

LIETUVOS RESPUBLIKOS SVEIKATOS APSAUGOS MINISTRAS

Į S A K Y M A S
DĖL MĖGINIŲ ĖMIMO IR ANALIZĖS METODŲ TERŠALŲ KONCENTRACIJOMS
MAISTO PRODUKTUOSE NUSTATYTI PATVIRTINIMO

2003 m. gruodžio 31 d. Nr. V-788
Vilnius

Vykdydamas Teisės derinimo priemonių 2003 metų plano, patvirtinto Lietuvos Respublikos Vyriausybės 2003 m. kovo 5 d. nutarimu Nr. 292 „Dėl Lietuvos pasirengimo narystei Europos Sąjungoje programos (Nacionalinė *ACQUIS* priėmimo programa) teisės derinimo priemonių ir *ACQUIS* įgyvendinimo priemonių 2003 metų planų patvirtinimo“ (Žin., 2003, Nr. [25-1019](#)), 3.7.4.2.5. – T 32 priemonę:

1. T v i r t i n u Mėginių ėmimo ir analizės metodus teršalų koncentracijoms maisto produktuose nustatyti (pridedama).
2. P r i p a ž i s t u netekusiu galios Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2002 m. gruodžio 24 d. įsakymą Nr. 679 „Dėl maisto bandinių paėmimo ir analizės metodų patvirtinimo“ (Žin., 2003, Nr. [21-917](#)).
3. P a v e d u ministerijos sekretoriui Eduardui Bartkevičiui įsakymo vykdymo kontrolę.

SVEIKATOS APSAUGOS MINISTRAS

JUOZAS OLEKAS

PATVIRTINTA

Lietuvos Respublikos Sveikatos apsaugos
ministro 2003 m. gruodžio 31 d. įsakymu
Nr. V-788

MĖGINIŲ ĖMIMO IR ANALIZĖS METODAI TERŠALŲ KONCENTRACIJOMS MAISTO PRODUKTUOSE NUSTATYTI

Šiuo teisės aktu perkeliamos šių Europos Sąjungos teisės aktų nuostatos: 1985 m. gruodžio 20 d. Tarybos direktyvos 85/591/EEB dėl Bendrijos mėginių ėmimo ir analizės metodų įvedimo vykdant žmonėms vartoti skirtų maisto produktų monitoringą; 1998 m. liepos 16 d. Komisijos direktyvos 98/53/EB, nustatančios mėginių ėmimo ir analizės metodus, naudojamus atliekant oficialią tam tikrų teršalų kiekių maisto produktuose kontrolę (su papildymais, padarytais 2002 m. kovo 13 d. Komisijos direktyva 2002/27/EB, nustatančia mėginių ėmimo ir analizės metodus, taikomus atliekant oficialią tam tikro teršalų kiekio maisto produktuose kontrolę); 2001 m. kovo 8 d. Komisijos direktyvos 2001/22/EB, nustatančios mėginių ėmimo ir tyrimo metodus, taikomus atliekant valstybinę švino, kadmio, gyvsidabrio ir 3-MCPD lygių maisto produktuose kontrolę; 2002 m. kovo 13 d. Komisijos direktyvos 2002/26/EB, nustatančios oficialios ochratoksino A koncentracijų maisto produktuose kontrolės mėginių ėmimo ir analizės metodus; 2002 m. liepos 26 d. Komisijos direktyvos 2002/69/EB, nustatančios oficialios dioksinų kontrolės ir dioksinų tipo PCB koncentracijų nustatymo maisto produktuose mėginių ėmimo ir analizės metodus; 2003 m. rugpjūčio 11 d. Komisijos direktyvos 2003/78/EB nustatančios mėginių ėmimo ir analizės metodus oficialiai kontroliuojant patulino koncentraciją maisto produktuose.

I. BENDROSIOS NUOSTATOS

1. Mėginių ėmimo ir analizės (toliau – tyrimo) metodai taikomi atliekant valstybinę maisto kontrolę teršalų koncentracijoms įvertinti pagal Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2001 m. gruodžio 29 d. įsakymą Nr. 681 „Dėl Lietuvos higienos normos HN 54:2001 „Maisto produktai. Didžiausios leidžiamos teršalų ir pesticidų likučių koncentracijos“ patvirtinimo“ (Žin., 2002, Nr. [34-1269](#)) (toliau – HN 54).

2. Be pateiktų metodų, galima taikyti kitus patikrintus, mokslškai pagrįstus ir įteisintus metodus, jei tai netrukdo laisvam prekių judėjimui rinkoje. Kai tyrimo rezultatai aiškinami skirtingai, pirmenybė teikiama rezultatams, gautiems taikant šiame teisės akte pateiktus metodus.

