976 li tistabbilixxi metodi tal-Komunità ta' kif jittieħdu l-kampjuni għall-kontroll uffiċjali tal-għalf [2]. Aggregazzjoni ta' kampjuni li tkun inkisbet tiġi kkunsidrata bħala rappreżentattiva tal-materjal li minnu tkun ittieħdet. Qbil ma' livelli massimi stabbiliti fid-Direttiva 1999/29/KE għandu jiġi stabbilit fuq bażi tal-livelli ddeterminati fil-kampjuni tal-laboratorju.

2. **Qbil tal-lott u sublott ma' l-ispeċifikazzjoni**

Il-laboratorju tal-kontroll għandu janalizza l-kampjun tal-laboratorju għall-infurzar f'analiżi doppja f'każ li r-riżultat li jkun inkiseb għall-ewwel analiżi jkun inqas minn 20 % taħt jew fuq il-livell massimu, u jikkalkula r-riżultati. Il-*lot* huwa aċċettat jekk ir-riżultat tal-ewwel analiżi huwa aktar minn 20 % taħt il-livell massimu jew fejn analiżi doppja hija neċessarja jekk il-medja tikkonforma mal-livell massimu rispettiv bħalma ġie stabbilit fid-Direttiva 1999/29/KE.

([1]) Tabella WHO TEFs għal assessjar ta' riskji umani bbażat fuq il-konklużjonijiet tal-*World Health Organization*.fil-laqgħa ta' Stokkolma, l-Isvezja, bejn il-15 u t-18 ta' Ġunju 1997 (Van den Berg et al. (1998) Fatturi Tossiċi Ekwivalenti (TEFs) għal PCBs, PCDDs, PCDFs, għall-Bnedmin u għall-Ħajja Selvaġġa. Perspettivi tas-Saħħa Ambjentali, 106(12), 775).

Congener	TEF value	Congener	TEF value
Dibenzo-p-dioxins (PCDDs)		PCBs tat-tip *Dioxins*: *Non-ortho* **PCBs** +*Mono-ortho* **PCBs**	
2,3,7,8-TCDD	1	**Non-ortho PCBs**	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HxCDD	0,01	**Mono-ortho PCBs**	
OCDD	0,0001	PCB 105	0,0001
Dibenzofurans (PCDFs)		PCB 114	0,0005
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 123	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 156	0,0005
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
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		

Abbrevjazzjonijiet użati: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; 0 = octa; CDD = chlorodibenzo-p-dioxin; CDF = chlorodibenzofuran; CB = chlorobiphenyl.

([2]) ĠU L 102, tad-15.4.1976, p. 1.

L-ANNESS II

PREPARAZZJONI TAL-KAMPJUNI U REKWIŻITI GĦALL-METODI TA' ANALIŻI UŻATI FIL-KONTROLL UFFIĊJALI TAL-LIVELLI TA' *DIOXINS* (PCDD/PCDF) U D-DETERMINAZZJONI TA' PCBs LI JIXBHU D-*DIOXIN* F'ĊERTU GĦALF.

1. **Għan u kamp ta' applikazzjoni**

Dawn ir-rekwiżiti għandhom jiġu applikati fejn materjali li minnhom isir l-għalf u għalf huma analizzati għad-determinazzjoni tad-*dioxin (polychlorinated dibenzo-p-dioxins* (PCDD) u *polychlorinated dibenzofurans* (PCDF)) u *polychlorinated biphenyls* (PCBs) tat-tip *dioxin*.

Il-monitoraġġ għall-preżenza ta' *dioxins* fl-għalf jista jsir permezz ta' strateġija li tinvolvi l-metodu *screening* sabiex jingħażlu kampjuni b'livelli ta' *dioxin* u PCBs tat-tip *dioxin* li huma inqas minn 30 % sa 40 % taħt jew li jaqbżu l-livell determinat.Il-konċentrazzjoni ta' *dioxins* f'dawk il-kampjuni b'livelli sinifikanti għandha bżonn tkun iddeterminata/ikkonfermata b'metodu konfermatorju.

