

РЕГЛАМЕНТ КОМИССИИ (ЕС) № 1883/2006

от 19 декабря

излагающий методы отбора проб и анализ для официального контроля уровней диоксина и диоксин-подобных ПХБ в определенных пищевых продуктах

(Текст имеет отношение к ЕЭЗ)

КОМИССИЯ ЕВРОПЕЙСКИХ СООБЩЕСТВ,

Учитывая Договор об учреждении Европейского Сообщества,

Учитывая Регламент (ЕС) № 882/2004 Европейского парламента и Совета от 29 апреля 2004 года по официальным мерам контроля, осуществляемым для обеспечения верификации соответствия кормовому и пищевому законодательству, правилам в сфере охраны здоровья и благополучия животных ⁽¹⁾, в частности Статьи 11 (4) этого Регламента,

Поскольку:

- (1) Регламент Комиссии (ЕС) № 1881/2006 от 19 декабря 2006 года, устанавливающий максимальные уровни определенных контаминантов в пищевых продуктах ⁽²⁾, оговаривает максимальные уровни диоксинов и фуранов, а также суммарное количество диоксинов, фуранов и диоксин-подобных ПХБ в определенных пищевых продуктах.
- (2) Директива Комиссии 2002/69/ЕС от 26 июля 2002 года, излагающая методы отбора проб для проведения официального контроля диоксинов и определения диоксин-подобных ПХБ в пищевых продуктах ⁽³⁾, устанавливает специальные положения в отношении процедур отбора проб и методов анализа, применяемых для официального контроля.
- (3) Применение новых максимальных уровней для суммарного количества диоксинов, фуранов и диоксин-подобных ПХБ требует внесения поправок в Директиву 2002/69/ЕС. Из соображений ясности важно заменить Директиву 2002/69/ЕС этим Регламентом.
- (4) Положения, изложенные в этом Регламенте, относятся только к отбору проб и анализу на наличие диоксинов и диоксин-подобных ПХБ в осуществление Регламента (ЕС) № 1881/2006, и не влияют на стратегию отбора проб, уровни отбора проб и периодичность, как указано в Приложениях III и IV Директивы Совета 96/23/ЕС от 29 апреля 1996 года по мерам мониторинга определенных веществ и их остатков в живых животных и продуктах животного происхождения и отменяющее Директивы 85/358/ЕЕС и 86/469/ЕЕС и Решения 89/187/ЕЕС и 91/664/ЕЕС⁽⁴⁾. Они не влияют на целевые критерии отбора проб, как изложено в Решении Комиссии 98/179/ЕС от 23 февраля 1998 года, излагающем подробные правила по официальному отбору проб для мониторинга определенных веществ и

⁽¹⁾ OJ L 165, 30.4.2004, стр.1, с изменениями от OJ L 191, 28.5.2004, стр. 1. Регламент с изменениями, внесенными Регламентом Комиссии (ЕС) № 776/2006 (OJ L 136, 24.5.2006, стр. 3).

⁽²⁾ См. страницу 5 этого Официального Журнала.

⁽³⁾ OJ L 209, 6.8.2002, стр. 5. Директива с последними поправками, внесенными Директивой 2004/44/ЕС (OJ L 113, 20.4.2004, стр. 17)

⁽⁴⁾ OJ L 125, 23.5.1996, стр. 10. Директива с последними поправками, внесенными Регламентом (ЕС) №882/2004 Европейского Парламента и Совета (OJ L 165, 30.4.2004, стр.1, с исправлениями от OJ L 191, 28.5.2004, стр.1).

остатков этих веществ в живых животных и продуктах животного происхождения⁽⁵⁾.

- (5) Скрининг-метод анализа с признанной, широко-приемлимой валидацией и высокой пропускной способностью следует применять для отбора образцов со значительными уровнями диоксинов и диоксин-подобных ПХБ. Уровни диоксина и диоксин-подобных ПХБ в этих пробах необходимо определять с помощью подтверждающего метода анализа. Поэтому важно установить строгие требования для подтверждающих методов анализа и минимальных требований в отношении скрининг-метода.
- (6) Для отбора проб у очень крупных рыб необходимо, чтобы отбор проб был подробно описан, с целью обеспечения гармонизированного подхода на всей территории Сообщества.
- (7) У рыб определенных видов и происходящих из одного региона, уровни диоксинов и диоксин-подобных ПХБ в рыбе могут отличаться, в зависимости от размера или возраста рыбы. Более того уровень диоксинов и диоксин-подобных ПХБ необязательно одинаков во всех частях рыбы. Поэтому в случае отбора проб у рыб необходимо, чтобы отбор проб и приготовление проб были подробно описаны с целью обеспечения гармонизированного подхода на всей территории Сообщества.
- (8) Особую важность имеет то, что аналитические результаты представлялись и интерпретировались в единой форме, с целью обеспечения гармонизированного подхода к выполнению законодательства на всей территории Сообщества.
- (9) Меры, предусмотренные в этом Регламенте, соответствуют мнению Постоянного комитета по пищевой цепочке и охране здоровья животных.

ПРИНЯЛА ЭТОТ РЕГЛАМЕНТ:

Статья 1

Отбор проб для официального контроля уровня диоксинов, фуранов и диоксин-подобных ПХБ в пищевых продуктах, перечисленных в Разделе 5 Приложения к Регламенту (ЕС) № 1881/2006 следует проводить в соответствии с методами, изложенными в Приложении I к этому Регламенту.

