REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) Nru 278/2012

tat-28 ta' Marzu 2012

li jemenda r-Regolament (KE) Nru 152/2009 dwar id-determinazzjoni tal-livelli ta' diossini u poliklorobifenili

(Test b'relevanza għaż-ŻEE)

IL-KUMMISSJONI EWROPEA,

Wara li kkunsidrat it-Trattat dwar il-Funzjonament tal-Unjoni Ewropea,

Wara li kkunsidrat ir-Regolament (KE) Nru 882/2004 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tad-29 ta' April 2004 dwar il-kontrolli uffiċjali mwettqa biex tiġi żgurata l-verifika tal-konformità mal-liġi tal-għalf u l-ikel, mas-saħħa tal-annimali u mar-regoli dwar il-welfare tal-annimali [1], u b'mod partikolari l-Artikolu 11(4) tiegħu,

Billi:

(1) Id-Direttiva 2002/32/KE tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tas-7 ta' Mejju 2002 dwar sustanzi mhux mixtieqa fl-għalf tal-annimali [2] tistabbilixxi livelli massimi ta' diossini, furani u poliklorobifenili (PCB) fl-għalf u limiti ta' azzjoni li wasslu għal investigazzjonijiet mill-Istati Membri biex jiġu identifikati s-sorsi ta' dawk is-sustanzi.

(2) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 152/2009 tas-27 ta' Jannar 2009 li jistabbilixxi l-metodi ta' teħid ta' kampjuni u analiżi għall-kontroll uffiċjali tal-għalf [3] jinkludi metodi għad-determinazzjoni tal-livelli ta' dibenżo-p-diossini poliklorinati (PCDDs), dibenżofurani poliklorinati (PCDFs) u poliklorobifenili (PCB) simili għad-diossini fl-għalf.

(3) Jista' jintuża metodu ta' skrining tal-analiżi b'validazzjoni ppruvata u aċċettabli sabiex jingħażlu l-kampjuni b'livelli sinifikanti ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini (preferibbilment għandhom jingħażlu kampjuni li jaqbżu l-limiti ta' azzjoni u tkun żgurata s-selezzjoni ta' kampjuni li jaqbżu l-livelli massimi). Il-livelli ta' PCDD/Fs u ta' PCB simili għad-diossini f'dawn il-kampjuni jeħtieġ li jkunu determinati b'metodu ta' analiżi konfermatorju. Għalhekk ikun xieraq li jiġu stabbiliti rekwiżiti adattati għall-metodu ta' skrining biex ikun żgurat li r-rata ta' konformità falza fir-rigward tal-livelli massimi tkun taħt il-5 % u li jintużaw rekwiżti stretti għall-metodi ta' analiżi konfermatorji. Barra minn hekk, il-metodi ta' konferma jippermettu wkoll id-determinazzjoni ta' livelli li huma fil-medda ta' sfond baxxa. Dan huwa importanti biex ikunu jistgħu jiġu segwiti t-tendenzi tal-ħin, il-valutazzjoni tal-esponiment u l-evalwazzjoni mill-ġdid tal-limiti massimi u ta' azzjoni.

(4) Il-modifika tal-livelli massimi ta' diossini u PCB simili għad-diossini u l-istabbiliment ta' PCB li ma humiex simili għad-diossini fid-Direttiva 2002/32/KE u l-ħtieġa ta' aġġornament tal-kriterji għall-metodi ta' skirining joħolqu l-bżonn għal emendament tar-regoli dwar id-determinazzjoni ta' diossini u PCB fl-għalf, kif stabbilit fil-Parti B tal-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009. Għal raġunijiet ta' ċarezza u ta' komprensjoni, huwa xieraq li l-Parti B tal-Anness V tinbidel.

(5) Huwa mill-aktar importanti li r-riżultati analitiċi jkunu rapportati u interpretati b'mod uniformi sabiex ikun żgurat approċċ ta' nfurzar armonizzat mal-Unjoni kollha.

(6) L-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009 għandu għalhekk jiġi emendat skont dan.

(7) Il-miżuri stipulati f'dan ir-Regolament huma skont l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar il-Katina Alimentari u s-Saħħa tal-Annimali u la l-Parlament Ewropew u lanqas il-Kunsill ma opponewhom,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

Il-Parti B tal-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009 hi emendata kif jidher fl-Anness ma' dan ir-Regolament.

Artikolu 2

Dan ir-Regolament għandu jidħol fis-seħħ fl-għoxrin jum wara dak tal-pubblikazzjoni tiegħu f'*Il-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea*.

Għandu japplika mid-data tad-dħul fis-seħħ.

Dan ir-Regolament għandu jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

Magħmul fi Brussell, it-28 ta' Marzu 2012.

Għall-Kummissjoni

Il-President

José Manuel BARROSO

[1] ĠU L 165, 30.4.2004, p. 1.
[2] ĠU L 140, 30.5.2002, p. 10.
[3] ĠU L 54, 26.2.2009, p. 1.

ANNESS

Fl-Anness V mar-Regolament (KE) Nru 152/2009, il-Parti (B) "DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA' DIOXINS (PCDD/PCDF) U TA' PCBs SIMILI GĦAD-DIOXIN" tinbidel b'dan li ġej:

"B. DETERMINAZZJONI TAL-LIVELLI TA' DIOSSINI (PCDD/PCDF) U TA' PCB

KAPITOLU I

Metodi ta' teħid ta' kampjuni u interpretazzjoni tar-riżultati analitiċi

1. **Għan u kamp ta' applikazzjoni**

Il-kampjuni maħsuba għall-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' dibenżo-p-diossini poliklorinati (PCDDs), dibenżofurani poliklorinati (PCDFs), poliklorobifenili (PCB) (*) simili għad-diossini u PCB li ma humiex simili għad-diossini fl-għalf għandhom jittieħdu skont id-dispożizzjonijiet tal-Anness I. Għandhom jiġu applikati r-rekwiżiti kwantitattivi f'relazzjoni mal-kontroll ta' sustanzi jew prodotti mqassma uniformament fl-għalf kif stipulat fil-punt 5.A. tal-Anness I. Aggregazzjoni ta' kampjuni li tkun inkisbet għandha tiġi kkunsidrata bħala rappreżentattiva tal-materjal li minnu tkun ittieħdet. Għandha tiġi stabbilita konformità mal-livelli massimi stipulati fid-Direttiva 2002/32/KE fuq bażi tal-livelli ddeterminati fil-kampjuni tal-laboratorju.

(*) Tabella tat-TEF (= fatturi ta' ekwivalent ta' tossiċità) għal diossini, furani u PCB simili għad-diossini: It-TEFs tad-WHO għall-valutazzjoni tar-riskju għall-bniedem ibbażati fuq il-konklużjonijiet tal-laqgħa tal-esperti tal-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa (WHO) — Programm Internazzjonali dwar is-Sigurtà tas-Sustanzi Kimiċi (IPCS) li saret f'Ġinevra f'Ġunju 2005 (*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. Xjenzi Tossikoloġiċi 93(2), 223–241 (2006)).

Konġeneru	Valur TEF	Konġeneru	Valur TEF
Dibenżo-p-diossini (PCDDs) u Dibenżo-p-furani (PCDFs)		**PCB 'simili għad-Diossini' PCB Mhux orto + PCB Mono-orto**	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	*PCB mhux orto*	
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		
		PCB mono-orto	
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		

Abbrevjazzjonijiet użati: "T" = tetra; "Pe" = penta; "Hx" = eża; "Hp" = etta; "O" = otta; "CDD" = klorodibenżodiossina; "CDF" = klorodibenżofuran; "CB" = klorobifenil.

Għall-finijiet ta' din il-Parti tal-Anness V, għandhom japplikaw id-definizzjonijiet stabbiliti fl-Anness I mad-Deċiżjoni tal-Kummissjoni 2002/657/KE tal-14 ta' Awwissu 2002 li timplimenta d-Direttiva tal-Kunsill 96/23/KE rigward il-ħidma ta' metodi analitiċi u l-interpretazzjoni tar-riżultati (**)

(**) ĠU L 221, 17.8.2002, p. 8.

2. **Konformità tal-lott jew is-sublott mal-ispeċifikazzjoni**

2.1. *Rigward PCB li ma humiex simili għad-diossini*

Il-lott ikun konformi mal-ispeċifikazzjoni jekk ir-riżultat analitiku ma jaqbiżx il-livell massimu ta' PCB li ma humiex simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wieħed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

Il-lott ma jkunx konformi mal-ispeċifikazzjoni jekk ir-riżultat analitiku tal-livell superjuri (***) ikkonfermat minn analiżi duplikata (****) jaqbeż il-livell massimu stipulat mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wieħed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

L-inċertezza tal-kejl għandha tiġi kkunsidrata skont wieħed minn dawn l-approċċi:

— billi tiġi kkalkulata l-inċertezza estiża, jintuża fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' bejn wieħed u ieħor 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjel nieqes U huwa ogħla mill-livell massimu,

— billi jkun stabbilit il-limitu tad-deċiżjoni (CCα) skont il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I mad-Deċiżjoni 2002/657/KE. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjel huwa daqs jew aktar minn CCα.

Dawn ir-regoli ta' interpretazzjoni għandhom japplikaw għar-riżultati analitiċi miksuba fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

(***) Il-kunċett tal-'livell superjuri' (*upper-bound*) jeħtieġ l-użu tal-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull konġeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-'livell inferjuri' (lower-bound) jeħtieġ l-użu ta' żero għall-kontribuzzjoni ta' kull konġeneru mhux kwantifikat. Il-kunċett tal-"livell medju" (*medium-bound*) jeħtieġ l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni meta tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull konġeneru mhux kwantifikat.

(****) L-analiżi duplikata hija neċessarja sabiex tiġi eskluża l-possibilità tal-kontroeżami intern jew ta' taħwida aċċidentali tal-kampjuni. L-ewwel analiżi, meta hija kkunsidrata l-inċertezza tal-kejl hija użata għall-verifika tal-konformità. Fil-każ li l-analiżi ssir fil-qafas ta' inċident ta' kontaminazzjoni, il-konferma b'analiżi duplikata tista' tiġi eliminata fil-każ li l-kampjuni magħżulin għall-analiżi huma dawk kaġun ta' traċċabilità konnessa mal-inċident ta' kontaminazzjoni.