3. Tyrimus, skirtus valstybinei maisto kontrolei, turi teisę atlikti tik akredituotos laboratorijos pagal Lietuvos Respublikos Vyriausybės 2002 m. liepos 10 d. nutarimą Nr. 1092 „Dėl laboratorijų, atliekančių valstybinei maisto kontrolei atrinktų bandinių tyrimus“ (Žin., 2002, Nr. [72-3040](#)), o tyrimo metodai parenkami tik juos įvertinus pagal šiuos kriterijus:

- 3.1. savitumą,
 - 3.2. tikslumą,
 - 3.3. glaudumą, rezultatų pakartojamumą vienoje laboratorijoje ir atkuriamumą įvairiose laboratorijose (toje pačioje ir kitose),
 - 3.4. aptikimo ribą,
 - 3.5. jautrį,
 - 3.6. tinkamumą ir pritaikomumą.
 - 3.7. kitus kriterijus.
4. Pasirenkant tyrimo metodą pirmenybė teikiama įvairioms produktų grupėms taikomiems metodams, o ne metodams, taikomiems atskiriems produktams.
5. Tyrimo metodai turi atitikti Tarptautinės standartizacijos organizacijos rekomenduojamą standartinę formą.
6. Vartojamos sąvokos ir žymenys

- 6.1. **siunta** – vieno siuntėjo vienam gavėjui tuo pačiu metu pristatyti to paties pavadinimo, tos pačios kilmės šalies, rūšies, vienodai įpakuoti bei paženklinėti maisto produktai.
- 6.2. **siuntos dalis** – nustatyta siuntos dalis, fiziškai atskirta ir identifikuojama, kuriai taikomas toks pat mėginių ėmimo metodas.
- 6.3. **taškinis mėginys** – produkto kiekis, paimtas iš siuntos arba jos dalies vienos vietos.
- 6.4. **jungtinis mėginys** – bendras visų taškinių mėginių, paimtų iš siuntos ar siuntos dalies, skaičius.
- 6.5. **laboratorinis mėginys** – jungtinio mėginio dalis, skirta ištirti laboratorijoje.
- 6.6. **PCDD** – polichlorintų dibenzo-para-dioksinų grupė.
- 6.7. **PCDF** – polichlorintų dibenzofuranų grupė.
- 6.8. **dioksinai** – PCDD ir PCDF suma.
- 6.9. **PCB** – polichlorinti bifenilai.
- 6.10 **PSO** – Pasaulio sveikatos organizacija
- 6.11. **TEF** – toksinio ekvivalentiškumo faktorius, taikomas įvairių dioksinų toksiškumui įvertinti.
- 6.12. **TEQ** – toksinio ekvivalentiškumo koncentracija. Vienetas, kuriuo išreiškiama giminingų dioksinų ir į dioksinus panašių giminingų PCB koncentracija, gauta taikant TEF.
- 6.13. **r** (pakartojamumas) – vertė, kuriai esant mažesnei, galima manyti, kad dviejų atskirų bandymų rezultatų, gautų esant pakartojamumo sąlygoms (t. y. tas pats mėginys, tas pats vykdytojas, tas pats prietaisas, ta pati laboratorija ir trumpas laiko intervalas), absoliutus skirtumas atitiks tam tikrą tikimybę (paprastai 95 proc.), $r = 2,8 \times S_r$.
- 6.14. **S_r** – standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus pakartojamumo sąlygomis.
- 6.15. **SSN_r** – santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus pakartojamumo sąlygomis $[(S_r/x \times 100)]$, čia: x yra visų laboratorijų ir mėginių rezultatų vidurkis.
- 6.16. **R** (atkuriamumas) – vertė, kuriai esant mažesnei, galima manyti, kad dviejų atskirų bandymų rezultatų, gautų esant atkuriamumo sąlygoms (t. y. tokia pat medžiaga, kurią bandymo vykdytojai gavo skirtingose laboratorijose taikydami standartinį bandymų metodą), absoliutus skirtumas atitiks tam tikrą tikimybę (paprastai 95 proc.), $R = 2,8 \times S_R$.
- 6.17. **S_R** – standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis.
- 6.18. **SSN_R** – santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis $[(S_R/x) \times 100]$.
- 6.19. **HORRAT_r** – nustatyta SSN_r, padalyta iš SSN_r vertės, apskaičiuotos pagal Horwitz lygtį, remiantis prielaida, kad $r = 0,66R$.
- 6.20. **HORRAT_R** – nustatyta SSN_R, padalyta iš SSN_R vertės, apskaičiuotos pagal Horwitz lygtį.
- 6.21. **apžvalgos metodas** – metodas, nustatantis tam tikras dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijas maisto produktuose. Šis metodas taikomas teigiamiems mėginiams iš didelio mėginių skaičiaus atrinkti ir skirtas klaidingiems ir neigiamiems rezultatams išvengti.
- 6.22. **patvirtinamasis metodas** – metodas, identifikuojantis ir kiekybiškai nustatantis tam tikras dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijas.
- 6.23. **DCh** – dujų chromatografijos metodai
- 6.24. **MS** – masių spektrometrijos metodai
- 6.25. **HRDCH** – didelės skiriamosios gebos dujų chromatografijos metodai
- 6.26. **HRMS** – didelės skiriamosios gebos masių spektrometrijos metodai
- 6.27. **TCDD** – tetrachlordibenzodioksinas

II. MĖGINIŲ ĖMIMO METODAI TERŠALŲ KONCENTRACIJOMS NUSTATYTI, ATLIEKANT VALSTYBINĘ MAISTO KONTROLĘ

7. Mėginiai, skirti valstybinei maisto kontrolei švino, kadmio, gyvsidabrio, 3-MCPD, aflatoksino, patulino, ochratoksino A, dioksinų (PCDD/PCDF) ir dioksinų tipo PCB koncentracijoms maisto produktuose įvertinti, imami taikant šiame teisės akte apibūdintus metodus. Šitokiu būdu imami jungtiniai mėginiai yra tipiniai siuntai. Laboratorinių mėginių tyrimo rezultatai parodo, ar neviršijamos HN 54 nustatytos didžiausios leidžiamos koncentracijos (toliau – ribiniai dydžiai).