Статья 2

Приготовление проб и анализы для официального контроля уровней диоксинов, фуранов и диоксин-подобных ПХБ в пищевых продуктах, перечисленных в Разделе 5 Приложения к Регламенту (ЕС) № 1881/2006 следует проводить в соответствии с методами, изложенными в Приложении II к этому Регламенту.

Статья 3

Директива 2002/69/ЕС отменяется этим Регламентом. Ссылки на отмененную Директиву следует считать ссылками на этот Регламент.

Статья 4

⁽⁵⁾ OJ L 65, 5.3.1998, стр.31. Решение с поправками от Акта о присоединении от 2003 года.

Этот Регламент должен вступить в силу на 20-ый день после его публикации в *Official Journal of the European Union* (Официальный журнал Европейского Союза).

Применять с 1 марта 2007 года.

Этот Регламент обязателен к исполнению во всей полноте и имеет прямое применение во всех государствах-членах.

Составлен в Брюсселе 19 декабря 2006 года.

От лица Комиссии
Markos KYPRIANOV
Член Комиссии

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ ДЛЯ ОФИЦИАЛЬНОГО КОНТРОЛЯ УРОВНЕЙ ДИОКСИНОВ (ПХДД/ПХДФ) И ДИОКСИН-ПОДОБНЫХ ПХБ В ОПРЕДЕЛЕННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Пробы, предназначенные для официального контроля уровней диоксинов (ПХДД/ПХДФ) и диоксин-подобных ПХБ в пищевых продуктах, должны отбираться в соответствии с методами, описанными в этом Приложении. Совокупные пробы, полученные таким образом, следует считать репрезентативными для партий или частей партий, от которых они отобраны. Соответствие максимальным уровням, изложенным в Регламенте Комиссии (ЕС) № 1881/2006, устанавливающим максимальные уровни для определенных контаминантов в пищевых продуктах, должны быть установлены на основе уровней, определенных в лабораторных пробах.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Партия: идентифицируемое количество пищевых продуктов, полученных одновременно и по определению должностного лица, имеющих общие характеристики, такие как происхождение, ассортимент, тип упаковки, упаковщик, поставщик или отметки. В отношении рыбы или рыбных продуктов, размер рыбы также подлежит сопоставлению. В случае, если размер и/или вес рыбы не подлежит сопоставлению в рамках одной поставки, то поставка может все еще считаться партией, но необходимо применить специальную процедуру отбора проб.

- часть партии: обозначенная часть крупной партии для проведения метода отбора образцов в этой обозначенной части. Каждая часть партии должна быть физически отделена и идентифицируема.

- накопительная проба: количество материала, отбираемого в одном месте от партии или части партии.

- совокупная проба: общее количество накопительных проб, отбираемых от партии или части партии.

- лабораторная проба: репрезентативная часть/количество совокупных проб, предназначенных для лаборатории.

3. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1. Персонал

Отбор проб должен проводиться уполномоченным лицом, назначенным государством-членом.

3.2. Материал, подлежащий отбору

Пробы должны отбираться отдельно от каждой партии или части партии, подлежащей исследованию.

3.3. Меры предосторожности

В ходе отбора и приготовления проб необходимо соблюдать меры предосторожности во избежание любых изменений, которые могут оказывать негативное влияние на содержание диоксинов или диоксин-подобных ПХБ, негативно влияющих на аналитическое определение или сделать совокупные пробы нерепрезентативными.

3.4. Накопительные пробы

Накопительные пробы необходимо брать в разных местах одной партии или части партии настолько это возможно. Отклонение от данной процедуры должно регистрироваться в документе, предусмотренном в части 3.8 этого Приложения.

3.5. Приготовление совокупной пробы

Совокупная проба составляется из накопительных проб. Она должна весить минимум 1 кг, за исключением случаев, когда это не представляется возможным, напр. если были взяты пробы от одной упаковки.

3.6. Повторные пробы

Повторные пробы, отбираемые в целях соблюдения норм, защиты и использования в качестве справочного материала, необходимо отбирать из гомогенизированной совокупной пробы, если такая процедура не противоречит правилам, установленным в государствах-членах в отношении прав производителей пищевых продуктов. Размер лабораторных проб в целях соблюдения норм должен быть достаточным, по меньшей мере, для проведения дубликатного анализа.

3.7. Упаковка и пересылка проб

Каждая проба должна быть помещена в чистый, изготовленный из инертного материала контейнер, обеспечивающий надлежащую защиту от контаминации, потери аналитов вследствие абсорбции внутренними стенками контейнера и ущерба при перевозке. Необходимо принять все необходимые меры предосторожности во избежание любых изменений в составе пробы, которые могут возникнуть при транспортировке или хранении.

3.8. Опечатывание и этикетирование проб

Каждая проба, отобранная для официального использования, должна быть опечатана в месте отбора проб и идентифицирована в соответствии с правилами государств-членов.

Следует хранить регистрационную запись каждого отбора проб для однозначной идентификации каждой партии и обозначения даты и места отбора проб наряду с дополнительной информацией, которая может помочь аналитику.

4. ПЛАНЫ ОТБОРА ПРОБ

Применимый метод отбора проб должен обеспечивать, чтобы совокупная проба была репрезентативной для (части) партии, подвергаемой контролю.