2.2. *Rigward PCDD/F u PCB simili għad-diossini*

Il-lott ikun jaqbel mal-ispeċifikazzjonijiet jekk ir-riżultat analitiku ta' analiżi waħda,

— imwettqa minn metodu ta' skrining b'rata ta' konformità falza taħt il-5 %, jindika li l-livell ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/PCDFs u s-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE,

— imwettqa minn metodu ta' konferma, ma jaqbiżx il-livell massimu rispettiv ta' PCDD/PCDFs u s-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini stipulati mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wieħed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl.

Għal assaġġ tal-iskrining għandu jkun stabbilit valur ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar il-konformità tal-kampjuni mal-livelli ta' interess rispettivi stipulati jew għal PCDD/PCDFs, jew inkella għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini.

Il-lott ma jkunx konformi mal-ispeċifikazzjoni jekk ir-riżultat analitiku tal-livell superjuri (*****) miksub permezz ta' metodu ta' konferma u kkonfermat minn analiżi dduplikata jaqbeż il-livell massimu stipulat mid-Direttiva 2002/32/KE, meta wieħed jikkunsidra l-inċertezza tal-kejl (******).

L-inċertezza tal-kejl għandha tiġi kkunsidrata skont wieħed minn dawn l-approċċi:

— billi tiġi kkalkulata l-inċertezza estiża, jintuża fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' bejn wieħed u ieħor 95 %. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjel nieqes U huwa ogħla mill-livell massimu. F'każ li ssir determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, is-somma tal-inċertezza estiża stmata tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/PCDFs u tal-PCB simili għad-diossini għandha tintuża għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini,

— billi jkun stabbilit il-limitu tad-deċiżjoni (CCα) skont il-punt 3.1.2.5 tal-Anness I mad-Deċiżjoni 2002/657/KE. Lott jew sublott ma jkunx konformi jekk il-valur imkejjel huwa daqs jew aktar minn CCα.

Dawn ir-regoli ta' interpretazzjoni għandhom japplikaw għar-riżultati analitiċi miksuba fuq il-kampjun għall-kontroll uffiċjali. Fil-każ ta' analiżi għal skopijiet ta' difiża jew ta' referenza, għandhom japplikaw ir-regoli nazzjonali.

(*****) Il-kunċett tal-'livell superjuri' (upper-bound) jeħtieġ li jintuża l-limitu ta' kwantifikazzjoni għall-kontribuzzjoni ta' kull konġenru mhux kwantifikat għall-Ekwivalent ta' Tossiċità (TEQ). Il-kunċett tal-'livell inferjuri' (lower-bound) jeħtieġ l-użu taż-żero għall-kontribuzzjoni ta' kull konġeneru mhux kwantifikat għat-TEQ. Il-kunċett tal-'livell medju' (medium-bound) jeħtieġ l-użu ta' nofs il-limitu ta' kwantifikazzjoni billi tiġi kkalkulata l-kontribuzzjoni ta' kull konġenru mhux kwantifikat għat-TEQ.

(******) L-analiżi duplikata hija neċessarja biex tiġi eskluża l-possibbiltà ta' krosskontaminazzjoni jew xi taħwida aċċidentali tal-kampjuni. L-ewwel analiżi, li tikkunsidra l-inċertezza tal-kejl, tintuża biex tivverifika l-konformità. Fil-każ li l-analiżi titwettaq fil-qafas ta' inċident ta' kontaminazzjoni, il-konferma permezz ta' analiżi duplikata tista' titħalla barra fil-każ li l-kampjuni maghżula għall-analiżi ikunu koness permezz tat-traċċabbiltà mal-inċident ta' kontaminazzjoni.

3. **Riżultati li jaqbżu l-limiti ta' azzjoni kif stipulati fl-Anness II mad-Direttiva 2002/32/KE**

Il-limiti ta' azzjoni jservu ta' għodda għas-selezzjoni ta' kampjuni f'dawk il-każijiet fejn huwa meħtieġ li jkun identifikat sors ta' kontaminazzjoni u sabiex jittieħdu miżuri biex din titnaqqas jew tiġi eliminata. Il-metodi ta' skrining għandhom jistabbilixxu valuri ta' limitu għas-selezzjoni ta' dawn il-kampjuni. L-isforzi meħtieġa biex ikun identifikat is-sors u biex il-kontaminazzjoni titnaqqas jew tiġi eliminata għandhom ikunu mħaddma biss jekk il-qabża fil-limiti ta' azzjoni hija kkonfermata minn analiżi duplikata permezz ta' metodu ta' konferma u b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza tal-kejl (*******).

(*******) Spjegazzjoni identika u r-rekwiżiti għall-analiżi tal-kontroll duplikata tal-limiti ta' azzjoni kif imsemmi fin-nota ta' qiegħ il-paġna (*****) għal-livelli massimi.

KAPITOLU II

Preparazzjoni ta' kampjuni u rekwiżiti għall-metodi ta' analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli ta' diossini (PCDD/PCDF) u ta' PCB simili għad-diossini fl-għalf

1. **Settur tal-applikazzjoni**

Dawn ir-rekwiżiti stipulati f'dan l-Anness għandhom jiġu applikati meta l-għalf ikun analizzat għall-kontroll uffiċjali tal-livelli sostituti 2,3,7,8 ta' dibenżo-p-diossini poliklorinati u dibenżofurani poliklorinati (PCDD/Fs) u poliklorobifenil simili għad-diossini (PCB simili għad-diossini) għal skopijiet regolatorji.

Il-monitoraġġ tal-preżenza ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini fl-għalf jista' jsir għal żewġ għanijiet differenti:

(a) L-għażla ta' dawk il-kampjuni b'livelli ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini li jaqbżu l-livelli massimi, jew il-limiti ta' azzjoni. Dan l-approċċ jista' jinvolvi metodu ta' skrining li jippermetti l-ipproċessar kost-effettiv ta' ħafna kampjuni, li jwassal għal aktar ċansijiet li jiġu skoperti każijiet ġodda b'esponiment u riskji għas-saħħa għoljin għall-konsumatur. Il-metodi ta' skrining jistgħu jinkludu metodi bijoanalitiċi u metodi GC/MS. L-applikazzjoni tagħhom għandu jkollha l-iskop li tevita riżultati b'konformità falza. Huwa meħtieġ li l-konċentrazzjoni ta' PCDD/Fs u s-somma ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini f'dawk il-kampjuni b'livelli sinifikanti tkun iddeterminata/ikkonfermata permezz ta' metodu ta' konferma.

(b) Determinazzjoni tal-livelli ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini f'kampjuni tal-għalf fil-medda ta' livelli fl-isfond baxxi. Dan huwa importanti biex ikunu jistgħu jiġu segwiti t-tendenzi matul iż-żminijiet, il-valutazzjoni tal-esponiment tal-popolazzjoni u biex tinbena bażi ta' dejta f'każ li ssir valutazzjoni mill-ġdid tal-livelli ta' azzjoni u l-livelli massimi. Dan l-għan jista' jinkiseb permezz tal-metodi ta' konferma li jippermettu li l-PCDD/Fs u l-PCB simili għad-diossini jiġu identifikati u kkwantifikati minghajr żball fil-livell ta' interess. Dawn il-metodi jistgħu jintużaw għall-konferma tar-riżultati miksuba permezz tal-metodi ta' skrining u għad-determinazzjoni ta' livelli fl-isfond baxxi fil-monitoraġġ tal-għalf. Huma importanti wkoll fl-istabbiliment ta' profili ta' konġeneri biex ikun jista' jiġi identifikat is-sors ta' kontaminazzjoni. Fil-preżent dawn il-metodi jużaw kromatografija b'fażi gassuża ta' riżoluzzjoni għolja/spettrometrija ta' massa b'riżoluzzjoni għolja (HRGC/HRMS).

2. **Klassifikazzjoni tal-metodi permezz tal-grad ta' kwantifikazzjoni tagħhom** (********)

(********) Adattat għal PCDD/Fs u komposti simili għad-diossini mill-"Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines", Laboratorji ta' Referenza tal-UE (EURLs) għal residwi ta mediċini veterinarji u kontaminanti fl-ikel ta' oriġini mill-annimali f'Fougeres, Berlin u Bilthoven, 20/1/2010, http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/lab_analysis_enhtm

2.1. *Metodi kwalitattivi* jagħtu risposta ta' iva/le dwar il-preżenza ta' analiti ta' interess, mingħajr indikazzjoni kwantifikata tal-konċentrazzjoni tal-analita putattiv. Metodi kwalitattivi jista' jkollhom il-potenzjal li jagħtu riżultati semi-kwantitattivi imma jintużaw biss f'rapporti ta' deċiżjoni ta' iva/le bħala indikazzjoni tal-livelli ogħla jew anqas minn ċerti meded, eż. id-detezzjoni tal-limitu, il-limitu ta' kwantifikazzjoni jew il-valuri ta' limitu.

Għall-kontroll tal-livelli massimi u l-limiti ta' azzjoni għal PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini fl-għalf, jistgħu jiġu applikati metodi ta' skrining li huma bbażati fuq it-tqabbil tar-riżultat analitiku mal-valur ta' limitu u tingħata deċiżjoni ta' iva/le għal indikazzjoni dwar il-possibilità ta' qabża fil-livell ta' interess.