8. Imti mėginius turi teisę valstybinės maisto kontrolės institucijos darbuotojai, turintys tarnybinį pažymėjimą ir raštišką šios institucijos vadovo pavedimą patekti į ūkio subjekto patalpas.

9. Mėginiai iš kiekvienos tikrintinos siuntos imami atskirai, o tuo atveju, kai siuntos dalijamos, mėginiai imami iš kiekvienos siuntos dalies.

10. Imant mėginius ir ruošiant laboratorinius mėginius, būtina imtis atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokių pokyčių, kurie paveiktų teršalų koncentracijas, tyrimų rezultatus ar jungtiniai mėginiai prarastų savo tipiškumą.

11. Taškiniai mėginiai imami iš įvairių siuntos arba siuntos dalies vietų. Nukrypimas nuo šios procedūros turi būti užregistruotas, kaip nurodyta šio teisės akto 15 punkte.

12. Jungtinis mėginys ruošiamas taškinius mėginius sudedant ir sumaišant į vieną. Maišyti būtina tam, kad visuose mėginiuose būtų tam tikra siuntos arba siuntos dalies dalis.

13. Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai teršalų koncentracijoms nustatyti imami tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais.

14. Kiekvienas jungtinis ar laboratorinis mėginys dedamas į švarią inertinę talpyklą, nesugierančiomis sienelėmis, apsaugančią mėginį nuo užteršimo ir pakenkimo gabenant. Turi būti imamasi visų atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokio galimo jungtinio ar laboratorinio mėginio sudėties pokyčio gabenant ir saugant. Kiekvienas valstybinei maisto kontrolei paimtas mėginys plombuojamas ir paženklinamas jo ėmimo vietoje.

15. Kiekviena mėginių ėmimo procedūra įforminama institucijos, atsakingos už valstybinę maisto kontrolę, nustatyta tvarka. Gali būti pateikiama ir kita papildoma informacija, kuri gali būti naudinga tyrėjams.

16. Mėginių ėmimo švinui, kadmiui, gyvsidabriui ir 3-MCPD nustatyti tvarka

16.1. Jungtinis mėginys turi būti ne mažesnio kaip 1 kg svorio, išskyrus atvejus, kai imami mėginiai iš vienos pakuotės.

16.2. Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais turi būti imami iš homogenizuoto jungtinio mėginio. Laboratorinių mėginių dydis turi būti toks, kad būtų galima atlikti bent du tyrimus.

16.3. Imant skystų produktų mėginį, daroma prielaida, kad tam tikroje siuntoje teršalai yra pasiskirstę vienodai, ir pakanka iš siuntos paimti vieną taškinį mėginį, kuris kartu yra ir jungtinis mėginys. Skysti produktai, kuriuose yra hidrolizuoto augalinio baltymo (HAB) ar skysto sojų padažo, prieš paimant taškinį mėginį gerai supurtomi arba homogenizuojami kitais būdais.

16.4. Mažiausias imtinų iš kitų produktų siuntos taškinių mėginių skaičius yra nurodytas šio teisės akto 1 lentelėje. Taškiniai mėginiai turi būti panašaus svorio. Nukrypimai nuo šios tvarkos registruojami, kaip nurodyta šio teisės akto 15 punkte.

16.5. Kai siuntą sudaro atskiros pakuotės, jų skaičius jungtiniam mėginiui sudaryti nurodytas šio teisės akto 2 lentelėje.

1 lentelė. *Mažiausias siuntos imtinų taškinių mėginių skaičius*

Siuntos svoris (kg)	Taškinių mėginių skaičius
1. Iki 50	3
2. 50–500	5
3. Daugiau kaip 500	10

2 lentelė. *Pakuočių (taškinių mėginių), imamų jungtiniam mėginiui sudaryti, skaičius*

Siuntos pakuočių ar vienetų skaičius	Pakuočių ar vienetų skaičius
--------------------------------------	------------------------------

1. 1–25	1 pakuotė ar vienetas
2. 26–100	Apie 5%, ne mažiau kaip 2 pakuotės ar vienetai
3. Daugiau kaip 100	Apie 5%, ne daugiau kaip 10 pakuočių ar vienetų

16.6. Laboratorija tirdama laboratorinį mėginį atlieka bent du lygiagrečius tyrimus ir apskaičiuoja rezultatų vidurkį. Jeigu vidurkis neviršija ribinio dydžio, nustatyto HN 54, siunta laikoma tinkama vartoti. Siunta netinkama, jeigu tyrimų rezultatų vidurkis viršija atitinkamą ribinį dydį.