Metodi ta' *screening* huma metodi użati sabiex isibu l-preżenza ta' *dioxins* u PCBs tat-tip *dioxin* fil-livell ta' interess. Dawn il-metodi jesgħu kampjun għoli għal waqt il-metodu kollu u huma użati biex jagħrblu numru kbir ta' kampjuni għal *potential positives*. Huma magħmulin speċifiament biex jevitaw *false negatives*.

Metodi konfermatorji huma metodi li jipprovdu informazzjoni kompluta jew komplimentarja li tħalli lid-*dioxins* u lill-PCBs tat-tip *dioxin* jiġu identifikati u kkwantifikati mingħajr żball fil-livell ta' interess.

2. **Background**

Minħabba li kampjuni ambjentali u bioloġiċi (li jinkludu kampjuni ta' materjali li minnhom isir l-għalf u għalf) in ġenerali fihom taħlitiet kumplessi ta' *dioxin congeners* differenti, il-kunċett ta' ekwivalenza ta' fatturi tossiċi (TEFs) ġie żviluppat sabiex jiġu ffaċilitati r-riskji ta' assessjar. Dawn it-TEFs ġew stabbiliti sabiex jesprimu konċentrazzjonijiet ta' taħlitiet ta' 2,3,7,8 PCDs u PCDFs sostitwiti, u iktar riċentament, xi PCBs *chlorine non-ortho* u *mono-ortho* sostitwiti li fihom attività tat-tip *dioxin* f'ekwivalenti tossiċi (TEQs) tat-TCDD 2,3,7,8 (ara l-Anness 1, subintestatura1).

Il-konċentrazzjoni ta' sustanzi individwali f'kampjun huma mmultiplikati mit-TEF rispettiv tagħhom u miġbura biex jagħtu konċentrazzjoni totali ta' komponenti tat-tip dioxin espressi f'TEQs.

Il-kunċett ta' *upperbound* jirrikjedi l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull *congener* mhux ikkwantifikat għat-TEQ.

Il-kunċett ta' *lowerbound* jirrikjedi l-użu ta' zero għall-kontribuzzjoni ta' kull *congener* mhux ikkwantifikat għat-TEQ.

Il-kunċett ta' *mediumbound* jirrikjedi l-użu ta' nofs il-limitu tal-kwantifikazzjoni meta tikkalkula l-kontribuzzjoni għat-TEQ ta' kull *congener* mhux ikkwantifikat.

3. **Rekwiżiti ta' kwalità li jridu jiġu osservati għall-preparazzjoni tal-kampjuni.**

Id-dispożizzjonijiet ġenerali fuq il-preparazzjoni tal-kampjuni għall-analiżi hekk kif stabbilit fl-Anness għad-Direttiva tal-Kummissjoni 81/680/KEE tat-30 ta' Lulju 1981 li temenda d-Direttivi 71/250/KEE, 71/393/KEE, 72/199/KEE, 73/46/KEE, 74/203/KEE, 75/84/KEE, 76/372/KEE u 78/633/KEE li jistabbilixxu metodi ta' analiżi tal-Komunità għall-kontroll uffiċjali ta' għalf ([1]) huma applikabbli.

Barra minn hekk għandhom jiġu applikati r-rekwiżiti li ġejjin:

— il-kampjuni għandhom jiġu merfugħa u ttrasportati f'kontenituri tal-ħġieġ, alminju, *polypropylene* jew *polyethylene*.

— Fdalijiet ta' trab tal-karti jridu jitneħħew mill-kontenitur tal-kampjuni. Kontenituri tal-ħġieġ għandhom jinħaslu b'likwidi li qabel ikunu ġew ikkontrollati għall-preżenza ta' *dioxins,*

— għandha ssir analiżi *blank* billi ssir il-proċedura analitika kollha u tħalli barra l-kampjun biss, it-toqol tal-kampjun użat għall-estrazzjoni għandu jkun biżżejjed sabiex jissodisfa r-.rekwiżiti f'dak li għandu x'jaqsam ma' sensitività.