2.2. *Metodi semikwantitattivi* huma metodi li jagħtu indikazzjoni bejn wieħed u ieħor tal-konċentrazzjoni tal-analita putattiv, waqt li r-riżultat numeriku ma jissodisfax ir-rekwiżiti tal-metodi kwantitattivi. Dawn jistgħu jintużaw biex jagħtu tagħrif dwar il-medda tal-konċentrazzjoni tal-analita sabiex l-analista jkun jista' jiddeċiedi dwar il-medda ta' kalibrazzjoni għall-eżami ta' konferma li għandu jsir wara u għal skopijiet ta' kontroll ta' kwalità. Bħala eżempju, il-metodi li ġejjin għandhom jiġu kkunsidrati bħala metodi semikwantitattivi:

(a) Metodi bbażati fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħall-assaġġ imsejjes fuq iċ-ċelloli, assaġġi tar-reċettur jew immunoassaġġi, minn hawn 'l quddiem metodi bijoanalitiċi, li kapaċi jsibu l-analiti ta' interess, jinkludu kurva ta' kalibrazzjoni, jagħtu deċiżjoni ta' iva/le għal indikazzjoni tal-possibilità ta' qabża fil-livell ta' interess u jippermettu r-rapport tar-riżultat bħala ekwivalenti bijoanalitiċi (BEQ), li bħala indikazzjoni tal-valur tat-TEQ fil-kampjun;

(b) test fiżikokimiku (eż. Kromatografija b'faži gassuża-Spettrometrija ta' massa/Spettometrija ta' massa (GC-MS/MS) jew Kromatografija b'faži gassuża/Spettometrija ta' massa b'riżoluzzjoni baxxa (GC/LRMS)) fejn il-karatteristiċi tal-metodu ta' preċiżjoni mkejla ma jissodisfawx ir-rekwiżiti għat-testijiet kwantitattivi.

2.3. *Il-metodi kwantitattivi* jissodisfaw l-istess rekwiżiti għall-eżattezza, il-medda dinamika u l-preċiżjoni bħala metodi ta' konferma. Meta hija meħtieġa l-kwantifikazzjoni, il-metodi kwantitattivi għandhom ikunu vvalidati bħala metodi ta' konferma.

3. **Sfond**

Għall-kalkolu tal-konċentrazzjonijiet tal-ekwivalent ta' tossiċità (TEQ), il-konċentrazzjonijiet tas-sustanzi individwali f'kampjun partikolari għandhom jiġu mmultiplikati mal-Fattur ta' Ekwivalenza ta' Tossiċità (TEF) rispettiv tagħhom, kif inhu stabbilit mill-Organizzazzjoni Dinjija tas-Saħħa u kif elenkat fl-Appendiċi ma' dan l-Anness, u sussegwentament magħduda biex jinkiseb it-total tal-konċentrazzjoni tal-komposti simili għad-diossini espressa bħala TEQs.

Għall-iskopijiet ta' din il-Parti B tal-Anness V, il-limitu speċifiku aċċettat għall-kwantifikazzjoni ta' konġeneru individwali għandu jkun il-konċentrazzjoni ta' analita fl-estratt ta' kampjun li jipproduċi rispons strumentali f'żewġ joni differenti li jiġu mmonitorjati permezz ta' S/N (sinjal/ħoss) bi proporzjon ta' 3:1 għas-sinjal l-anqas intensiv u s-sodisfazzjon tal-kriterji ta' identifikazzjoni kif deskritti, pereżempju, fl-istandard prEN 16215 (Għalf tal-annimali — Determinazzjoni ta' diossini u PCB simili għad-diossini permezz ta' kromatografija b'faži gassuża/Spettometrija ta' massa b'riżoluzzjoni għolja (GC/HRMS) u ta' PCB indikaturi permezz tal-(GC/HRMS) u/jew fil-metodu 1613 tal-EPA reviżjoni B.

Metodi ta' skrining bijoanalitiċi ma jagħtux riżultati f'livell ta' konġeneru imma biss indikazzjoni (*********) tal-livell TEQ, espress bħala Ekwivalenti Bijoanalitiċi (BEQ) sabiex ikun magħruf il-fatt li f'estratt ta' kampjuni, mhux il-komposti kollha preżenti li jipproduċu rispons f'test jistgħu jobdu r-rekwiżiti kollha tal-prinċipju TEQ.

L-iskrining u l-metodi ta' konferma jistgħu jiġu applikati biss għall-kontroll ta' ċerti matriċi jekk il-metodi huma sensittivi biżżejjed biex jinstabu livelli b'mod li wieħed jista' joqgħod fuqhom fil-livell ta' interess (il-limitu ta' azzjoni jew il-livell massimu).

(*********) Il-metodi bijoanalitiċi mhumiex speċifiċi għal dawk il-konġeneri inklużi fl-iskema TEF. Komposti oħra attivi fl-AhR marbuta strutturalment jistgħu jkunu preżenti fl-estratt ta' kampjun li jikkontribwixxi għal rispons ġenerali. Għalhekk, ir-riżultati bijoanalitiċi ma jistgħux ikunu stima imma pjuttost indikazzjoni tal-livell TEQ fil-kampjun.

4. **Rekwiżiti għall-assikurazzjoni tal-kwalità**

4.1. Għandhom jittieħdu miżuri sabiex tkun evitata l-kontaminazzjoni trasversali f'kull stadju tal-proċedura tat-teħid ta' kampjuni u tal-analiżi.

4.2. Il-kampjuni għandhom jinħażnu u jiġu ttrasportati f'kontenituri tal-ħġieġ, aluminju, polipropilen jew polietilen adattati għall-ħżin mingħajr ebda influwenza fuq il-livelli ta' PCDD/PCDFs u ta' PCB simili għad-diossini fil-kampjuni. Fdalijiet ta' trab tal-karti għandhom jitneħħew mill-kontenitur tal-kampjun.

4.3. Il-ħażna u t-trasport tal-kampjuni għandhom jitwettqu b'mod li jżomm l-integrità tal-kampjun tal-għalf.

4.4. Sa fejn huwa rilevanti, kull kampjun tal-laboratorju għandu jkun miħun fin u mħallat sew permezz ta' proċess li wera li jista' jikseb omoġenizzazzjoni kompluta (pereżempju ħin li jgħaddi minn arbiel ta' 1 mm). Il-kampjuni għandhom jitnixxfu qabel ma jiġu miħuna jekk il-kontenut umdu jkun għoli wisq.

4.5. Għandu jsir kontroll tar-reaġenti, tal-oġġetti tal-ħġieġ u tat-tagħmir għall-possibbiltà ta' influwenza tar-riżultati bbażati fuq it-TEQ jew il-BEQ.

4.6. Għandha ssir analiżi in bjank billi ssir il-proċedura analitika sħiħa filwaqt li jitħalla barra l-kampjun biss.

4.7. Għall-metodi bijoanalitiċi, l-oġġetti kollha tal-ħġieġ u s-solventi użati fl-analiżi għandhom ikunu ttestjati biex ikunu ħielsa minn komposti li jistgħu jfixklu d-detezzjoni tal-komposti fil-mira fil-medda ta' ħidma. L-oġġetti tal-ħġieġ għandhom jitlaħalħu b'solventi jew jissaħħnu f'temperaturi adattati biex ineħħu kull traċċa ta' PCDD/PCDFs, komposti simili għad-diossini u komposti li jinterferixxu, mill-wiċċ tagħhom.

4.8. Il-kwantità ta' kampjuni użat għall-estrazzjoni għandu jkun biżżejjed biex jissodisfa r-rekwiżiti b'kunsiderazzjoni ta' medda ta' ħidma pjuttost baxxa inkluż il-konċentrazzjonijiet ta' interess.

4.9. Il-proċeduri speċifiċi ta' preparazzjoni tal-kampjun użati għall-prodotti inkwistjoni għandhom isegwu l-linji gwida aċċettati internazzjonalment.

5. **Rekwiżiti għal-laboratorji**

5.1. B'konformità mad-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida ISO 58 sabiex ikun żgurat li huma jkunu qegħdin japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025.

5.2. Il-profiċjenza tal-laboratorju għandha tiġi ppruvata permezz tal-parteċipazzjoni kontinwa b'suċċess fi studji interlaboratorji għad-determinazzjoni ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini fil-matriċi tal-għalf rilevanti u fil-meded ta' konċentrazzjoni.

5.3. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrining għall-kontroll ta' rutina għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodi ta' konferma, kemm għall-kontroll ta' kwalità kif ukoll għall-konferma tar-riżultat analitiku ta' kampjuni suspettużi.

6. **Ħtiġijiet bażiċi li għandhom ikunu ssodisfati għall-proċedura analitika għal diossini (PCDD/PCDFS) u PCB simili għad-diossini**

6.1. *Medda ta' ħidma baxxa u limiti ta' kwantifikazzjoni*

Għal PCDD/PCDFs, il-kwantitajiet li jistgħu jinstabu għandhom ikunu fil-medda femtogramm superjuri (10^{-15} g) minħabba t-tossiċità estrema ta' xi whud minn dawn il-komposti. Għall-maġġoranza tal-konġeneri ta' PCB il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm (10^{-9} g) huwa diġà suffiċjenti. Għall-kejl tal-konġeneri ta' PCB simili għad-diossini li huma aktar tossiċi (b'mod partikolari konġeneri sostituti mhux orto) il-livell inferjuri tal-medda ta' ħidma għandu jilħaq il-livelli pikogramm (10^{-12} g). Għall-kumplament tal-konġeneri ta' PCB il-limitu ta' kwantifikazzjoni fil-medda tan-nanogramm (10^{-9} g) huwa suffiċjenti.

6.2. *Selettività għolja (speċifiċità).*

6.2.1. Hija meħtieġa distinzjoni bejn il-PCDD/PCDFs u l-PCB simili għad-diossini, u ħafna komposti oħra li huma koestratti u li possibilment komposti li jinterferixxu, preżenti f'konċentrazzjonijiet sa diversi ordnijiet ta' magnitudni ogħla minn dawk tal-analiti ta' interess. Għall-metodi ta' GC/MS, hija meħtieġa differenza fost il-konġeneri varji, bħal pereżempju bejn it-tossiċità (pereżempju, is-sbatax-il sostitut 2,3,7,8 PCDD/PCDFs u 12-il PCB simili għad-diossini) u konġeneri oħrajn.