17. Mėginių ėmimo aflatoksinams nustatyti tvarka

17.1. Mėginių ėmimo procedūra taikoma visiems tiekiamiems į rinką produktams: nepakuotiems maisto produktams arba supakuotiems atskiromis pakuotėmis (maišais, maišeliais ir kitomis pakuotėmis).

17.2. Mėginių ėmimo iš siuntų pateikiamų atskiromis pakuotėmis (maišais, maišeliais, pakuotėmis ir pan.) dažnumas, nepažeidžiant šio teisės akto 17.6-17.14 punktų nuostatų, gali būti nustatomas pagal 1 formulę:

mėginių

$$\text{ėmimo dažnumas} = \frac{\text{siuntos svoris (kg)} \times \text{taškinio mėginio svoris (kg)}}{\text{jungtinio mėginio svoris (kg)} \times \text{atskiros pakuotės svoris (kg)}} \quad (1)$$

čia:

mėginių ėmimo dažnumas – kiekviena n-toji pakuotė, iš kurios turi būti imamas taškinis mėginys (trupmenos dešimtosios dalys suapvalinamos iki artimiausio sveiko skaičiaus).

17.3. Taškinio mėginio svoris turi būti apie 300 gramų, prieskonių taškinio mėginio svoris turi būti apie 100 gramų, jei šio teisės akto 17.6-17.14 punktuose nenurodyta kitaip. Taškinių mėginių, paimtų iš siuntos pakuotėse, svoris priklauso nuo pakuotės svorio.

17.4. Taškinių mėginių skaičius priklauso nuo siuntos svorio: jei šio teisės akto 17.6-17.14 punktuose nenurodyta kitaip, imama 10 – 100 mėginių. Taškinių mėginių kiekis, imamas iš mažesnių kaip 15 tonų svorio siuntų, pateiktas šio teisės akto 3 lentelėje.

3 lentelė. *Taškinių mėginių skaičius pagal siuntos svorį*

Siuntos svoris (tonomis)	Taškinių mėginių skaičius
1. $\leq 0,1$	10
2. $> 0,1 - \leq 0,2$	15
3. $> 0,2 - \leq 0,5$	20
4. $> 0,5 - \leq 1,0$	30
5. $> 1,0 - \leq 2,0$	40
6. $> 2,0 - \leq 5,0$	60
7. $> 5,0 - \leq 10,0$	80
8. $> 10,0 - \leq 15,0$	100

17.5. Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai aflatoksinams nustatyti tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais turi būti imami iš homogenizuoto laboratorinio mėginio.

17.6. Imant žemės riešutų, riešutų, džiovintų vaisių, prieskonių ir grūdų siuntų mėginius, siuntos suskirstomos į siuntos dalis pagal šio teisės akto 4 lentelėje pateiktą tvarką.

4 lentelė. *Siuntų skirstymas į siuntos dalis pagal produktą ir siuntos svorį*

Produkto pavadinimas	Siuntos svoris (tonomis)	Siuntos dalių svoris ar skaičius	Taškinių mėginių skaičius	Jungtinio mėginio svoris (kg)
1. Džiovintos figos ir	≥ 15	15-30 tonų	100	30

kiti džiovinti vaisiai	< 15	-	10-100 (priklauso nuo siuntos svorio)	≤ 30
2. Žemės riešutai, pistacijos, braziliniai ir kiti riešutai	≥ 500	100 tonų	100	30
	> 125 – < 500	5 siuntos dalys	100	30
	≥ 15 – ≤ 125	25 tonos	100	30
	< 15	-	10-100 (priklauso nuo siuntos svorio)	≤ 30
3. Grūdai ir grūdų produktai	≥ 1500	500 tonų	100	30
	> 300 – < 1500	3 siuntos dalys	100	30
	≥ 50 – ≤ 300	100 tonų	100	30
	< 50	-	10-100 (priklauso nuo siuntos svorio)	1-10
4. Džiovintos vynuogės (besėklės razinos, razinos ir smulkios besėklės razinos)	≥ 15	15-30 tonų	100	10
	< 15	-	10-100 (priklauso nuo siuntos svorio)	1-10
5. Prieskoniai	≥ 15	25 tonos	100	10
	< 15	-	10-100 (priklauso nuo siuntos svorio)	1-10

17.7. Grūdų (siuntos svoris 50 ir daugiau tonų), prieskonių, žemės riešutų, pistacijų, brazilinių riešutų, džiovintų figų mėginių ėmimo tvarka

17.7.1. Vadovaujantis šio teisės akto 4 lentelėje pateiktos siuntų skirstymo tvarkos, kiekviena siunta turi būti padalyta į mažesnes siuntas, jei tai įmanoma. Atsižvelgiant į tai, kad siuntos svoris ne visada atitinka siuntos dalių svorių sumą, leidžiama, kad siuntų dalių svoris viršytų minėtą svorį ne daugiau kaip 20 proc.