4. **Rekwiżiti għal-laboratorji**

— Il-laboratorji għandhom juru l-andament tal-metodu fil-grad tal-livell ta' interess, per eżempju, 0,5x, 1x u 2x il-livell ta' interess b'koeffiċjent aċċettabbli ta' varjazzjoni għall-analiżi repetuta. Għad-dettalji ta' kriterji ta' aċċettazzjoni, ara punt 5.

— Il-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-metodu konfermatorju għandu jkun fil-grad ta' xi 1/5 tal-livell ta' interess, sabiex jiġi żgurat li koeffiċjenti aċċettabbli tal-varjazzjonijiet jiġu milquta fil-grad tal-livell ta' interess.

([1]) ĠU L 246, tad-29.8.1981, p. 32.

— Kontrolli *blank* regolari u esperimenti *spiking* jew analiżi ta' kontroll tal-kampjuni (preferebbilment, jekk ikun hemm, materjal iċċertifikat ta' referenza) għandhom jiġu mwettqa bħala miżuri interni ta' kontroll ta' kwalità.

— Parteċipazzjoni b' suċċess fi studji interlaboratorji li jassessjaw il-progress ta' suċċess tal-laboratorji hija l-aħjar mod ta' kif tista' tipprova l-kompetenza f'analiżi speċifika. Madankollu parteċipazzjoni ta' suċċess fi studji interlaboratorji għal, per eżempju, kampjuni ta' ħamrija jew drenaġġ mhux bilfors tipprova l-kompetenza wkoll fil-qasam tal-kampjuni tal-għalf, li jippreżentaw livelli ta' kontaminazzjoni iktar baxxi. Għaldaqstant, il-parteċipazzjoni kontinwa fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni tad-*dioxins* u PCBs tat-tip *dioxin* fil-matriċijiet tal-ikel relevanti hija mandatarja.

— Il-laboratorji għandhom jiġu akkreditati minn entità rrikonoxxuta skond il-Gwida 58 ISO sabiex jiġi żgurat li qed japplikaw assigurazzjoni analitika ta' kwalità. Il-laboratorji għandhom jingħataw kreditu billi jiġi segwit l-*istandard* ISO/IEC/17025:1999.

5. **Rekwiżiti għall-proċeduri analitiċi għad-*dioxins* u PCBs li jixbhu d- *dioxins*.**

Rekwiżiti bażiċi sabiex tiġi aċċettata l-proċedura analitika:

— Sensittività għolja u limiti baxxi ta' *detection*. Għall-PCDDs u PCDFs, kwantitajiet li jistgħu jkunu *detected* għandhom ikunu fl-inkwadratura tal-*picogram* TEQ (10^{-12} g) minħabba t-tossiċità estrema ta' ftit minn dawn il-komponenti. Il-PCBs huma magħrufa li jsiru f'livelli ogħla mill-PCDDs u l-PCDFs. Għal ħafna mill-*congenes* PCB is-sensittività fil-grad nanogramm (10^{-9} g) hija diġà biżżejjed. Madankollu, għall-qies tal-iktar *congeners* tossiċi PCB tat-tip *dioxin* (b'mod partikolari *congeners* sostitwiti *non-ortho*), l-istess sensittività trid tintlaħaq bħalma tintlaħaq għall-PCDDs u l-PCDFs.

— Għażla għolja (speċifiċità). Hija meħtieġa distinzjoni għall-PCDDs, PCDFs, u PCBs tat-tip *dioxin* minn ħafna komponenti preżenti li huma *coextracted* u li possibilment qed ifixklu komponenti preżenti f' konċentrazzjonijiet għolja sa seba' ordnijiet ta' magnitudni minn dawk tal-*analytes* ta' interess. Għall-metodi *chromatography/mass spectrometry* tal-gass (GC/MS) huwa neċessarju li ssir differenzjazzjoni fost *congeners* varji, bħal per eżempju bejn tossiċi (eż. Is-sbatax PCDs 2,3,7,8-sostitwiti u PCDFs u PCBs tat-tip *dioxin*) u *congeners* oħra. *Bioassays* għandhom ikunu kapaċi jiddeterminaw valuri TEQ b'mod selettiv bħala s-somma ta' PCDDs, PCDFs, u PCBs tat-tip *dioxin*.