6.2.2. Il-metodi bijoanalitiċi għandhom ikunu kapaċi jsibu l-komposti fil-mira bħala s-somma ta' PCDD/PCDFs, u/jew PCB simili għad-diossini. It-tindif tal-kampjun għandu jkollu l-iskop li jneħħi komposti li jikkawżaw riżultati ta' nuqqas ta' konformità foloz jew komposti li jistgħu jnaqqsu r-rispons u b'hekk jikkawżaw riżultati b'konformità falza.

6.3. *Eżattezza għolja (il-verità u l-preċiżjoni, l-irkupru apparenti tal-bijoassaġġ)*

6.3.1. Għall-metodi GC/MS, id-determinazzjoni għandha tagħti stima valida tal-konċentrazzjoni reali f'kampjun. Eżattezza għolja hija meħtieġa biex tkun evitata ċ-ċaħda ta' riżultat ta' analiżi ta' kampjun abbażi ta' affidabbiltà baxxa tal-livell TEQ determinat. L-eżattezza hija espressa bħala *l-verità* (id-differenza bejn il-valur medju mkejjel għall-analita f'materjal iċċertifikat u l-valur iċċertifikat tiegħu, li huwa espress bħala perċentwal ta' dan il-valur) u l-*preċiżjoni* (RSD_R id-devjazzjoni standard relattiva kkalkolata mir-riżultati ġġenerati f'kondizzjonijiet ta' riproduċibilità).

6.3.2. Għall-metodi bijoanalitiċi, għandu jiġi determinat l-irkupru apparenti tal-*bijoassaġġ*. L-irkupru apparenti tal-*bijoassaġġ* ifisser il-livell BEQ ikkalkulat mill-kurva tal-kalibrazzjoni tat-TCDD jew il-PCB 126 korretta għall-in bjank u mbagħad diviża bil-livell TEQ determinat mill-GC/HRMS. Dan għandu l-għan li jikkoreġi fatturi bħat-telf ta' PCDD/PCDFs u komposti simili għad-diossini waqt l-estrazzjoni u l-istadji tat-tindif, komposti koestratti li jżidu jew inaqqsu r-rispons (effetti agonistiċi u antagonistiċi), il-kwalità tal-aġġustament tal-kurva, jew id-differenzi bejn il-Fattur ta' Ekwivalenza ta' Tossiċità (TEF) u l-valuri tal-Potenza Rilevanti (REP). L-irkupru apparenti tal-bijoassaġġ huwa kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' konġeneri rappreżentattivi madwar il-livell ta' interess.

6.4. *Il-validazzjoni fil-medda tal-livell ta' interess u l-miżuri ġenerali tal-kontroll tal-kwalità*

6.4.1. Il-laboratorji għandhom juru t-twettiq ta' metodu fil-medda tal-livell ta' interess, pereżempju 0,5 ×, 1 × u 2 × il-livell ta' interess b'koeffiċjenti aċċettabli ta' varjazzjoni għall-analiżi ripetuta, waqt il-proċedura ta' validazzjoni u waqt l-analiżi ta' rutina.

6.4.2. Bħala miżuri interni ta' kontroll tal-kwalità, għandhom jitwettqu kontrolli in bjank regolari u esperimenti miżjuda jew analiżi ta' kontroll tal-kampjuni (preferibbilment, jekk ikun hemm, materjal ta' referenza iċċertifikat). Għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati it-tabelli għall-kontroll tal-kwalità tal-kontrolli in bjank, tal-esperimenti ta' taħlit jew tal-analiżi tal-kontroll tal-kampjuni biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti.

6.5. *Limitu ta' kwantifikazzjoni*

6.5.1. Għal metodu ta' skrining bijoanalitiku, l-istabbiliment tal-limitu ta' kwantifikazzjoni (LOQ) mhuwiex rekwiżit indispensabbli imma l-metodu għandu jipprova li jista' jagħmel differenza bejn il-valur in bjank u l-valur ta' limitu. Meta jingħata l-livell BEQ, għandu jiġi stabbilit livell ta' rappurtar biex ikollu x'jaqsam ma' kampjuni li juru rispons taħt dan il-livell. Il-livell ta' rappurtar għandu jintwera li huwa differenti tal-anqas b'fattur ta' tlieta mill-kampjuni in bjank ta' proċedura, b'rispons taħt il-medda ta' ħidma. Għalhekk għandu jiġi kkalkulat mill-kampjuni li fihom il-komposti fil-mira madwar il-livell minimu meħtieġ, u mhux minn proporzjon S/N jew minn assaġġ in bjank.

6.5.2. Il-LOQ għall-metodu ta' konferma għandu jkun ta' madwar wieħed minn ħamsa tal-livell ta' interess.

6.6. *Kriterji analitici:*

Għal riżultati ta' min joqgħod fuqhom mill-metodi ta' konferma jew tal-iskrining, għandhom jintlaħqu l-kriterji li ġejjin għall-valuri tat-TEQ u tal-BEQ, rispettivament, kemm jekk determinati bħala total tat-TEQ (bħala somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini) kemm jekk separatament għall-PCDD/PCDFs u għall-PCB simili għad-diossini.

	Skrining b'metodi bijoanalitiċi jew fiżikokimiċi	Metodi ta' konferma
Rata ta' konformità falza (*)	< 5 %	
Verità		– 20 % to + 20 %
Repettittività (RSD_r)	< 20 %	
Riproduċibilità fil-laboratorju (RSD_R)	< 25 %	< 15 %

(*) fir-rigward ta' livelli massimi.

6.7. *Rekwiżiti speċifiċi għal metodi ta' skrining*

6.7.1. Kemm il-metodi GC/MS kif ukoll dawk bijoanalitiċi jistgħu jintużaw għall-iskrining. Għall-metodi GC/MS għandhom jintlaħqu r-rekwiżiti stipulati fil-punt 7. Għall-metodi bijoanalitiċi msejsa fuq iċ-ċelloli hemm stipulati rekwiżiti speċifiċi fil-punt 8.

6.7.2. Il-laboratorji li japplikaw metodi ta' skrining għall-kontroll ta' rutina ta' kampjuni għandhom jistabbilixxu kooperazzjoni mill-qrib ma' laboratorji li japplikaw il-metodu ta' konferma.

6.7.3. Hija meħtieġa verifika tar-rendiment tal-metodu tal-iskrining waqt ir-rutina ta' analiżi, permezz ta' kontroll tal-kwalità analitiku u validazzjoni kontinwa tal-metodu. Għandu jkun hemm programm kontinwu għall-kontroll ta' riżultati konformi.

6.7.4. Iċċekkjar għall-possibilità ta' suppressjoni tar-rispons taċ-ċellola u taċ-ċitossiċità.

Mill-estratti tal-kampjuni, 20 % għandhom jitkejlu fi skrining ta' rutina bi jew mingħajr 2,3,7,8-TCDD miżjud li jikkorrispondi mal-livell ta' interess, biex tkun iċċekkjata l-possibilità li r-rispons ikun suppress permezz ta' sustanzi li jinterferixxu fl-estratt tal-kampjun. Il-konċentrazzjoni mkejla tal-kampjun miżjud għandha titqabbel mas-somma tal-konċentrazzjoni tal-estratt mhux miżjud u tingħadd mal-konċentrazzjoni taż-żieda. Jekk din il-konċentrazzjoni mkejla tkun aktar minn 25 % anqas mill-konċentrazzjoni kkalkulata (is-somma), dan ikun indikazzjoni ta' potenzjalità ta' suppressjoni tas-sinjal u l-kamjun rispettiv għandu jintbgħat għand il-GC/HRMS għal analiżi ta' konferma. Ir-riżultati għandhom ikunu segwiti permezz ta' tabelli għall-kontroll tal-kwalità.

6.7.5. Kontroll ta' kwalità fuq kampjuni konformi:

Bejn wieħed u ieħor minn 2 sa 10 % tal-kampjuni konformi għandhom jiġu kkonfermati mill-GC/HRMS, jiddependi mill-matriċi tal-kampjun u l-esperjenza tal-laboratorju.

6.7.6. Id-determinazzjoni ta' rati ta' konformità falza mid-dejta tal-kontroll ta' kwalità:

Għandha tiġi determinata r-rata ta' riżultati ta' konformità falza mill-iskrining tal-kampjuni anqas jew aktar mil-limitu massimu jew il-livell ta' azzjoni. Rati attwali ta' konformità falza għandhom ikunu taħt il-5 %. Meta jkun hemm disponibbli minimu ta' 20 riżultat konfermat għal kull matriċi jew grupp ta' matriċi mill-kontroll tal-kwalità ta' kampjuni konformi, għandhom isiru konklużjonijiet minn din il-bażi ta' dejta dwar ir-rata ta' konformità falza. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati bi prova jew waqt każijiet ta' kontaminazzjoni, li jkopru medda ta' konċentrazzjoni sa pereżempju ta' 2 × livell massimu (ML), jistgħu jiġu inklużi wkoll fil-minimu ta' 20 riżultat għall-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza. Il-kampjuni għandhom ikopru l-aktar profili ta' konġeneri frekwenti, li jkunu jirrappreżentaw diversi sorsi.

Għalkemm l-iskrining tal-assaġġ għandu preferenzjalment ikollu l-iskop li jsib il-kampjuni li jaqbżu l-limitu ta' azzjoni, il-kriterju biex jiddetermina r-rati ta' konformità falza huwa l-livell massimu, b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza tal-kejl tal-metodu ta' konferma.

6.7.7. Kampjuni li mill-iskrining jiġu suspettati li ma jikkonformawx għandhom dejjem ikunu verifikati minn metodu ta' konferma tal-analiżi (GC/HRMS). Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw ukoll biex tkun evalwata r-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. Għal metodi ta' skrining, ir-rata ta' riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza għandha tkun il-frazzjoni ta' riżultati kkonfermati li huma konformi skont l-analiżi ta' konferma tal-GC/HRMS, waqt li fi skrining li sar qabel il-kampjun ikun ġie ddikjarat li huwa suspettat li mhuwiex konformi. L-evalwazzjoni tal-vantaġġ tal-metodu ta' skrining għandha tkun ibbażata fuq it-tqabbil tal-kampjuni b'nuqqas ta' konformità falza man-numru totali ta' kampjuni iċċekkjati. Din ir-rata għandha tkun baxxa biżżejjed biex tagħmel l-użu ta' għodda għall-iskrining ħaġa vantaġġjuża.