4.1. Деление партий на части

Крупные партии необходимо делить на части при условии, что часть партии может быть физически отделена. В отношении продуктов, продаваемых крупными бестарными партиями (напр. растительные масла), применяются положения в таблице 1. В отношении других продуктов применяются положения Таблицы 2. Учитывая то, что вес партии не всегда является результатом сложения веса частей партии, вес части партии может превышать упомянутый вес максимум на 20%.

Таблица 1

Деление партий на части для продуктов, продаваемых бестарными партиями

| Вес партии (в тоннах) | Вес или кол-во частей партии |
|------------------------|------------------------------|
| $\geq 1\ 500$ | 500 тонн |
| > 300 и $< 1\ 500$ | 3 части партии |
| ≥ 50 и ≤ 300 | 100 тонн |
| < 50 | - |

Таблица 2

Деление партий на части для других продуктов

| Вес партии (в тоннах) | Вес или кол-во частей партии |
|-----------------------|------------------------------|
| ≥ 15 | 15-30 тонн |
| < 15 | - |

4.2. Количество накопительных проб

Совокупная проба, объединяющая все накопительные пробы, должна весить минимум 1 кг (см. параграф 3.5 этого Приложения).

Минимальное количество накопительных проб, подлежащих отбору от партии или части партии, должно соответствовать положениям Таблиц 3 и 4.

В отношении бестарных жидких продуктов, партия или часть партии должны быть тщательно перемешаны насколько это возможно, таким образом, чтобы это не влияло на качество продукта, ручными или механическими способами непосредственно перед отбором проб. В этом случае предполагается гомогенное распределение контаминантов внутри партии или части партии. Поэтому достаточно отобрать три накопительных пробы от партии или части партии для формирования совокупной пробы.

Накопительные пробы должны иметь схожий вес. Вес накопительной пробы должен составлять минимум 100 грамм.

Отклонение от этой процедуры необходимо регистрировать в документе, предусмотренном параграфом 3.8 этого Приложения. В соответствии с положениями Решения Комиссии 97/747/ЕС от 27 октября 1997 года, устанавливающими уровни и периодичность отбора проб, предусмотренного Директивой Совета 96/23/ЕС в отношении мониторинга определенных веществ и их остатков в определенных продуктах животного происхождения ⁽¹⁾, объем совокупной пробы для куриных яиц должен составлять

⁽¹⁾ OJ L 303, 6.11.1997, стр.12

минимум 12 яиц (для бестарных партий, а также для партий, состоящих из индивидуальных упаковок Таблицы 3 и 4).

Таблица 3

Минимальное количество накопительных проб, отбираемых от партии или части партии

| Вес или объем партии/части партии (кг или л) | Минимальное кол-во отбираемых накопительных проб |
|--|--|
| < 50 | 3 |
| от 50 до 500 | 5 |
| > 500 | 10 |

Если партия или часть партии состоит из индивидуальных упаковок или единиц, то количество упаковок или единиц, которое следует отобрать для формирования совокупной пробы, приведено в Таблице 4.

Таблица 4

Количество упаковок или единиц (накопительных проб), которое подлежит отбору для формирования совокупной пробы, если партия или часть партии состоит из индивидуальных упаковок или единиц

| Кол-во упаковок или единиц в партии/части партии | Кол-во упаковок или единиц, подлежащих отбору |
|--|---|
| от 1 до 25 | минимум 1 упаковка или единица |
| от 26 до 100 | около 5%, минимум 2 упаковки или единицы |
| > 100 | около 5%, максимум 10 упаковок или единиц |

4.3. Специальные положения по отбору проб от партий, состоящих из цельных тушек рыбы схожих по размеру и весу

Считается, что тушки рыбы имеют схожий размер и вес, если разница в размере или весе не превышает 50%.

Количество накопительных проб, подлежащее отбору от партии, определено в Таблице 3. Совокупная проба, объединяющая все накопительные пробы, должна весить минимум 1 кг (см. пункт 3.5).

- Если партия, которая подлежит отбору, содержит мелкие тушки рыбы (отдельные тушки рыбы весом менее 1 кг), целая тушка рыбы отбирается в качестве накопительной пробы для формирования совокупной пробы. Если в результате совокупная проба весит более 3 кг, накопительные пробы могут состоять из средней части тушки рыбы с весом каждой минимум 100 грамм для формирования совокупной пробы. Цельная часть, в отношении которой применим максимальный уровень, используется для гомогенизации пробы.

Средняя часть тушки рыбы – это та часть, где находится центр тяжести рыбы. В большинстве случаев он располагается в спинном плавнике (если рыба имеет спинной плавник) либо посередине между жаберной щелью и анальным отверстием.

- Если партия, которая подлежит отбору, содержит более крупные тушки рыбы (отдельные тушки рыбы весом более 1 кг), то накопительная проба должна состоять из средней части тушки рыбы. Каждая накопительная проба должна весить минимум 100 грамм.

В отношении рыб среднего размера (от 1 до 6 кг) накопительная проба отбирается как срез тушки от хребта до брюха в средней части тушки рыбы.

В отношении очень крупных тушек рыб (например, больше 6 кг), накопительная проба отбирается в правой (вид спереди) дорсолатеральной области мышечной ткани в средней части тушки рыбы. Если такой кусок отбирается в средней части тушки рыбы, то это приведет к значительному экономическому ущербу, взятие трех накопительных проб, весом минимум 350 грамм каждая, можно считать достаточным, независимо от размера партии, или в ином случае можно отбирать равную этому размеру часть мышечной ткани ближе к хвостовой части и мышечной ткани ближе к голове тушки одной рыбы для формирования накопительной пробы, репрезентативной для проверки уровня диоксинов в целой тушке рыбы.