— Akkuratezza għolja (verità u preċiżjoni). Id-determinazzjoni għandha tipprovdi estimazzjoni valida u ta' min jistrieħ fuqha ta' konċentrazzjoni awtentika f'kampjun. Akkuratezza għolja (preċiżjoni ta' qisien: il-qrubija tal-ftehim bejn ir-riżultat ta' qies mal-valur awtentiku tal-qies) hija neċessarja biex jiġi evitat rifjut tar-riżultat ta' analiżi ta' kampjun fuq bażi ta' dipendenza fqira tal-estimazzjoni tat-TEQ. L- akkuratezza hija espressa bħala verità (differenza bejn il-valur meqjus għall-*analyte* f'materjal ċertifikat u l-valur ċertifikat tiegħu, espress bħala perċentwali ta' dan il-valur) u akkuratezza (l-akkuratezza hija ġeneralment ikkalkulata bħala devjazzjoni standard li tinkludi ripetizzjoni u riproduċibilità, u turi l-qrubija ta' ftehim bejn ir-riżultati li nkisbu billi tapplika l-proċedura esperimentali diversi drabi taħt kundizzjonijiet preskritti).

Metodi *screening* jistgħu jagħmlu kompromess ma' *bioassays* u metodi GC/MS; metodi konfermatorji huma metodi ta' *gas-chromatography* b'riżoluzzjoni għolja/*mass-spectrometry* b'riżoluzzjoni għolja (HRGC/HRMS). Il-kriterji li ġejjin għandhom jaqblu fuq total ta' valur TEQ:

	Metodi screening	Metodi konfermatorji
Rata negattiva falza	< 1 %	
Verità		-20 % sa + 20 %
CV	< 30 %	< 15 %

6. **Rekwiżiti speċifiċi għal metodi GC/MS li għandhom jaqblu għal raġunijiet konfermatorji u ta'** ***screening*.**

— Żieda ta' ^{13}C- *labelled* 2,3,7,8-sostituti interni PCDD/F *standards* (u ta' ^{13}C-*labelled* interni PCB *standards* li jixbhu d-*dioxin*, jekk il-PCBs li jixbhu d-*dioxin* għandhom jiġu ddeterminati) trid issehħ fil-bidunett tal-metodu analitiku, per eżempju, qabel l-estrazzjoni sabiex il-proċedura analitika tkun valida. Mill-inqas *congener* wieħed għal kull grupp *tetra* sa *octa-chlorinated homologous* għal PCDD/F (u mill-inqas *congener* wieħed għal kull grupp *homologous* għal PCBs li jixbah id-*dioxin*, jekk PCBs li jixbah id-*dioxin* għandhom jiġu ddeterminati) għandu jiġi miżjud (alternattivament, mill-inqas *congener* wieħed għal kull *mass spectrometric selected ion recording function* użata għall-kontroll ta' PCDD/F u PCBs li jixbah id-*dioxin*). Hemm preferenza ċara, żgur fil-każ ta' metodi konfermatorji, fl-użu ta' 17 ^{13}C-*labelled* 2,3,7,8- *standards* interni PCDD/F sostitwiti kollha u 12 ^{13}C-*labelled standard* PCB interni li jixbhu d-*dioxin* kollha (jekk PCBs li jixbah id-*dioxin* għandhom jiġu determinati).

Fatturi relattivi ta' rispons għandhom jiġu ddeterminati wkoll għal dawk il-*congeners* li għalihom l-ebda analogu ^{13}C-*labelled* mhu miżjud billi jintużaw soluzzjonijiet ta' kalibrazzjoni xierqa.

— Għall-għalf li joriġina mill-pjanti u għalf li joriġina mill-annimali li fih inqas minn 10 % xaħam, iż-żieda ta' *standards* interni hija mandatorja qabel l-estrazzjoni. Għall-għalf li joriġina mill-annimali u li fih iktar minn 10 % xaħam, l-i*standards* interni jistgħu jiġu miżjuda jew qabel l-estrazzjoni jew wara l-estrazzjoni tax-xaħam. Validazzjoni xierqa tal-effiċjenza tal-estrazzjoni għandha tiġi mwettqa, skond l-istadju li fih *standards* interni jiġu introdotti u fuq jekk ir-riżultati humiex rrappurtati fuq bażi ta' prodott jew ta' xaħam.