6.7.8. Tal-anqas taħt kundizzjonijiet ta' validazzjoni, il-metodi bijoanalitiċi għandhom jagħtu indikazzjoni valida tal-livell TEQ, ikkalkulat u espress bħala BEQ.

Barra minn hekk il-metodi bijoanalitiċi mwettqa f'kundizzjonijiet ta' ripetibilità, l-RSD_r fil-laboratorju tipikament ikunu iżgħar mir-riproduċibilità RSD_R.

7. **Rekwiżiti speċifiċi għal metodi GC/MS li għandhom jiġu ssodisfati għal raġunijiet ta' konferma u ta' skrining**

7.1. *Rekwiżiti ġenerali*

Id-differenza bejn il-livell superjuri u l-livell inferjuri m'għandhiex teċċedi l-20 % għal għalf b'kontaminazzjoni ta' madwar 1 ng WHO-TEQ/kg prodott b'kontenut umdu ta' 12 % (ibbażat fuq is-somma ta' PCDD/Fs u l-PCB simili għad-diossini). Għal livelli aktar baxxi ta' kontaminazzjoni, pereżempju 0,5 ng WHO-TEQ/kg ta' prodott, id-differenza bejn livell superjuri u dak inferjuri għandha tkun fil-medda ta' 25 % sa 40 %.

7.2. *Kontroll tal-irkupri*

7.2.1. Għandha titwettaq żieda ta' standards interni għal PCDD/PCDF 2,3,7,8-sostituti bil-kloru ttikkettjati ^{13}C u ta' standards interni għall-PCB simili għad-diossini ttikkettjati ^{13}C, fil-bidu nett tal-metodu analitiku eż. qabel l-estrazzjoni sabiex tkun ivvalidata l-proċedura analitika. Għall-anqas konġeneru wieħed għal kull wieħed mill-gruppi omologi tetra sa ottaklorinat għall-PCDD/PCDF u għall-anqas konġeneru wieħed għal kull grupp omologu għall-PCB simili għad-diossini għandhom jiġu miżjuda (alternattivament, għall-anqas konġeneru wieħed għal kull funzjoni magħżula, rreġistrata għall-jone bl-ispettrometrija ta' massa użat għall-monitoraġġ ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini). Fil-każ ta' metodi ta' konferma, għandhom jintużaw is-17-il standard intern għal PCDD/PCDF 2,3,7,8-sostituti ttikkettjati ^{13}C kollha u t-12-il standard intern għall-PCB simili għad-diossini ttikkettjati ^{13}C kollha.

7.2.2. Fatturi marbuta ma' rispons għandhom jiġu ddeterminati wkoll għal dawk il-konġeneri li għalihom l-ebda analogu ttikkettjat ^{13}C ma huwa miżjud billi jintużaw soluzzjonijiet ta' kalibrazzjoni adattata.

7.2.3. Għal għalf ta' oriġini mill-pjanti u għal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih anqas minn 10 % ta' xaħam, iż-żieda ta' standards interni hija obbligatorja qabel l-estrazzjoni. Għal għalf ta' oriġini mill-annimali li jkun fih aktar minn 10 % ta' xaħam, l-istandards interni jistgħu jiġu magħduda qabel l-estrazzjoni jew wara l-estrazzjoni tax-xaħam. Għandha titwettaq validazzjoni xierqa tal-effiċjenza tal-estrazzjoni, skont l-istadju li fih huma introdotti l-standards interni u skont jekk ir-riżultati humiex irrappurtati abbażi tal-prodott jew tax-xaħam.

7.2.4. Qabel l-analiżi GC/MS, għandhom ikunu miżjuda standard wieħed (1) jew tnejn (2) tal-irkupru (surrogate).

7.2.5. Il-kontroll tal-irkupru huwa neċessarju. Għal metodi ta' konferma, l-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu fil-medda ta' 60 % sa 120 %. L-irkupri ogħla jew aktar baxxi mill-kongeneri individwali, b'mod partikolari għal xi dibenżo-p-diossini ettaklorinati u ottaklorinati u xi dibenżofurani, huma aċċettabbli b'kundizzjoni li l-kontribuzzjoni tagħhom lill-valur TEQ ma taqbiżx l-10 % tal-valur totali tat-TEQ (ibbażat fuq is-somma tal-PCDD/PCDF u tal-PCB simili għad-diossini). Għal metodi ta' skrining GC/MS, l-irkupri għandhom ikunu fil-medda ta' 30 % sa 140 %.

7.3. *Tneħħija ta' sustanzi li jinterferixxu*

— Separazzjoni ta' PCDD/PCDFs minn komponenti klorinati li jinterferixxu bħal PCB li mhumiex simili għad-diossini u eteri difenil klorinati għandha ssir permezz ta' tekniki kromatografiċi adattati (preferebbilment bi florisil, alumina u/jew kolonna tal-karbonju).

— Separazzjoni kromatografika b'faži gassuża tal-iżomeri għandha tkun < 25 % minn quċċata sa quċċata bejn 1,2,3,4,7,8-HxCDF u 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

7.4. *Kalibrazzjoni mal-kurva standard*

Il-medda tal-kurva standard għandha tkopri l-medda rilevanti tal-livelli ta' interess.

8. **Rekwiżiti speċifiċi għall-metodi bijoanalitiċi**

Il-metodi bijoanalitiċi huma metodi msejsa fuq l-użu ta' prinċipji bijoloġiċi bħall-assaġġi msejsa fuq iċ-ċelloli, assaġġi tar-reċettur jew immunoassaġġi. Dan il-punt 8 jistabbilixxi rekwiżiti għal metodi bijoanalitiċi ġenerali.

Fil-prinċipju il-metodu ta' skrining jikklassifika kampjun bħala konformi jew inkella suspettat li mhuwiex konformi. Għal din ir-raġuni, il-livell BEQ ikkalkulat huwa mqabbel mal-valur ta' limitu (ara l-punt 8.3). Kampjuni taħt il-valur ta' limitu huma ddikjarati konformi, kampjuni daqs jew 'il fuq mill-valur ta' limitu huma suspettati li mhumiex konformi, u għalhekk jeħtieġu analiżi permezz tal-metodu ta' konferma. Fil-prattika, livell ta' BEQ li jikkorrispondi ma' 2/3 tal-livell massimu jista' jservi bħala l-aktar valur ta' limitu adattat waqt li jiżgura rata ta' konformità falza taħt il-5 % u rata aċċettabbli għal riżultati ta' nuqqas ta' konformità falza. B'livelli massimi separati għall-PCDD/Fs u għas-somma ta' PCDD/Fs u PCB simili għad-diossini, l-iċċekkjar tal-konformità fost il-kampjuni mingħajr il-frazzjonament jeħtieġ valuri ta' limitu tal-bijoassaġġ xierqa għall-PCDD/Fs. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, bħala valur ta' limitu ikun adattat perċentwal xieraq tal-limiti ta' interess rispettiv.

Barra minn hekk, fil-każ ta' ċerti metodi bijoanalitiċi, jista' jingħata livell indikattiv espress f'BEQs għal kampjuni fil-medda ta' ħidma u li jaqbżu l-limitu ta' rappurtar (ara l-punti 8.1.1 u 8.1.6).

8.1. *Evalwazzjoni tar-rispons tat-test*

8.1.1. Rekwiżiti ġenerali

— Meta jiġu kkalkulati l-konċentrazzjonijiet minn kurva ta' kalibrazzjoni TCDD, il-valuri fil-limitu inferjuri u superjuri tal-kurva juru varjazzjoni kbira (koeffiċjent għoli ta' varjazzjoni (CV)). Il-medda ta' ħidma hija ż-żona fejn is-CV hija iżgħar minn 15 %. Il-limitu inferjuri tal-medda ta' ħidma (il-limitu ta' rappurtar) għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta 'l fuq mill-proċedura in bjank. Il-limitu superjuri tal-medda ta' ħidma normalment huwa rrappreżentat bil-valur EC_{70} (70 % tal-konċentrazzjoni effettiva massima), iżda huwa inferjuri jekk is-CV tkun ogħla minn 15 % f'din il-medda. Il-medda ta' ħidma għandha tkun stabbilita waqt il-validazzjoni. Il-valuri ta' limitu (ara l-punt 8.3) għandhom ikunu sew fil-medda ta' ħidma.

— Soluzzjonijiet standard u estratti ta' kampjuni għandhom ikunu ttestjati tal-anqas darbtejn. Meta jintużaw id-duplikati, soluzzjoni standard jew estratt ta' kontroll ittestjat f'4 sa 6 kontenituri fuq il-pjanċa għandu jagħti rispons jew konċentrazzjoni (possibbli biss fil-medda ta' ħidma) imsejsa fuq CV< 15 %.

8.1.2. Kalibrazzjoni

8.1.2.1. *Kalibrazzjoni mal-kurva standard*

— Il-livelli fil-kampjuni għandhom jiġu kkalkulati permezz tat-tqabbil tar-rispons għat-test mal-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD (jew PCB 126 jew taħlita standard ta' PCDD/PCDF/PCB simili għad-diossini) biex jiġi kkalkulat il-livell BEQ fl-estratt u sussegwentament fil-kampjun.

— Il-kurvi ta' kalibrazzjoni għandhom jinkludu minn 8 sa 12-il konċentrazzjoni (tal-anqas f'duplikati), b'konċentrazzjonijiet biżżejjed fil-parti ta' isfel tal-kurva (medda ta' ħidma). Għandha tingħata attenzjoni speċjali lill-kwalità tal-aġġustament tal-kurva fil-medda ta' ħidma. Prattikament, il-valur R^2 għandu ftit li xejn valur fl-istima tal-forma f'rigressjoni nonlineari. Jista' jinkiseb aġġustament aħjar billi d-differenza bejn il-livelli kkalkulati u osservati fil-medda ta' ħidma tal-kurva tiġi minimizzata, pereżempju billi s-somma ta' residwi kwadrata tiġi minimizzata.