4.4. Отбор проб от партий рыбы, состоящих из целых тушек рыб разного размера и/или веса

- Применимы положения пункта 4.3 в отношении составления пробы.
- Если в партии существует преобладающий класс/категория по весу или размеру (около 80% или более от партии), тогда следует отбирать пробы от тушек рыб с доминирующим размером или весом. Эта проба считается репрезентативной для целой партии.
- Если в партии нет преобладающего класса/категории по весу или размеру, тогда необходимо обеспечить, чтобы отобранная для взятия проб рыба была репрезентативной по этой партии. Предусмотрено специальное руководство для таких случаев «Методический документ по отбору проб от партий рыбы, состоящих из целых тушек рыбы разного размера и/или веса⁽¹⁾».

4.5. Отбор проб на этапе розничной торговли

Отбор проб пищевых продуктов на этапе розничной торговли следует проводить в соответствии с положениями по отбору проб, установленными в параграфе 4.2 этого Приложения.

Если это невозможно, то можно применять альтернативный метод отбора проб на этапе розничной торговли, при условии, что он обеспечивает достаточную репрезентативность для партии или части партии, подверженной отбору проб.

5. СООТВЕТСТВИЕ СПЕЦИФИКАЦИЯМ ПАРТИИ И ЧАСТИ ПАРТИИ

Партия считается приемлемой, если результат одного анализа не превышает соответствующий максимальный уровень диоксинов и суммы диоксинов и диоксин-подобных ПХБ, как изложено в Регламенте (ЕС) № 1881/2006 с учетом погрешностей в измерении.

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

Партия считается несоответствующей максимальному уровню, как изложено в Регламенте (ЕС) № 1881/2006, если аналитический результат верхней границы ⁽²⁾, подтвержденный дубликатным анализом ⁽³⁾ превышает максимальный уровень при отсутствии обоснованного сомнения с учетом неопределенности в измерении.

Учет погрешностей в измерении может осуществляться в соответствии с одним из следующих подходов:

- подсчет расширенной неопределенности с использованием коэффициента охвата 2, который дает уровень достоверности приблизительно 95%. Партия или часть партии является несоответствующей, если измеренная величина минус U превышает установленный разрешенный уровень. В случае отдельного определения диоксинов и диоксин-подобных ПХБ сумма предполагаемой расширенной неопределенности отдельных аналитических результатов диоксинов и диоксин-подобных ПХБ следует использовать для суммы диоксинов и диоксин-подобных ПХБ.
- установление предела принятия решения ($СС\alpha$), в соответствии с положениями Решения Комиссии 2002/657/ЕС от 12 августа 2002 года, исполняющего Директиву Совета 96/23/ЕС в отношении рабочих характеристик аналитических методов и интерпретации результатов⁽⁴⁾ (пункт 3.1.2.5 Приложения – вещества с установленным разрешенным уровнем), партия или часть партии является несоответствующей, если измеренная величина равна или превышает $СС\alpha$.

Данные правила интерпретации применяются для аналитических результатов, полученных по данной пробе для официального контроля. В случае проведения анализа в целях защиты или использования в качестве справочного материала, применяются национальные правила.

⁽²⁾ Принцип «верхней границы» требует использование предела количественного определения вклада каждого не подвергавшегося количественному определению конгенера в Токсический эквивалент (ТЕQ). Принцип «нижней границы» требует использование ноля для вклада каждого не подвергавшегося количественному определению конгенера в ТЕQ.

Принцип «средней границы» требует использования половины предела количественного определения, подсчитывая вклад каждого не подвергавшегося количественному определению конгенера в ТЕQ.

⁽³⁾ Дубликатный анализ необходим для исключения вероятности внутренней кросс-контаминации или случайного смешения проб. Первый анализ, с учетом неопределенности измерения используется для верификации соответствия.

Если анализ проводится в рамках случая контаминации диоксинами, то можно пренебречь подтверждением посредством дубликатного анализа, если пробы, отобранные для анализа, связаны со случаем контаминации диоксинами по данным прослеживаемости.

⁽⁴⁾ OJ L 221, 17.8.2002, стр. 8. Решение с поправками от Решения 2004/25/ЕС (OJ L 6, 10.1.2004, стр.38).

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОБ И ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА, ИСПОЛЬЗУЕМЫМ ПРИ ОФИЦИАЛЬНОМ КОНТРОЛЕ УРОВНЕЙ ДИОКСИНОВ (ПХДД/ПХДФ) И ДИОКСИН-ПОДОБНЫХ ПХБ В ОПРЕДЕЛЕННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Требования, изложенные в этом Приложении, следует применять, если пищевые продукты подвергаются исследованиям для официального контроля уровней диоксинов (полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД) и полихлорированных дибензофуранов (ПХДФ)) и диоксин-подобных ПХБ.

Мониторинг на наличие диоксинов в пищевых продуктах может проводиться с помощью стратегии, включающей метод скрининга с целью детектирования тех проб с уровнями диоксинов и диоксин-подобных ПХБ, которые менее чем на 25% ниже или выше максимального уровня. Концентрацию диоксинов и суммарное количество диоксинов и диоксин-подобных ПХБ в пробах со значительными уровнями необходимо определять/подтверждать подтверждающим методом.