— Qabel l-analiżi GC/MS, waħda jew żewġ *standards* ta' rekuperu għandhom jiġu miżjuda.

— Kontroll ta' *recovery* huwa neċessarju. Għal metodi konfermatorji, ir-*recoveries* tal-i*standards* interni individwali għandhom ikunu fil-grad ta' 60 % sa 120 %. *Recoveries* ogħla jew iktar baxxi għal *congeners* individwali, b'mod partikolari għal xi *hepta-* u *octa- chlorinated dibenzodioxins* u *dibenzofurans,* huma aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur total TEQ (ibbażat fuq PCDD/F biss). Għal metodi *screening,* ir-*recoveries* għandhom ikunu fi grad ta' 30 % sa 140 %.

— Separazzjoni ta' *dioxins* minn komponenti *chlorinated* li jfixklu bħal PCBs u *chlorinated diphenyl ethers* għandha ssir b'tekniki *chromatographic* adattati (preferebbilment bi *florisil, alumina* u/jew *carbon column).*

— Separazzjoni *gaschromatographic* ta' *isomers* għandha tkun biżżejjed (< 25 % quċċata ma' quċċata bejn 1,2,3,4,7,8-HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— Għandha titwettaq id-determinazzjoni skond il-metodu EPA 1613 reviżjoni B: *tetra* permezz ta' *dioxins octa-chlorinated* u *furans* b'*isotope dilution* HRGC/HRMS jew kriterju ieħor ekwivalenti.

— Id-differenza bejn il-livell ta' fuq u l-livell ta' isfel m'għandhiex taqbeż l-20 % għal għalf b'kontaminazzjoni ta' *dioxin* fil-grad jew 'l fuq mil-livell massimu. Għal għalf b'livelli ta' kontaminazzjoni li qegħdin taħt sew il-livell massimu, id-differenza tista' tkun fil-grad ta' 25 % sa 40 %.

7. **Metodi ta' analisżi** *screening*

7.1. *Introduzzjoni*

Modi differenti ta' kif tanalizza analitikament jistgħu jisiru billi jintuża metodu *screening*: mod pur ta' kif tagħmel *screening* u mod kwantitattiv.

Mod ta' screening

Ir-rispons tal-kampjuni huwa kkomparat ma' dak ta' kampjun referenza fil-livell ta' interess. Kampjuni b'rispons inqas mir-referenza huma ddikjarati negattivi, dawk li għandhom rispons ogħla huma meqjusa bħala pożittivi. Rekwiżiti:

— kampjun(i) *blank* u oħrajn ta' referenza għandhom jiġu inklużi f'kull serje ta' test, li jiġi estratt u ttestjat fl-istess ħin taħt kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri rispons elevat u ċar meta tqabblu ma' wieħed *blank*.

— Kampjuni ta' referenza addizzjonali f'livell ta' interess ta' 0,5x u 2x għandhom jiġu inklużi sabiex juru li t-test ikun mar tajjeb fil-grad ta' interess għall-kontroll tal-livell ta' interess,

— meta wieħed jittestja *matrices* oħra, għandu jiġi muri kemm il-kampjun(i) ta' referenza huwa adattat, preferebbilment billi jiġu inklużi kampjuni murija mill-HRGC/HRMS li fihom livell ta' TEQ bħal dak tal-kampjun ta' referenza jew inkella kampjun *blank* f'dan il-livell.

— ladarba l-ebda *standards* interni ma jistgħu jintużaw f'*bioassays,* testijiet fuq ir-ripetizzjoni huma importanti ħafna sabiex tinkiseb informazzjoni fuq id-devjazzjoni *standard* fi ħdan serje waħda ta' testijiet. Il-koeffiċjent ta' varjazzjoni għandu jkun taħt it-30 %,

— għal *bioassays*, il-komponenti li huma l-mira, l-interferenzi possibbli, u l-livelli massimi, tollerabbli *blank* għandhom jiġu ddefiniti.