17.7.2. Mėginiai imami atskirai iš kiekvienos siuntos dalies.

17.7.3. Paprastai imama 100 taškinių mėginių. Iš siuntų, sveriančių mažiau kaip 15 tonų, imama 10 – 100 taškinių mėginių, atsižvelgiant į siuntos svorį (šio teisės akto 3 lentelė).

17.7.4. Jungtinio mėginio svoris turi būti 30 kg; prieš sumalant jis sumaišomas ir padalijamas į tris lygius laboratorinius mėginius po 10 kg (žemės riešutų, riešutų ir džiovintų vaisių, kurie dar bus rūšiuojami arba kitaip fiziškai apdorojami, dalyti į 3 mėginius nebūtina, jeigu laboratorijoje yra įrenginys, kuriuo galima homogenizuoti 30 kg mėginį). Jei jungtinis mėginys sveria mažiau kaip 10 kg, jis neturi būti dalijamas į 3 laboratorinius mėginius. Prieskonių jungtinio mėginio svoris turi būti ne didesnis kaip 10 kg ir todėl į dalis neskirstomas.

17.7.5. Kiekvienas laboratorinis mėginys (10 kg svorio) turi būti gerai sumaltas ir visiškai homogenizuotas remiantis šio teisės akto 21 – 28 punktų reikalavimais.

17.8. Jei šio teisės akto 17.7 punkte aprašyto mėginių ėmimo metodo neįmanoma taikyti dėl pasekmių, atsiradusių apgadinus siuntą (dėl įpakavimo būdų, transporto priemonių ir pan.), gali būti taikomas kitas mėginių ėmimo metodas, tačiau jis turi būti kuo tipiškesnis ir išsamiai aprašytas bei įformintas dokumentuose.

17.9. Siuntos arba siuntos dalių įvertinimas

17.9.1. Žemės riešutai, riešutai ir džiovinti vaisiai, kurie bus rūšiuojami arba kitaip fiziškai apdorojami, taip pat prieskoniai, tinka vartoti, jei aflatoksinų koncentracija jungtiniame mėginyje (koncentracijos vidurkis 3 laboratoriniuose mėginiuose) neviršija nustatytų ribinių dydžių, ir netinka vartoti, jei nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.9.2. Žemės riešutai, riešutai, džiovinti vaisiai ir grūdai, skirti tiesiogiai vartoti maistui, yra tinkami, jei aflatoksinų koncentracija nė viename laboratoriniame mėginyje neviršija nustatytų ribinių dydžių, ir netinkami, jei viename arba daugiau laboratoriniuose mėginiuose nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.9.3. Kai aflatoksinų koncentracija jungtiniame mėginyje, sveriančiame mažiau kaip 10 kg, neviršija nustatytų ribinių dydžių, siunta yra tinkama, ir netinkama, jei nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.10. Grūdų (siuntos svoris mažiau kaip 50 tonų), riešutų, išskyrus žemės riešutus, pistacijas ir brazilinius riešutus, džiovintų vaisių, išskyrus figas, mėginių ėmimo tvarka

17.10.1. Imant produktų mėginius, taikoma šio teisės akto 17.7 punkte nustatyta tvarka. Tačiau atsižvelgiant į tai, kad šie produktai retai būna užteršti ir/ar supakuoti į naujesnio tipo pakuotes, gali būti taikomi paprastesni mėginių ėmimo būdai.

17.10.2. Grūdų siuntų, sveriančių mažiau kaip 50 tonų, atsižvelgiant į siuntos dydį, imama nuo 10 iki 100 mėginių, kurių kiekvienas sveria po 100 g, o jungtinis mėginys sveria nuo 1 iki 10 kg.

17.10.3. Imamų taškinių mėginių skaičius pateiktas šio teisės akto 5 lentelėje.

5 lentelė. *Taškinių mėginių skaičius pagal grūdų siuntos svorį*

Siuntos svoris (tonomis)	Taškinių mėginių skaičius
1. ≤ 1	10
2. $> 1 - \leq 3$	20
3. $> 3 - \leq 10$	40
4. $> 10 - \leq 20$	60
5. $> 20 - \leq 50$	100

17.10.4. Produktų siuntos arba siuntų dalys, nurodytos šio teisės akto 17.10 punkte, įvertinamos pagal šio teisės akto 17.9 punkte nurodytus kriterijus.

17.11. Pieno mėginių ėmimo tvarka

17.11.1. Mėginiai imami vadovaujantis Lietuvoje galiojančių standartų nustatyta tvarka. Mažiausiai imami 5 taškiniai mėginiai, jungtinio mėginio svoris – mažiausiai 0,5 kg ar 0,5 litro.

17.11.2. Siunta arba siuntos dalys tinkamos vartoti, jei aflatoksinų koncentracija jungtiniame mėginyje neviršija nustatytų ribinių dydžių, ir netinkamos vartoti, kai nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.12. Pieno produktų mėginių ėmimo tvarka

17.12.1. Mėginiai imami šio teisės akto 17.11.1 punkte nurodyta tvarka. Dehidratuoto konservuoto pieno produktų imama mažiausiai 5 taškiniai mėginiai, kitiems pieno produktams taikomas ekvivalentinis mėginių ėmimo metodas.