— Il-livell stmat fl-estratt tal-kampjun għandu sussegwentament jiġi kkoreġut għal-livell BEQ ikkalkulat għal kampjun in bjank ta' matriċi/solvent (biex jaqħti rendikont tal-impuritajiet minn solventi u kimiċi użati), u l-irkupru apparenti (ikkalkulat mil-livell BEQ ta' kampjuni ta' referenza adattati bi profili konġeneri rappreżentattivi madwar il-livell ta' interess). Biex issir korrezzjoni ta' rkupru, l-irkupru apparenti għandu jkun fil-medda meħtieġa (ara l-punt 8.1.4.). Kampjuni ta' referenza użati għall-korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu konformi mar-rekwiżiti stipulati fil-punt 8.2.

8.1.2.2. *Kalibrazzjoni ma' kampjuni ta' referenza*

Alternattivament, kurva ta' kalibrazzjoni ppreparata minn tal-anqas erba' (4) kampjuni ta' referenza (ara l-punt 8.2.4: jistgħu jintużaw matriċi in bjank wieħed, u tliet kampjuni ta' referenza f'0,5 ×, 1,0 × u 2,0 × il-livell ta' interess) madwar il-livell ta' interess, b'hekk jitneħħa l-bżonn ta' korrezzjoni għall-in bjank u għall-rkupru. F'dan il-każ, ir-rispons tat-test li jikkorrispondi ma' 2/3 tal-livell massimu (ara l-punt 8.3) jista' jiġi kkalkulat direttament minn dawn il-kampjuni u użat bħala valur ta' limitu. Għall-iċċekkjar ta' kampjuni li jaqbżu l-livelli ta' azzjoni, bħala valur ta' limitu ikun adattat perċentwal xieraq ta' dawn il-limiti ta' azzjoni.

8.1.3. Determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini

L-estratti jistgħu jinqasmu fi frazzjonijiet li jkun fihom PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, li jippermettu indikazzjoni separata ta' livelli TEQ (f'BEQ) ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini. Bi preferenza għandha tintuża kurva ta' kalibrazzjoni ta' PCB 126 standard biex tevalwa riżultati tal-frazzjoni li fihom PCB simili għad-diossini.

8.1.4. Irkupri apparenti tal-bijoassaġġ

L-'irkupru apparenti tal-bijoassaġġ' għandu jiġi kkalkulat minn kampjuni ta' referenza adattati bi profili ta' konġeneri rappreżentattivi madwar il-livell ta' interess u espressi bħala perċentwal tal-livell BEQ imqabbel mal-livell TEQ. Id-differenzi bejn il-fatturi tat-TEF u tar-REP għal PCB simili għad-diossini jistgħu joħolqu rkupri apparenti baxxi għal PCB simili għad-diossini meta mqabbla ma' PCDD/PCDFs, skont it-tip ta' assaġġ u (**********) TEF użati. Għalhekk, jekk issir determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għandu jkun: għal PCB simili għad-diossini 25 % sa 60 %, għal PCDD/PCDFs 50 % sa 130 % (il-meded japplikaw għall-kurva ta' kalibrazzjoni ta' TCDD). Peress li l-kontribuzzjoni ta' PCBs simili għad-diossini għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCBs simili għad-diossini tista' tvarja bejn il-matriċi u l-kampjuni differenti, l-irkupri apparenti tal-bijoassaġġ għas-somma tal-PCDD/PCDFs u PCBs simili għad-diossini jirriflettu dawn il-meded u għandhom ikunu bejn 30 % u 130 %. Kull implikazzjoni ta' reviżjoni sostanzjali ta' valuri TEF għal-leġiżlazzjoni tal-Unjoni għall-PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini teħtieġ ir-reviżjoni ta' dawn il-meded.

(**********) Ir-rekwiżiti preżenti huma bbażati fuq it-TEFs ippubblikata fil- M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).

8.1.5. Kontroll tal-irkupri għat-tindif

It-telf ta' komposti waqt it-tindif għandu jiġi ċċekkjat waqt il-validazzjoni. Kampjun in bjank miżjud b'taħlita ta' konġeneri differenti għandu jkun ippreżentat għat-tindif (tal-anqas n = 3) u għandhom jiġu ċċekkjati l-irkupru u l-varjabilità permezz ta' analiżi GC/HRMS. L-irkupru għandu jkun bejn 60 % u 120 % speċjalment għal konġeneri li jikkontribwixxu aktar minn 10 % għal-livell TEQ f'diversi taħlitiet.

8.1.6. Limitu ta' rappurtar

Meta jkunu qed jiġu rrapportati l-livelli BEQ, il-limitu ta' rappurtar għandu jkun determinat mill-kampjuni matriċi rilevanti bl-involviment ta' profili ta' konġeneri tipiċi, imma mhux mill-kurva ta' kalibrazzjoni tal-istandards minħabba preċiżjoni baxxa fil-medda inferjuri tal-kurva. L-effetti tal-estrazzjoni u tat-tindif għandhom jiġu kkunsidrati. Il-limitu ta' rappurtar għandu jkun iffissat tal-anqas b'fattur ta' tlieta 'l fuq mill-proċedura in bjank.

8.2. *Użu tal-kampjuni ta' referenza*

8.2.1. Il-kampjuni ta' referenza għandhom jirrappreżentaw matriċi ta' kampjun, profili ta' konġeneri u meded ta' konċentrazzjoni għal PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini madwar il-livell ta' interess.

8.2.2. Kull serje ta' testijiet għandha tinkludi matriċi in bjank, u fejn dan mhux possibbli, proċedura in bjank, u kampjun ta' referenza fil-livell ta' interess. Dawn il-kampjuni għandhom jiġu estratti u ttestjati fl-istess ħin taħt kundizzjonijiet identiċi. Il-kampjun ta' referenza għandu juri rispons elevat ċar imqabbel mal-kampjun in bjank, biex b'hekk ikun żgurat li t-test ikun adattat. Dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw għall-korrezzjonijiet tal-in bjank u tal-irkupru.

8.2.3. Il-kampjuni ta' referenza magħżulin biex issir korrezzjoni ta' rkupru għandhom ikunu rappreżentattivi għat-test tal-kampjuni, li jfisser li l-profili tal-konġeneri ma jistgħux iwasslu għal sottovalutazzjoni tal-livelli.

8.2.4. Kampjuni ta' referenza żejda pereżempju f'0,5 × u 2 × il-livell ta' interess jistgħu jiġu inklużi sabiex juru r-rendiment proprju tat-test fil-medda ta' interess għall-kontroll tal-livell ta' interess. Meta mpoġġija flimkien, dawn il-kampjuni jistgħu jintużaw biex ikunu kkalkulati l-livelli BEQ fil-kampjuni għat-test (ara l-punt 8.1.2.2).

8.3. *Determinazzjoni tal-valuri ta' limitu*

Għandha tiġi stabbilita r-relazzjoni bejn riżultati bijoanalitiċi fil-BEQ u riżultati tal-GC/HRMS fit-TEQ, pereżempju permezz ta' esperimenti ta' kalibrazzjoni fejn jitqabblu l-matriċi, bl-involviment ta' kampjuni ta' referenza miżjuda f'0, 0,5 ×, 1 × u 2 × il-livell massimu, b'sitt (6) repetizzjonijiet f'kull livell (n = 24). Jistgħu jiġu stmati fatturi ta' korrezzjoni (in bjank u rkupru) minn din ir-relazzjoni imma dawn għandhom jiġu ċċekkjati skont il-punt 8.2.2.

Għandhom jiġu stabbiliti valuri ta' limitu għal deċiżjonijiet dwar konformità ta' kampjuni ma' livelli massimi jew għall-kontroll ta' limiti ta' azzjoni, jekk rilevanti, mal-livelli ta' interess rispettivi ffissati jew għall-PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini waħidhom jew inkella għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini. Dawn huma rrappreżentati mill-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tar-riżultati bijoanalitiċi (ikkoreġuti għall-in bjank u għall-irkupru) u jikkorrispondu mal-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS imsejjes fuq livell ta' fiduċja ta' 95 %, li jimplika rata ta' konformità falza ta' < 5 %, u fuq RSD_R < 25 %. Il-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS huwa l-livell massimu, b'kunsiderazzjoni tal-inċertezza tal-kejl.

Il-valur ta' limitu (f'BEQ) jista' jiġi kkalkulat skont wieħed mill-approċċi stipulati fil-punti 8.3.1, 8.3.2 u 8.3.3 (ara l-Figura 1):

8.3.1. L-użu tal-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previżjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS:

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

ma':

BEQ_{DL} BEQ jikkorrispondi mal-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS, li huwa l-livell massimu u jinkludi l-inċertezza tal-kejl

$s_{y,x}$ devjazzjoni standard residwa

$t_{\alpha,f=m-2}$ Fattur student (α = 5 %, f = gradi ta' libertà, b'naħa waħda)

m numru totali ta' punti ta' kalibrazzjoni (indiċi j)

n numru ta' repetizzjonijiet f'kull livell

x_i konċentrazzjoni fil-kampjun GC/HRMS (f'TEQ) tal-punt tal-kalibrazzjoni i

$\bar{x}$ medja tal-konċentrazzjonijiet (f'TEQ) tal-kampjuni kollha ta' kalibrazzjoni

$Q_{xx} = \sum_{j=1}^{m}(x_i - \bar{x})^2$ parametru globali kwadrat, i = indiċi għall-punt ta' kalibrazzjoni i

8.3.2. Il-kalkolu mir-riżultati bijoanalitiċi (kkoreġuti għall-irkupru u l-in bjank) ta' analiżi multipla tal-kampjuni (n ≤ 6) ikkontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni GC/HRMS, bħala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta fil-valur BEQ medju korrispondenti:

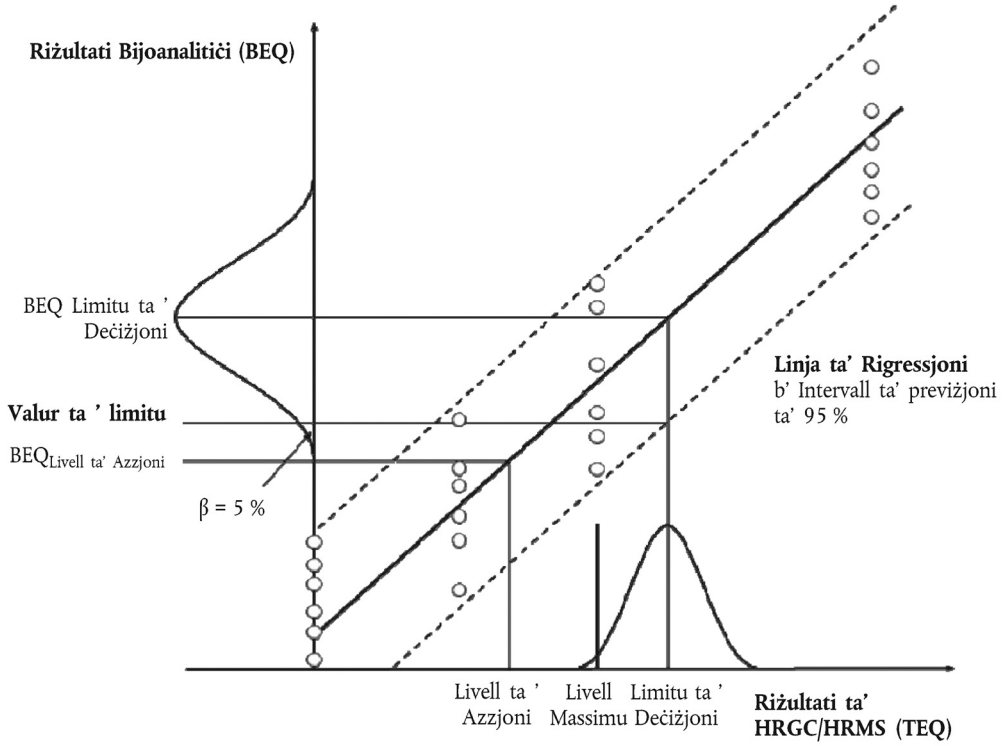
Valur ta' limitu = BEQ_{DL} − 1,64xSD_R

ma':

SD_R devjazzjoni standard tar-riżultati tat-test bijoloġiku f'BEQ_{DL}, imkejla f'kundizzjonijiet ta' riproduċibilità fil-laboratorju

8.3.3. Il-kalkolu bħala valur medju tar-riżultati bijoanalitiċi (f'BEQ, ikkoreġuti għall-in bjank u l-irkupru) minn analiżi multipla tal-kampjuni (n ≤ 6) ikkontaminati f'2/3 tal-livell ta' interess, imsejjes fuq l-osservazzjoni li dan il-livell se jkun madwar il-valur ta' limitu ddeterminat skont il-punt 8.3.1 jew il-punt 8.3.2:

Figura 1



Il-kalkolu tal-valuri ta' limitu msejsa fuq livell ta' fiduċja ta' 95 % b'implikazzjoni ta' rata ta' konformità falza ta' < 5 %, u RSD_R < 25 %: 1. mill-faxxa *inferjuri* tal-intervall ta' previżjoni ta' 95 % fil-limitu ta' deċiżjoni HRGC/HRMS, 2. minn analiżi multipla ta' kampjuni (n ≤ 6) kontaminati fil-limitu ta' deċiżjoni HRGC/HRMS bħala l-punt tat-tmiem *inferjuri* tad-distribuzzjoni tad-dejta (rappreżentat fil-figura permezz ta' kurva forma ta' qanpiena) fil-valur BEQ medju korrispondenti.

8.3.4. Restrizzjonijiet għall-valuri ta' limitu:

Il-valuri ta' limitu msejsa fuq il-BEQ ikkalkulati minn RSD_R miksuba waqt il-validazzjoni bl-użu ta' numru limitat ta' kampjuni bi profili ta' konġeneri/matriċi differenti jistgħu jkunu ogħla mil-livelli ta' interess imsejsa fuq it-TEQ minħabba preċiżjoni aħjar minn dik miksuba f'rutina fejn irid jiġi kkontrollat spettru mhux magħruf ta' profili ta' konġeneri potenzjali. F'dawn il-każijiet, il-valuri ta' limitu għandhom jiġu kkalkulati b'RSD_R = 25 %, jew preferibbilment, b'żewġ terzi tal-livell ta' interess.

8.4. *Karatteristiċi tar-rendiment*

8.4.1. Għandhom isiru testijiet dwar ir-repetibilità tal-metodi bijoanalitiċi biex jinkiseb tagħrif dwar id-devjazzjoni standard fis-serje ta' testijiet u bejniethom. Ir-repetibilità għandha tkun taħt l-20 %, u r-riproduċibilità fil-laboratorju taħt il-25 %. Dan għandu jkun imsejjes fuq il-livelli kkalkulati f'BEQ wara l-korrezzjoni tal-in bjank u l-irkupru.

8.4.2. Bħala parti mill-proċess ta' validazzjoni, it-test għandu juri distinzjoni bejn kampjun in bjank u livell fil-valur ta' limitu, kif ukoll jippermetti l-identifikazzjoni ta' kampjuni ogħla mill-valur ta' limitu korrispondenti (ara l-punt 8.1.2).

8.4.3. Għandhom jiġu definiti l-komposti fil-mira, l-interferenzi potenzjali u l-livelli massimi tollerabbli in bjank.

8.4.4. Il-perċentwal tad-devjazzjoni standard fir-rispons jew fil-konċentrazzjoni kkalkolata mir-rispons (possibbli biss fil-medda ta' ħidma) ta' determinazzjoni tripla ta' estratt tal-kampjun, ma għandux ikun ogħla minn 15 %.

8.4.5. Ir-riżultati mhux ikkoreġuti tal-kampjun(i) ta' referenza espressi f'BEQ (l-in bjank u l-livell ta' interess) għandhom jintużaw għall-evalwazzjoni tar-rendiment tal-metodu bijoanalitiku tul perjodu ta' żmien kostanti.

8.4.6. Tabelli għall-kontroll ta' kwalità għal proċeduri in bjank u kull tip ta' kampjun ta' referenza għandhom jiġu rrekordjati u ċċekkjati biex ikun żgurat li r-rendiment analitiku huwa skont ir-rekwiżiti, b'mod partikolari għall-proċeduri in bjank fir-rigward tad-differenza minima mitluba meta mqabbla mal-limitu inferjuri tal-medda ta' ħidma u għall-kampjuni ta' referenza fir-rigward tar-riproduċibilità fil-laboratorju. Il-proċeduri in bjank għandhom jiġu kkontrollati b'mod li meta jitnaqqsu jiġu evitati r-riżultati b'konformità falza.

8.4.7. Ir-riżultati mill-analiżi GC/HRMS ta' kampjuni suspettati u bejn 2 u 10 % tal-kampjuni konformi (minimu ta' 20 kampjun għal kull matriċi) għandhom jingħabru u jintużaw biex issir evalwazzjoni tal-metodu ta' skrining u r-relazzjoni bejn il-BEQ u t-TEQ. Din il-bażi ta' dejta tista' tintuża għall-evalwazzjoni mill-ġdid tal-valuri ta' limitu applikabbli f'kampjuni ta' rutina għall-matriċi vvalidati.

8.4.8. Ir-rendiment b'suċċess tal-metodu jista' jintwera wkoll permezz ta' parteċipazzjoni fir-ringtrials. Ir-riżultati mill-kampjuni analizzati fir-ringtrials, li jkopru sa medda ta' konċentrazzjoni ta' eż. 2 × il-livell massimu, jistgħu jiġu inklużi wkoll fl-evalwazzjoni tar-rata ta' konformità falza, jekk laboratorju jkun jista' juri r-rendiment b'suċċess tiegħu. Il-kampjuni għandhom ikopru l-profili ta' konġeneri l-aktar frekwenti, li jirrappreżentaw diversi sorsi.

8.4.9. Waqt każijiet, il-valuri ta' limitu jistgħu jiġu evalwati mill-ġdid, b'riflessjoni tal-matriċi speċifiku u l-profili tal-konġeneri ta' dan l-inċident partikolari.

9. **Rappurtar tar-riżultati**

9.1. *Metodi ta' konferma*

9.1.1. Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-konġeneri individwali ta' PCDD/PCDF u ta' PCB simili għad-diossini u jiġu rrapportati bħala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż il-massimu tat-tagħrif fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.

9.1.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/PCDFs, il-PCB simili għad-diossini u l-lipidi.

9.1.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra l-medda msemmija fil-punt 7.2.5, f'każ li jinqabeż il-livell massimu u fuq talba f'każijiet oħra.

9.1.4. Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun għandha tittieħed in konsiderazzjoni l-inċertezza tal-kejl, dan il-parametru għandu jkun disponibbli. Għalhekk, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrappurtati bħala x +/- U fejn x huwa r-riżultat analitiku u U hija l-inċertezza estiża tal-kejl bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %. Fil-każ ta' determinazzjoni separata ta' PCDD/PCDFs u ta' PCB simili għad-diossini, għas-somma ta' PCDD/PCDFs u PCB simili għad-diossini għandha tintuża s-somma tal-istima tal-inċertezza estiża tar-riżultati analitiċi separati tal-PCDD/PCDFs u tal-PCB simili għad-diossini.

9.1.5. Jekk tiġi kkunsidrata l-inċertezza tal-kejl permezz tal-applikazzjoni ta' CCα (kif deskritt fil-punt 2.2), dan il-parametru għandu jiġi rrappurtat.

9.1.6. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' figuri sinifikattivi bħala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE.