Скрининг-методы это методы, которые используются для детектирования присутствия диоксинов и диоксин-подобных ПХБ на интересующем уровне. Эти методы должны обладать высокой пропускной способностью проб и использоваться для тщательного исследования большого количества проб на возможно положительные результаты. Они должны иметь специальное обозначение во избежание ложноотрицательных результатов.

Подтверждающие методы – это методы, которые предоставляют полную или дополнительную информацию, позволяющую однозначно выявлять и определять количество диоксинов и диоксин-подобных ПХБ на интересующем уровне.

2. ПОЯСНЕНИЯ

Концентрации отдельных веществ в приведенном примере следует умножить на соответствующий ему Фактор токсической эквивалентности, установленный Всемирной Организацией Здравоохранения, перечисленные в Дополнении к этому Приложению, и последовательно суммированные для получения общей концентрации диоксин-подобных веществ, выражаемых как Токсические эквиваленты (TEQs).

Во исполнение этого Регламента принятый специфичный предел количественного определения отдельного конгенера должен составлять концентрацию аналита в экстракте образца, который продуцирует двигательную реакцию двух различных ионов, подлежащих мониторингу с пропорцией сигнал/шум, равной 3:1 для менее чувствительного сигнала и выполнения основных требований, таких как время удерживания, пропорция изотопов, в соответствии с процедурой определения, описанной в методе EPA 1613, пересмотр В.

3. ПОДЛЕЖАЩИЕ ВЫПОЛНЕНИЮ ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ КАЧЕСТВА ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ ПРОБ

- Следует принимать меры во избежание кросс-контаминации на каждой стадии отбора проб и процедуры анализа.

- Пробы необходимо хранить и транспортировать в стеклянных, алюминиевых, полипропиленовых или полиэтиленовых контейнерах. Следы бумажной пыли необходимо удалить из контейнера для проб. Стеклянную тару необходимо мыть растворителями без диоксинов и имеющими сертификаты или подвергшимися предварительному контролю на наличие диоксинов.
- Хранение и транспортировку проб следует осуществлять таким образом, чтобы сохранить целостность пробы пищевого продукта.
- Насколько это возможно мелко размолоть и тщательно размешать каждую лабораторную пробу с помощью процесса, который способствует достижению полной гомогенизации (напр. мелкий настолько, чтобы проходить через 1 мм сито); пробы следует высушить перед помолом, если содержание влаги слишком высоко.
- Провести холостой анализ, осуществляя полную аналитическую процедуру только без пробы.
- Вес пробы, используемые для экстрагирования, должен быть достаточным для выполнения требований в отношении чувствительности.
- Специальные процедуры по приготовлению пробы, используемые для исследуемых продуктов, должны быть валидированы в соответствии с международно-признанными стандартами.
- В случае с рыбой кожу необходимо удалить, так как максимальный уровень применим к мясу без кожи. Однако необходимо, чтобы все остатки мяса и жировой ткани на внутренней части кожи были тщательно и целиком отделены от кожи и добавлены в пробу для исследования.

4. ТРЕБОВАНИЯ К ЛАБОРАТОРИЯМ

- Лаборатории должны демонстрировать рабочие характеристики метода в пределах интересующего уровня, напр. 0,5x, 1x и 2x интересующий уровень с приемлемым коэффициентом вариации для повторяемого анализа. Для получения подробной информации по критериям приемлемости см. часть 5.
- Предел количественного определения для подтверждающего метода должен находиться в пределах одной пятой от интересующего уровня.
- Следует проводить регулярные холостые контроли и эксперименты по проверке чистоты пика или анализы контрольных проб (предпочтительно, если доступно, сертифицированное справочное вещество) в качестве внутренних мер по контролю качества.
- Квалификация лаборатории должна быть доказана постоянным успешным участием в межлабораторных исследованиях по определению диоксинов и диоксин-подобных ПХБ в соответствующих пищевых/кормовых матрицах.
- В соответствии с положениями Регламента (ЕС) № 882/2004, лаборатории должны быть аккредитованы авторитетным органом, работающим в соответствии с руководством ISO 58, для гарантии того, что они применяют аналитическое обеспечение качества. Лаборатории должны быть аккредитованы в соответствии со стандартом EN ISO/IEC 17025.

5. ТРЕБОВАНИЯ, СОБЛЮДАЕМЫЕ ПРИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ПРОЦЕДУРЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НА ДИОКСИНЫ И ДИОКСИН-ПОДОБНЫЕ ПХБ

Основные требования к приемлемости аналитической процедуры:

- *Высокая чувствительность и низкие пределы детектирования.* В отношении ПХДД и ПХДФ выявляемое количество должно находиться в пределах пикограммы ТЕQ (10^{-12} г) из-за чрезвычайной токсичности некоторых из этих компонентов. Как известно, ПХБ присутствуют в более высоких уровнях, чем ПХДД и ПХДФ. Для большинства конгенов ПХБ чувствительность в пределах нанограммы (10^{-9} г) является достаточной. Однако для измерения более токсичных диоксин-подобных ПХБ конгенов (в частности не орто-замещенных конгенов), та же чувствительность может быть достигнута и для ПХДД и ПХДФ.
- *Высокая селективность (специфичность).* Необходимо разграничение для ПХДД, ПХДФ и диоксин-подобных ПХБ от множества других коэкстрагируемых и возможно интерферирующих соединений, присутствующих в концентрациях до нескольких порядков возрастания выше, чем интересующие аналиты. В отношении методов газовой хроматографии/масс-спектрометрии (ГХ/МС) необходима дифференциация различных конгенов, таких как токсичные (напр. семнадцать 2,3,7,8 – замещенных ПХДД и ПХДФ и диоксин-подобных ПХБ) и других конгенов. Биопробы должны быть способны селективно определять величины ТЕQ как суммарное количество ПХДД, ПХДФ и диоксин-подобных ПХБ.
- *Высокая точность (правильность и прецизионность).* Определение должно обеспечивать справедливую оценку истинной концентрации в образце. Высокая точность (точность измерения: близость сходства результата измерения и достоверности или приписанного значения измеряемой величины) необходима во избежание отбраковки результата анализа образца на основе ненадлежащей надежности оценки ТЕQ. Точность выражается как истинность (различие между средней величиной, вычисленной для аналита в сертифицированном материале и его сертифицированной величиной, выраженной как процентное соотношение от этой величины) и прецизионность (RSD_R относительное стандартное отклонение, подсчитанное по результатам, полученным в условиях воспроизводимости).

Методы скрининга могут охватывать биопробы и методы ГХ/МС; подтверждающие методы – это методы газовой хроматографии высокого разрешения/масс-спектрометрии высокого разрешения (ГХВР/МСВР). Следует соблюдать следующие критерии относительно полной величины ТЕQ:

| | Скрининг-методы | Подтверждающие методы |
|--------------------------------------|-----------------|-----------------------|
| Уровень ложно-негативных результатов | < 1% | |
| Достоверность | | От -20% до +20% |
| Прецизионность (RSD_R) | < 30% | < 15% |

6. СПЕЦИАЛЬНЫЕ СОБЛЮДАЕМЫЕ ТРЕБОВАНИЯ ДЛЯ МЕТОДОВ ГХ/МС В ЦЕЛЯХ СКРИНИНГА ИЛИ ПОДТВЕРЖДЕНИЯ

- Добавление ^{13}C -меченых 2,3,7,8 хлор-замещенных внутренних ПХДД/Ф стандартов и ^{13}C -меченых внутренних диоксин-подобных ПХБ стандартов должно осуществляться в самом начале аналитического метода, напр. до экстрагирования с целью валидации аналитической процедуры. Следует добавить, по меньшей мере, один конгенер для каждой из тетра-октахлорированных гомологичных групп для ПХДД/Ф и минимум один конгенер для каждой из гомологичных групп для диоксин-подобных ПХБ (в

противоположность минимум один конгенер для каждой выбранной масс-спектрометрической функции, регистрирующей выбранные ионы, используемой для мониторинга ПХДД/Ф и диоксин-подобных ПХБ). Должно существовать четкое предпочтение, особенно в случае подтверждающих методов при использовании всех 17 ¹³C-меченых 2,3,7,8 – замещенных внутренних ПХДД/Ф стандартов и всех 12 ¹³C-меченых внутренних диоксин-подобных ПХБ стандартов.

Коэффициенты чувствительности детектора также необходимо определять для тех конгенов, для которых не добавляется ¹³C-меченый аналог с помощью соответствующих калибровочных растворов.

- В отношении пищевых продуктов растительного происхождения и пищевых продуктов животного происхождения, содержащих менее 10% жира, добавление внутренних стандартов обязательно до экстрагирования. В отношении пищевых продуктов животного происхождения, содержащих более 10% жира, внутренние стандарты можно добавлять либо до экстрагирования, либо после экстрагирования жира. Соответствующую валидацию эффективности экстрагирования необходимо проводить в зависимости от стадии, на которой вводятся внутренние стандарты, и в зависимости от того, сообщаются ли результаты по продукту или жировой основе.
- До проведения ГХ/МС анализа, необходимо добавить 1 или 2 восстанавливающих (суррогатных) стандарта.
- Необходим контроль восстановления. В отношении подтверждающих анализов восстановление отдельных внутренних стандартов должно быть в диапазон от 60 до 120%. Более низкие или высокие уровни восстановления для отдельных конгенов, в частности для некоторых гепта- и октахлорированных дибензодиоксинов и дибензофуранов, приемлемы на условии, что вклад в ТЕQ показатель не превышает 10% от общего показателя ТЕQ (основываясь на сумме ПХДД/Ф и диоксин-подобных ПХБ). В отношении скрининг-методов восстановление должно составлять от 30 до 140 %.
- Отделение диоксинов от интерферирующих хлорированных соединений, таких как не диоксин-подобных ПХБ и хлорированных окисей дифенила должно проводиться посредством соответствующих хроматографических методов (предпочтительно с флорисилом, окисью алюминия и/или графитовой колонкой).
- Газохроматографическое разделение изомеров должно быть на достаточном уровне (< 25% от пика до пика между 1,2,3,4,7,8-ГкХДФ и 1,2,3,6,7,8 – ГкХДФ).
- Определение должно проводиться в соответствии с методом EPA 1613, пересмотр В: Определение тетра-октахлорированных диоксинов и фуранов с помощью ГХВР/МСВР с изотопным разведением или другим методом с эквивалентными рабочими характеристиками.
- Различия между верхней границей и нижней границей не должно превышать 20% для пищевых продуктов с контаминацией диоксинами около 1 пг ВОЗ-ТЕQ/г жира (основано на сумме ПХДД/ПХДФ и диоксин-подобных ПХБ). В отношении пищевых продуктов с низким содержанием жира, следует применять те же требования для уровней контаминации около 1 пг ВОЗ-ТЕQ/г продукта. В отношении более низких уровней контаминации, например 0,50 пг ВОЗ-ТЕQ/г продукта, разница между верхней и нижней границей может находиться в пределах 25-40%.