17.12.2. Siunta arba siuntos dalys tinkamos vartoti, jei aflatoksinų koncentracija jungtiniame mėginyje neviršija nustatytų ribinių dydžių, ir yra netinkamos, jei nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.13. Kitų išvestinių produktų, pvz., miltų, figų masės, arachisų sviesto, kurių dalelės labai smulkios (aflatoksinais pasiskirstę vienodai), mėginių ėmimo tvarka

17.13.1. Imama 100 taškinių mėginių. Iš siuntų, sveriančių mažiau kaip 50 tonų, turi būti imama nuo 10 iki 100 taškinių mėginių, atsižvelgiant į siuntos svorį (šio teisės akto 3 lentelė), taškinio mėginio svoris turi būti 100 g. Taškinio mėginio, paimto iš siuntos pakuotėse, svoris priklauso nuo pakuotės svorio.

17.13.2. Jungtinis mėginys gerai išmaišomas, jo svoris turi būti 1–10 kg.

17.13.3. Jungtinių mėginių skaičius priklauso nuo siuntos svorio. Didžiosios siuntos skirstomos į siuntos dalis taip, kaip nurodyta šio teisės akto 4 lentelėje. Mėginiai iš kiekvienos siuntos dalies imami atskirai.

17.13.4. Siunta arba siuntos dalys tinkamos vartoti, jei aflatoksinų koncentracija jungtiniame mėginyje neviršija nustatytų ribinių dydžių, ir netinkamos vartoti, jei nustatyti ribiniai dydžiai viršijami.

17.14. Kitų išvestinių produktų, kurių dalelės yra sąlyginai didelės (aflatoksinais pasiskirstę nevienodai), mėginių ėmimo tvarka ir siuntų įvertinimas yra toks pat, kaip žemės ūkio produktų žaliavų (šio teisės akto 17.7 – 17.10 punktai).

17.15. Maisto produktų mažmeninėse pakuotėse mėginiai imami pagal šio teisės akto 17.2 – 17.14 punktuose nurodytas nuostatas. Jei to padaryti neįmanoma, pasirenkama kita mėginių ėmimo tvarka, užtikrinanti tiriamos siuntos tipiskumą.

18. Mėginių ėmimo patulinui nustatyti tvarka

18.1. Mažiausias iš siuntos imtinų taškinių mėginių skaičius nurodytas šio teisės akto 1 lentelėje.

18.2. Skysti produktai, prieš pat imant mėginius, turi būti gerai sumaišomi rankiniu ar mechaniniu būdu. Daroma prielaida, kad siuntoje patulinas pasiskirstė vienodai, ir iš siuntos pakanka paimti tris taškinis mėginius.

18.3. Jungtinio mėginio svoris turi būti ne mažesnis kaip 1 kg. Taškiniai mėginiai turi būti panašaus, ne mažesnio kaip 100 g svorio. Nukrypimas nuo šios procedūros turi būti užregistruotas, kaip nurodyta šio teisės akto 15 punkte.

18.4. Kai siuntą sudaro atskiros pakuotės, jų skaičius, reikalingas jungtiniam mėginiui sudaryti, nurodytas šio teisės akto 2 lentelėje.

18.5. Pakartotiniai mėginiai patulinui nustatyti tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais turi būti imami iš homogenizuoto jungtinio mėginio.

18.6. Laboratorija turi atlikti antrą lygiagretų laboratorinio mėginio tyrimą, jei pirmojo laboratorinio mėginio tyrimo rezultatas ne daugiau kaip 20 proc. mažesnis ar didesnis už ribinį dydį, ir apskaičiuoti laboratorinių tyrimų rezultatų vidurkį.

18.6.1. Siunta tinkama vartoti, jei pirmojo tyrimo rezultatas 20 proc. mažesnis už ribinį dydį arba jei dviejų lygiagrečių tyrimų rezultatų vidurkis neviršija ribinio dydžio, atsižvelgiant į matavimo nepatikimumą ir išgavos paklaidą.

18.6.2. Siunta netinkama vartoti, jeigu tyrimų rezultatų vidurkis su išgavos paklaida, atsižvelgiant į matavimo nepatikimumą, viršija ribinį dydį.

19. Mėginių ėmimo ochratoksinui A nustatyti tvarka

19.1. Mėginių ėmimo procedūra taikoma visiems tiekiamiems į rinką produktams: nepakuotiems maisto produktams arba supakuotiems atskiromis pakuotėmis (maišais, maišeliais, pakuotėmis ir pan.).

19.2. Mėginių ėmimo iš siuntų, pateikiamų atskiromis pakuotėmis (maišais, maišeliais, pakuotėmis ir pan.), dažnumas nepažeidžiant šio teisės akto 19.5 – 19.7 punktų nuostatų, gali būti nustatomas pagal 1 formulę, pateiktą šio teisės akto 17.2 punkte.