Approċċ kwantitattiv

L-approċċ kwantitattiv jirrikjedi serje *standard* ta' *dilution*, tindif doppju jew tripplu u kejl kif ukoll kontrolli *blank* u *recovery*. Ir-riżultat jista' jiġi espress bħala TEQ, u b' hekk jassumi li l-komponenti respnsabbli għas-sinjal jikkorrispondu għall-prinċipju TEQ. Dan jista' jsir billi jintuża t-TCDD (jew taħlita *standard* ta' *dioxin/furan*) biex tipproduċi *calibration curve* sabiex tikkalkula l-livell TEQ fl-estrazzjoni u b'hekk fil-kampjun ukoll. Dan huwa kkoreġut għal-livell TEQ ikkalkulat għal kampjun *blank* (biex tikkunsidra l-impuritajiet minn likwidi u kimiċi użati), u *recovery* (ikkalkulata mil-livell TEQ f'kampjun ta' kontroll ta' kwalità fil-limitu tal-interess). Huwa essenzjali li wieħed jinnota li parti mit-telf apparenti tar-*recovery* ikun minħabba l-effetti *matrix* u/jew differenzi bejn il-valuri TEQ fil-*bioassays* u t-TEF uffiċjali ssettjati mill-WHO.

7.2. *Rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati għall-iscreening.*

— Metodi ta' analiżi GC/MS u *bioassays* jistgħu jintużaw għall-i*screening*. Għall-metodi GC/MS ir-rekwiżiti stabbiliti f'punt 6 għandhom jintużaw. Għall-*bioassays* ibbażati fuq ċelluli rekwiżiti speċifiċi huma stabbiliti f'punt 7.3 u għall-*bioassays* ibbażati fuq *kit* f'punt 7.4

— Informazzjoni fuq in-numru ta' riżultati foloz-pożittivi u foloz-negattivi ta' sett kbir ta' kampjuni taħt u fuq il-livell massimu jew livell ta' azzjoni hija neċessarja, meta mqabbla mal-kontenut TEQ b'metodu ta' analiżi konfermatorja. Rati attwali foloz u negattivi għandhom ikunu taħt 1 %. Ir-rata ta' kampjuni foloz pożittivi għandha tkun baxxa biżżejjed biex tagħmel użu vantaġġjuż minn għodda ta' *screening*.

— Riżultati pożittivi għandhom jiġi kkonfermati dejjem b'metodu ta' analiżi konfermatorja (HRGC/HRMS). Barra minn hekk, kampjuni minn grad wiesa' TEQ għandhom jiġu konfermati minn HRGC/HRMS (bejn wieħed u ieħor 2 % sa 10 % tal-kampjuni negattivi). Informazzjoni fuq korrispondenza bejn *bioassay* u riżultati HRGC/HRMS għandhom ikunu disponibbli.

7.3. *Rekwiżiti speċifiċi għal bioassays ibbażati fuq ċelluli.*

— Meta tkun qed issir *bioassay*, kull test ta' prova jirrikjedi serje ta' konċentrazzjoni referenza TCDD jew taħlita ta' *dioxin/furan* (*curve* ta' doża b'rispons sħiħ b'R2>0,95). Madankollu, għal raġunijiet ta' *screening*, *curve* estisa ta' livell baxx għall-analiżi ta' kampjuni b'livell baxx tista' tintuża.

— Konċentrazzjoni referenza TCDD (xi tliet darbiet il-limitu ta' kwantifikazzjoni) fuq karta ta' kontroll ta' kwalità għandha tintuża għall-*outcome* tal-*bioassay* fuq perjodu kostanti ta' żmien. Alternattiva tista' tkun ir-rispons relattiv ta' kampjun referenza meta jitqabbel ma' linja ta kalibrazzjoni TCDD ladarba r-rispons taċ-ċelluli jista' jiddependi fuq ħafna fatturi.

— Tabelli fuq kontroll ta' kwalità (QC) għal kull tip ta' materjal ta' referenza għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati sabiex jiġi żgurat li r-riżultat jaqbel mal-linji ta' gwida stabbiliti.