7. СКРИНИНГ-МЕТОДЫ АНАЛИЗА

7.1. Введение

Можно применять различные аналитические подходы с помощью скрининг-метода: скрининговый подход и количественный подход.

Скрининговый подход

Отклик проб сравнивается с откликом эталонной пробы на интересующем уровне. Пробы с откликом менее чем у эталонных проб считаются отрицательными

- Холостые и эталонные пробы должны быть включены в каждую серию тестов и подвергаться экстрагированию и тестированию одновременно и при идентичных условиях. Эталонная проба должна демонстрировать четкий повышенный отклик по сравнению с холостой пробой.
- Дополнительные эталонные пробы 0,5x и 2x интересующего уровня должны быть включены с целью демонстрации надлежащих рабочих характеристик теста в пределах интереса для контроля интересующего уровня.
- При тестировании других матриц необходимо продемонстрировать пригодность эталонных проб, предпочтительно включением проб, содержащих по результатам ГХВР/МСВР ТЕQ уровень равный таковому у эталонной пробы или включением холостой пробы, добавленной при этом уровне.
- Так как в биопробах нельзя использовать внутренние стандарты, то следует проводить тесты на повторяемость для получения информации по стандартному отклонению в рамках одной серии тестов. Коэффициент вариации должен быть ниже 30%.
- В отношении биопроб необходимо определить целевые соединения, возможные интерферирующие вещества и максимальные допустимые холостые уровни.

Количественный подход

Количественный подход требует стандартных серий разведений, двойной или тройной очистки и измерения как холостых, так и восстановленных контролей. Результат может быть выражен как ТЕQ, тем самым допуская то, что соединения, ответственные за сигнал, соответствуют принципу ТЕQ. Это можно осуществить, используя тетрахлородибензо-п-диоксин (ТХДД) (или смесь стандартов диоксин/фуран/диоксин-подобных ПХБ) для получения калибровочной кривой и подсчета уровня ТЕQ в экстракте, и таким образом, в пробе. Результат впоследствии исправляется на уровень ТЕQ, подсчитанный для холостой пробы (с учетом примесей из используемых растворителей и химических веществ), и восстановления (подсчитанного по уровню ТЕQ в пробе контроля качества приближенно к интересующему уровню). Важно отметить, что часть очевидных потерь при восстановлении может происходить вследствие влияния матрицы и/или разницы между величинами ТЭФ в биопробах и официальными величинами ТЭФ, установленными ВОЗ.

7.2. Требования к методам анализа, используемым для скрининга

- Методы анализа ГХ/МС и биопробы могут использоваться для скрининга. В отношении методов ГХ/МС следует применять меры, изложенные в пункте 6. Для клеточных биопроб специальные требования изложены в части 7.3 этого Приложения, а для биопроб с использованием наборов – в части 7.4. этого Приложения.
- Необходима информация по количеству ложноположительных или ложноотрицательных результатов большого набора проб ниже или выше максимального уровня или предельно допустимой концентрации по сравнению с содержанием ТЕQ, как это было определено посредством подтверждающего метода анализа. Относительное число действительных ложноотрицательных результатов должно быть ниже 1%. Относительное число ложноположительных результатов должно быть достаточно низким, чтобы использование метода скрининга было эффективным.
- Положительные результаты всегда подтверждались подтверждающим методом анализа (ГХВР/МСВР). К тому же пробы от широкого диапазона ТЕQ должны быть подтверждены с помощью ГХВР/МСВР (приблизительно 2%-10% отрицательных проб). Должна быть доступна информация по соответствию между результатами биопробы и результатами ГХВР/МСВР.

7.3. Специальные требования для клеточных биопроб

- При проведении биопробы, каждый цикл теста требует серию эталонных концентраций ТХДД или смеси диоксина/фурана/диоксин-подобных ПХБ (вся кривая зависимости от дозы с $R^2 > 0,95$). Однако в целях скрининга можно использовать расширенную низкоуровневую кривую для анализа проб низкого уровня.
- Следует использовать эталонную концентрацию ТХДД (около 3х пределов количественного определения) в протоколе контроля качества для получения результатов биопробы в течение постоянного периода времени. Альтернативой может быть относительная чувствительность эталонной пробы по сравнению с линией калибровки ТХДД, так как чувствительность клеток может зависеть от многих факторов.
- Карта контроля качества для каждого типа эталонного материала должна быть зарегистрирована и проверена для уверенности в результате в соответствии с указанными руководствами.
- Особенно для количественных подсчетов индукция разведения пробы должна находиться в пределах линейной части кривой чувствительности. Пробы выше линейной части кривой чувствительности должны быть разведены и протестированы заново. Поэтому следует тестировать минимум 3 или более разведения за один раз.
- Процент стандартного отклонения не должен превышать 15% в трехкратном определении для каждого разведения пробы и не превышать 30% между тремя независимыми экспериментами.
- Предел детектирования может быть установлен как 3х стандартное отклонение холостого растворителя или фоновой чувствительности. Другой подход – это применять чувствительность, которая выше фона (фактор индукции 5х холостого растворителя), подсчитанная по калибровочной кривой дня. Предел

количественного определения может быть установлен как 5х - 6х стандартное отклонение холостого растворителя или фоновой чувствительности или применять чувствительность, которая выше фона (фактор индукции 10х холостого растворителя), подсчитанного по калибровочной кривой дня.