19.3. Taškinis mėginys turi būti apie 100 g svorio. Jei siuntas sudaro mažmeninės pakuotės, taškinio mėginio svoris priklauso nuo mažmeninės pakuotės svorio.

19.4. Pakartotiniai mėginiai ochratoksinui A nustatyti tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais turi būti imami iš homogenizuoto mėginio.

19.5. Grūdinių kultūrų bei grūdinių kultūrų produktų (siuntos ≥ 50 tonų) ir džiovintų razinų (siuntos ≥ 15 tonų) mėginių ėmimo tvarka

19.5.1. Kiekviena siunta turi būti dalijama į siuntos dalis, jei siuntos dalis galima fiziškai atskirti, pagal šio teisės akto 4 lentelę. Atsižvelgiant į tai, kad siuntos svoris ne visuomet atitinka siuntos dalių svorių sumą, siuntos dalies svoris gali būti didesnis už nurodytą svorį ne daugiau kaip 20 proc.

19.5.2. Mėginiai imami atskirai iš kiekvienos siuntos dalies.

19.5.3. Imama 100 taškinių mėginių. Jungtinio mėginio svoris – 10 kg.

19.6. Jei metodo, aprašyto šio teisės akto 19.5 punkte, taikyti neįmanoma dėl siuntos apgadavimo (dėl įpakavimo būdų, transporto priemonių ir pan.), galima taikyti kitą mėginių ėmimo metodą, jis turi būti kuo tipiškesnis ir išsamiai aprašytas bei įformintas dokumentuose.

19.7. Grūdinių kultūrų bei grūdinių kultūrų produktų (siuntos < 50 tonų) ir džiovintų vynuogių (siuntos < 15 tonų) mėginių ėmimo nuostatos

19.7.1. Imama 10 – 100 taškinių mėginių. Iš jų gaunamas 1 – 10 kg jungtinis mėginys. Taškinių mėginių skaičius priklauso nuo siuntos svorio ir pateiktas šio teisės akto 3 (džiovintų vynuogių) ir 5 (grūdų) lentelėse.

19.8. Siunta arba siuntos dalys tinkamos vartoti, jei ochratoksino A koncentracija jungtiniame mėginyje neviršija ribinių dydžių, ir yra netinkamos, jei ribiniai dydžiai viršijami.

20. Mėginių dioksinams (PCDD ir PCDF) ir į dioksinus panašiams PCB nustatyti ėmimo tvarka.

20.1. Dioksinams (PCDD ir PCDF) ir į dioksinus panašiams PCB nustatyti reikalingas taškinių mėginių kiekis.

20.1.1. Iš siuntos pakanka paimti tris pieno ar aliejaus taškinis mėginius, darant prielaidą, kad ieškomi teršalai siuntoje pasiskirstę tolygiai.

20.1.2. Vištų kiaušinių mėginio dydis yra bent 12 kiaušinių (nepakuotų siuntų, taip pat siuntų, sudarytų iš atskirų pakuočių, kaip nurodyta šio teisės akto 1 ir 2 lentelėse).

20.1.3. Kitų produktų vienos siuntos mažiausias taškinių mėginių skaičius pateiktas šio teisės akto 1 lentelėje. Jei siuntą sudaro atskiros pakuotės, pakuočių skaičius jungtiniam mėginiui sudaryti pateiktas šio teisės akto 2 lentelėje.

20.1.4. Taškinių mėginių svoris turi būti bent 100 gramų. Visi taškiniai mėginiai turi būti panašaus svorio. Nukrypimas nuo šios procedūros turi būti užregistruotas, kaip nurodyta šio teisės akto 15 punkte.

20.2. Jungtinis mėginys turi būti ne mažesnio kaip 1 kg svorio, išskyrus atvejus, kai mėginį sudaro viena pakuotė.

20.3. Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai dioksinams (PCDD ir PCDF) ir į dioksinus panašiams PCB nustatyti tyrimo, kontrolės ir arbitražo tikslais turi būti imami iš homogenizuoto mėginio. Laboratorinių mėginių dydis turi būti toks, kad būtų galima atlikti bent du tyrimus.

20.4. Laboratorija atlieka antrą lygiagrečių laboratorinio mėginio tyrimą, jei pirmojo tyrimo rezultatas ne daugiau kaip 20 proc. mažesnis ar didesnis už ribinį dydį, nustatytą HN 54, ir apskaičiuoja abiejų tyrimų rezultatų vidurkį.

20.5. Siunta tinkama vartoti, jei pirmojo tyrimo rezultatas 20 proc. mažesnis už ribinį dydį arba jei dviejų lygiagrečių tyrimų rezultatų vidurkis neviršija ribinio dydžio, nustatyto HN 54.

III. LABORATORINIŲ MĖGINIŲ RUOŠIMAS IR TYRIMŲ METODŲ TERŠALŲ KONCENTRACIJOMS NUSTATYTI PARINKIMO KRITERIJAI, ATLIEKANT VALSTYBINĘ MAISTO KONTROLĘ

21. Gauti tipinį ir homogenišką laboratorinį mėginį ir jo neužteršti yra pagrindinis mėginių ėmimo reikalavimas.

22. Nustatant švino koncentraciją vyne, taikomas Techninio reglamento, nustatančio vyno analizės metodus, patvirtinto Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro 2001 m. kovo 29 d. įsakymu Nr. 83 (Žin., 2001, Nr. [59-2136](#)) priedo 35 punkte pateiktas metodus.