9.2. *Metodi ta' skrining bijoanalitiċi*

9.2.1. Ir-riżultat tal-iskrining għandu jkun espress bħala 'konformi' jew 'suspettat li mhuwiex konformi' ('suspettat').

9.2.2. Barra minn hekk, jista' jingħata riżultat ta' PCDD/PCDF u/jew PCB simili għad-diossini espress f'BEQ, u mhux f'TEQ.

9.2.3. Jekk tingħata l-inċertezza tal-kejl fuq il-livell ikklakulat tal-BEQ, pereżempju bħala devjazzjoni standard, din għandha tissejjes fuq tal-anqas analiżi tripla tal-kampjun, inkluż l-estrazzjoni, it-tindif u d-determinazzjoni tar-rispons tat-test.

9.2.4. Kampjuni b'rispons taħt il-limitu ta' rappurtar għandhom ikunu espressi bħala 'taħt il-limitu ta' rappurtar'.

9.2.5. Għal kull tip ta' matriċi ta' kampjun, ir-rapport għandu jsemmi l-livell ta' interess li fuqu tkun imsejsal-evalwazzjoni.

9.2.6. Ir-rapport għandu jsemmi t-tip ta' test applikat, il-prinċipju bażiku tat-test u t-tip ta' kalibrazzjoni.

9.2.7. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCDD/PCDFs, il-PCB simili għad-diossini u l-lipidi.

KAPITOLU III

Preparazzjoni tal-kampjun u rekwiżiti għall-metodi tal-analiżi użati fil-kontroll uffiċjali tal-livelli tal-pcb li mhumiex simili għad-diossini (PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180)

1. **Metodi ta' detezzjoni applikabbli**

Kromatografija b'faži gassuża/Detezzjoni tal-Qabda tal-Elettron (GC/ECD), GC/LRMS, GC/MS-MS, GC/HRMS jew metodi ekwivalenti.

2. **Identifikazzjoni u konferma ta' analiti ta' interess**

2.1. Il-ħin relattiv ta' ritenzjoni b'konnessjoni ma' standards interni jew standards ta' referenza (devjazzjoni aċċettabbli ta' +/– 0,25 %).

2.2. Għandha tkun ikkonfermata s-separazzjoni tas-sitt PCB indikaturi kollha (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 u PCB 180) minn sustanzi li jinterferixxu permezz ta' kromatografija b'faži gassuża, speċjalment PCB ta' koelużjoni, b'mod partikolari jekk il-livelli tal-kampjuni jkunu fil-medda ta' limiti legali u mhumiex konformi.

Nota: Konġeneri li spiss jinstabu li jikkoelutaw huma pereżempju PCB 28/31, PCB 52/69 u PCB 138/163/164. Għal GC/MS għandhom jiġu kkunsidrati wkoll interferenzi potenzjali ta' frammenti ta' konġeneri aktar klorinati.

2.3. *Rekwiżiti għal tekniċi ta' GC/MS*

Monitoraġġ għal mill-anqas:

(a) żewġ joni speċifiċi għal HRMS;

(b) żewġ joni speċifiċi ta' m/z > 200 jew tliet joni speċifiċi ta' m/z > 100 għal LRMS;

(c) prekursur wieħed (1) u żewġ (2) joni tal-prodott għal MS-MS.

Il-massimu tat-tolleranzi permessi għall-proporzjonijiet ta' abbundanza għall-frammenti ta' mases magħżula:

Id-devjazzjoni relattiva tal-proporzjon ta' abbundanza tal-frammenti ta' massa magħżula minn abbundanza teoretika jew standard ta' kalibrazzjoni għall-jone fil-mira (il-jone mmonitorjat l-aktar abbundanti) tal-jonu jew joni kwalifikaturi:

Intensità relattiva tal-jone/joni kwalifikatur(i) mqabbla mal-jone fil-mira	GC-EI-MS (devjazzjoni relattiva)	GC-CI-MS, GC-MS^n (devjazzjoni relattiva)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % to 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % to 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10 %	± 50 % (*)	± 50 % (*)

(*) Numru suffiċjenti ta' frammenti ta' massa b'intensità relattiva > 10 % disponibbli, għalhekk mhux rakkomandabbli li tintuża/jintużaw jona/joni kwalifikanti b'intensità relattiva ta' anqas minn 10 % meta mqabbla mal-jona fil-mira.

2.4. *Rekwiżiti għal tekniċi ta' GC/ECD:*

Riżultati li jaqbżu t-tolleranza għandhom jiġu kkonfermati ma' żewġ kolonni tal-GC f'fażijiet stazzjonarji ta' polarità differenti.

3. **Dimostrazzjoni tar-rendiment tal-metodu**

Ir-rendiment tal-metodu għandu jiġi vvalidat fil-medda tal-livell ta' interess (0,5 sa 2 darbiet il-livell ta' interess) b'koeffiċjent ta' varjazzjoni aċċettabbli għal analiżi ripetuta (ara r-rekwiżiti għall-preċiżjoni intermedjarja fil-punt 8).

4. **Limitu ta' kwantifikazzjoni**

Il-valuri in bjank ma għandhomx ikunu ogħla minn 30 % tal-livell ta' kontaminazzjoni li jikkorrispondi mal-livell massimu (**********).

(**********) Huwa rrakkomandat ħafna li jkun hemm kontribuzzjoni aktar baxxa tar-reaġent in bjank minn dik tal-livell ta' kontaminant fil-kampjun. Il-laboratorju huwa responsabbli għall-kontroll tal-varjazzjoni tal-livelli in bjank, b'mod partikolari, jekk il-livelli in bjank huma mnaqqsa.

5. **Kontroll ta' kwalità**

Kontrolli regolari in bjank, analiżi ta' kampjuni miżjuda, kampjuni ta' kontroll ta' kwalita, parteċipazzjoni fi studji interlaboratorji dwar matriċi rilevanti.

6. **Kontroll tal-irkupri**

6.1. Għandhom jintużaw standards interni adattati bi proprjetajiet fiżikokimiċi li jikkomparaw ma' analiti ta' interess.

6.2. Adeżjoni ta' standards interni:

Adeżjoni ta' prodotti (qabel il-proċess ta' estrazzjoni u tindif).

6.3. Rekwiżiti għall-metodi bl-użu tal-konġeneri tas-sitt PCB indikaturi kollha ttikkettati b'isotopu:

(a) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni;

(b) l-irkupri ta' standards interni b'tikketta isotop għandhom ikunu bejn 50 u 120 %;

(c) irkupri anqas jew aktar għal konġeneri individwali b'kontribuzzjoni għas-somma tas-sitt PCB indikaturi taħt l-10 % huwa aċċettabbli.

6.4. Rekwiżiti għal metodi li ma jużawx is-sitt standards interni b'tikketta isotop kollha jew standards interni oħra:

(a) l-irkupru ta' standard(s) intern(i) għandu jiġi kkontrollat għal kull kampjun;

(b) l-irkupri ta' standard(s) intern(i) għandu jkun bejn 60 u 120 %;

(c) ir-riżultati għandhom jiġu kkoreġuti għall-irkupri tal-istandards interni.

6.5. L-irkupri ta' konġeneri mhux ittikkettati għandhom jiġu ċċekkjati permezz ta' kampjuni miżjuda jew kampjuni ta' kontroll tal-kwalità b'konċentrazzjonijiet fil-medda tal-livell ta' interess. L-irkupri ta' dawn il-konġeneri għandhom ikunu kkunsidrati aċċettabbli, jekk huma bejn is-70 u l-120 %.

7. **Rekwiżiti għal-laboratorji**

Skont id-dispożizzjonijiet tar-Regolament (KE) Nru 882/2004, il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati minn korp rikonoxxut li jopera skont il-Gwida 58 tal-ISO biex ikun żgurat li dawn qed japplikaw assigurazzjoni ta' kwalità analitika. Il-laboratorji għandhom ikunu akkreditati skont l-istandard EN ISO/IEC 17025.

8. **Karatteristiċi tar-rendiment: kriterji għas-somma tas-sitt pcb indikaturi fil-livell ta' interess**

Verità	– 30 sa + 30 %
Preċiżjoni intermedjarja (RSD%)	≤ 20 %
Differenza bejn il-kalkolu tal-livell superjuri u dak inferjuri	≤ 20 %

9. **Rappurtar tar-riżultati**

9.1. Safejn tippermetti l-proċedura analitika użata, ir-riżultati analitiċi għandhom jinkludu l-livelli tal-konġeneri individwali tal-PCB u jiġu rrapportati bħala livell inferjuri, livell superjuri u livell medju sabiex ikun inkluż il-massimu tat-tagħrif fir-rappurtar tar-riżultati u b'hekk tkun tista' ssir l-interpretazzjoni tar-riżultati skont rekwiżiti speċifiċi.

9.2. Ir-rapport għandu jinkludi fih il-metodu użat għall-estrazzjoni tal-PCB u l-lipidi.

9.3. L-irkupri tal-istandards interni individwali għandhom ikunu disponibbli f'każ li l-irkupri jkunu barra mill-medda msemmija fil-punt 6, f'każ li jinqabeż il-livell massimu u fuq talba f'każijiet oħra.

9.4. Peress li fid-deċiżjoni dwar il-konformità tal-kampjun għandha tittieħed in konsiderazzjoni l-inċertezza tal-kejl, dan il-parametru għandu jkun disponibbli wkoll. Għalhekk, ir-riżultati analitiċi għandhom jiġu rrapurtati bħala x +/- U fejn x huwa r-riżultat analitiku u U hija l-inċertezza estiża tal-kejl bl-użu ta' fattur ta' kopertura ta' 2 li jagħti livell ta' fiduċja ta' madwar 95 %.

9.5. Jekk tiġi kkunsidrata l-inċertezza tal-kejl permezz tal-applikazzjoni ta' CCα (kif deskritt fil-punt 2.1 tal-Kapitolu I), dan il-parametru għandu jiġi rrappurtat.

9.6. Ir-riżultati għandhom jiġu espressi fl-istess unitajiet u tal-anqas bl-istess numru ta' ċifri sinifikattivi bħala l-livelli massimi stabbiliti mid-Direttiva 2002/32/KE."