7.4. Специальные требования для биопроб с использованием наборов

- Следует обеспечить, чтобы биопробы с использованием наборов имели достаточную чувствительность и надежность для применения с пищевыми продуктами.
- Необходимо следовать инструкциям производителя по приготовлению проб и проведению анализов.
- Тест-наборы нельзя использовать по окончании срока годности.
- Нельзя использовать материалы или компоненты, предназначенные для использования с другими наборами.
- Тест-наборы следует хранить в рамках указанного диапазона температур и использовать при указанной температуре рабочего процесса.
- Предел детектирования для иммуноанализов определяется как 3х стандартное отклонение, основываясь на анализе 10 реплик холостой пробы, разделенное на величины углов наклона линейного уравнения регрессии.
- Эталонные стандарты следует использовать для тестов в лаборатории в целях обеспечения того, что реакция на стандарт находится в пределах диапазона приемлемых значений.

8. ПРЕДОСТАВЛЕНИЕ ИНФОРМАЦИИ О РЕЗУЛЬТАТАХ

Настолько, насколько позволяет используемая аналитическая процедура, аналитические результаты должны содержать уровни отдельных конгенов ПХДД/Ф и ПХБ и описываться как нижняя граница, верхняя граница и средняя граница для включения максимума информации при сообщении результатов и, тем самым, обеспечивать интерпретацию результатов в соответствии со специальными требованиями.

Отчет должен также включать содержание липидов в пробе, а также метод, используемый для экстрагирования липидов.

Должна быть доступна информация по показателям восстановления отдельных внутренних стандартов, если они находятся вне диапазона, упомянутого в пункте б, в случае если максимальный уровень превышен и в других случаях по запросу.

Так как неопределенность измерения должна быть учтена при принятии решения относительно соответствия пробы, то этот параметр также должен быть доступен. Таким образом, аналитические результаты должны быть сообщены как $x \pm U$, где x – аналитический результат, а U – расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2, который дает уровень достоверности равный приблизительно 95%. В случае отдельного определения диоксинов и диоксин-подобных ПХБ, суммарное значение предполагаемой расширенной неопределенности отдельных аналитических результатов диоксинов и диоксин-подобных ПХБ следует использовать как суммарное количество диоксинов и диоксин-подобных ПХБ.

Если неопределенность измерения учитывается с применением ССа (как описано в Приложении I, часть 5), этот параметр также следует сообщить.

Результаты должны быть выражены в тех же единицах и с (минимум) таким же количеством значащих цифр, как в максимальных уровнях, изложенных в Регламенте (ЕС) № 1881/2006.

Дополнение к Приложению II

Таблица ТЭФ ВОЗ для оценки рисков здоровью человека, основанных на заключениях заседания Всемирной Организации Здравоохранения в Стокгольме, Швеция 15-18 июня 1997 года (Van den Berg et al., (1998) Факторы токсической эквивалентности (ТЭФ) для ПХБ, ПХДД, ПХДФ для человека и дикой природы. *Environmental Health Perspectives*, 106 (12), 775)

| Конгенер | Величина ТЭФ | Конгенер | Величина ТЭФ |
|--|--------------|--|--------------|
| Дибензо-п-диоксины (ПХДД) | | Диоксин-подобные ПХБ Не-орто ПХБ +Mono-орто ПХБ | |
| 2,3,7,8-ТХДД | 1 | | |
| 1,2,3,7,8-ПеХДД | 1 | <i>Не-орто ПХБ</i> | |
| 1,2,3,4,7,8-ГкХДД | 0,1 | ПХБ 77 | 0,0001 |
| 1,2,3,6,7,8-ГкХДД | 0,1 | ПХБ 81 | 0,0001 |
| 1,2,3,7,8,9-ГкХДД | 0,1 | ПХБ 126 | 0,1 |
| 1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД | 0,0001 | ПХБ 169 | 0,01 |
| ОХДД | 0,0001 | | |
| Дибензофураны (ПХДФ) | | <i>Mono-орто ПХБ</i> | |
| 2,3,7,8-ТХДФ | 0,1 | ПХБ 105 | 0,0001 |
| 1,2,3,7,8-ПеХДФ | 0,05 | ПХБ 114 | 0,0005 |
| 2,3,4,7,8-ПеХДФ | 0,5 | ПХБ 118 | 0,0001 |
| 1,2,3,4,7,8-ГкХДФ | 0,1 | ПХБ 123 | 0,0001 |
| 1,2,3,6,7,8-ГкХДФ | 0,1 | ПХБ 156 | 0,0005 |
| 1,2,3,7,8,9-ГкХДФ | 0,1 | ПХБ 157 | 0,0005 |
| 2,3,4,6,7,8-ГкХДФ | 0,1 | ПХБ 167 | 0,00001 |
| 1,2,3,4,6,7,8-ГпХДФ | 0,01 | ПХБ 189 | 0,0001 |
| <i>Использованные сокращения: Т – тетра, Пе – пента, Гк – гекса, Гп – гепта, О – окта, ХДД – хлордибензодиоксин, ХДФ – хлордибензофуран, ХБ – хлорбифенил.</i> | | | |