— B'mod partikolari għal kalkoli kwantitattivi, l-induzzjoni tal-kampjun dilwit użat għandha tkun fi ħdan il-porzjon lineari tal-*curve* ta' rispons. Kampjuni 'l fuq mill-porzjon lineari tal-*curve* ta' rispons għandhom jiġu dilwiti u ttestjati mill-ġdid. Għaldaqstant, mill-inqas tliet jew iktar *dilutions* f' ħin wieħed hu rrakkomandat li jiġu ttestjati.

— Il-perċentwali tad-devjazzjoni *standard* m'għandux jaqbeż il-15 % f'determinazzjoni triplika għal kull *dilution* tal-kampjuni u mhux 'l fuq minn 30 % bejn tliet esperimenti indipendenti.

— Il-limitu ta' *detection* jista' jiġi ssettjat bħala tliet darbiet aktar mid-devjazzjoni *standard* tal-likwidu *blank* jew tar-rispons tal-isfond. Mod ieħor huwa li tapplika rispons li qiegħed 'l fuq mill-isfond (fattur ta' induzzjoni ħames darbiet iktar mil-likwidu *blank*) ikkalkulat mill-*curve* ta' kalibrazzjoni tal-ġurnata. Il-limitu ta' kwantifikazzjoni jista' jiġi ssettjat ħames sa sitt darbiet iktar mid-devjazzjoni *standard* tal-likwidu *blank* jew tar-rispons tal-isfond jew biex tapplika rispons li qiegħed, b'mod ċar, 'il fuq mill-isfond (fattur ta' induzzjoni 10 darbiet iktar mil-likwidu *blank*) ikkalkulat mill-*curve* ta' kalibrazzjoni tal-ġurnata.

7.4. *Rekwiżiti speċifiċi għal bioassays ibbażati fuq kit* (1)

— Istruzzjonijiet tal-manifattur għall-preparazzjoni u analiżi tal-kampjuni għandhom jiġu segwiti.

— *Kits* ta' testijiet m'għandhomx jintużaw wara li jkunu skadew.

— Materjali jew komponenti ssettjati għall-użu ma' *kits* oħrajn m'għandhomx jintużaw.

— *Kits* ta' testijiet għandhom jinżammu f'temperatura speċifika u użati f'temperatura speċifika wkoll.

— Il-limitu ta' *detection* għal *immunoassays* huwa determinat bħala s-somma tal-medja u tliet darbiet daqs id-devjazzjoni *standard*, ibbażata fuq 10 *replicate* ta' analiżi tal-*blank*; biex jiġi maqsum mill-valur tal-ekwazzjoni ta' rigressjoni lineari.

— *Standards* ta' referenza għandhom jintużaw għal testijiet fil-laboratorju sabiex jiżguraw li r-rispons għall-*istandard* huwa fi ħdan grad aċċettabbli.

8. **Rapport tar-riżultati.**

Sakemm il-proċedura analitika tagħmilha possibbli, ir-riżultati analitiċi għandu jkollhom il-livelli tal-PCDD/F u PCB *congeners* individwali u rrappurtati bħala *lowerbound, upperbound* u *mediumbound* sabiex jinkludu massimu ta' informazzjoni fir-rapport tar-riżultati u b'hekk tħalli lill-interpretazzjoni tar-riżultati skond ir-rekwiżiti speċifiċi.

Ir-rapport għandu jinkludi wkoll il-kontenut *lipid* tal-kampjun kif ukoll il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-*lipid*.

Ir-*recoveries* tal-*istandards* interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li r-*recoveries* qegħdin 'il barra mill-grad imsemmi f'punt 6, f'każ li l-livell massimu jiġi maqbuż u f'każijiet oħra jkun kif mitlub.

(1) L-ebda evidenza ma ġiet sottomessa ta' *bioassays* disponibbli kummerċjalment ibbażati fuq *kit* li għandu sensittività u affidibbilità tali li jista' jintuża għall-*iscreening* għall-preżenza ta' *dioxins* fil-livelli mitluba f'kampjuni ta' ikel u ta' għalf.