23. Laboratorijose taikant tyrimo metodus ir aprašant rezultatus, vienoda reikšmė turi būti vartojamos šio teisės akto 6.13–6.27 punktuose nurodytos sąvokos.

24. Švino, kadmio, gyvsidabrio tyrimai

24.1. Ruošiant mėginius būtina atkreipti dėmesį, kad:

24.1.1. dvigeldžiai moliuskai, vėžiagyviai ir mažos žuvys paprastai valgomi visi, todėl jų vidurius reikia įtraukti į tiriamąją medžiagą;

24.1.2. daržovių tiriama tik valgomoji jų dalis, pagal HN 54 reikalavimus.

24.2. Laboratorijos švino, kadmio ir gyvsidabrio koncentracijoms nustatyti turi taikyti įteisintą metodą, atitinkantį šio teisės akto 6 lentelėje nurodytus kriterijus. Kur įmanoma, įteisinant metodą naudojama tarplaboratoriniuose tyrimuose naudota pamatinė standartinė medžiaga.

6 lentelė. *Švino, kadmio ir gyvsidabrio tyrimams taikytinų metodų kriterijai*

Kriterijus	Vertė ar pastaba
1. Pritaikomumas	HN 54 nurodyti maisto produktai
2. Aptikimo riba	Ne daugiau kaip viena dešimtoji HN 54 nustatyto ribinio dydžio, išskyrus atvejus, kai švino koncentracija yra mažesnė kaip 0,1 mg/kg, šiuo atveju – ne daugiau

	kaip viena penktoji ribinio dydžio.
3. Nustatymo riba	Ne daugiau kaip viena penktoji NH 54 nustatyto ribinio dydžio, išskyrus atvejus, kai švino koncentracija yra mažesnė kaip 0,1 mg/kg, šiuo atveju – ne daugiau kaip dvi penktosios ribinio dydžio.
4. Glaudumas	Mažiau negu 1,5 HORRAT _T ar HORRAT _R vertės, įteisintos tarplaboratoriniuose bandymuose.
5. Išgava	80-120% (kaip nurodyta tarplaboratoriniuose bandymuose).
6. Savitumas	Neveikiamas matricos ar spektrinių trukdžių.

25. 3-MCPD tyrimas. Laboratorijos 3-MCPD koncentracijoms nustatyti turi būti taikomas įteisintas metodas, atitinkantis šio teisės akto 7 lentelėje nurodytus kriterijus. Kur įmanoma, įteisinant metodą naudojama tarplaboratoriniuose tyrimuose naudota pamatinė standartinė medžiaga.

7 lentelė. 3-MCPD tyrimams taikytinų metodų kriterijai

Kriterijus	Rekomenduojama vertė	Koncentracijos
1. Tuščiasis bandymas	Mažiau negu aptikimo riba	-
2. Išgava	75-110 %	Visokios
3. Nustatymo riba	10 (ar mažiau) µg/kg sausos masės	-
4. Standartinis tuščiojo bandymo signalo nuokrypis	Mažiau negu 4 µg/kg	-
5. Vidinis glaudumo apskaičiavimas – standartinis kartotinių matavimų, esant skirtingoms koncentracijoms, nuokrypis	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

26. Aflatoksinų tyrimas

26.1. Ruošiant laboratorinius mėginius reikia vengti dienos šviesos, nes aflatoksinai, veikiami ultravioletinės šviesos, skyla. Kadangi aflatoksinai maisto produktuose būna pasiskirstę labai nevienodai, mėginiai turi būti ruošiami ir homogenizuojami labai atsargiai.

26.2. Laboratorinis mėginys turi būti ruošiamas iš visos laboratorijoje gautos medžiagos.

26.3. Nelukštentų riešutų kevalų ir branduolių santykio apskaičiavimas:

26.3.1. HN 54 nustatyti aflatoksinų ribiniai dydžiai taikomi valgomajai produkto daliai.

26.3.2. Aflatoksino koncentracija valgomojoje produkto dalyje gali būti nustatoma taip:

26.3.2.1. aflatoksino koncentracija nustatoma tiesiogiai valgomojoje dalyje (branduoliuose),

26.3.2.2. ruošiant mėginį homogenizuojami riešutai su kevalais. Turi būti žinomas riešutų branduolių svoris jungtiniame mėginyje. Tam tikslui nustatomas nelukštentų riešutų kevalų ir branduolių santykio koeficientas. Iš siuntos arba iš kiekvieno jungtinio mėginio atidedami apie 100 nelukštentų riešutų. Santykis kiekviename laboratoriniame mėginyje gali būti nustatomas pasvėrus nelukštentus riešutus ir atskirai – kevalus bei branduolius. Laboratorijoje iš tam tikro mėginių skaičiaus galima nustatyti kevalų ir branduolių svorio santykį ir ateityje jį taikyti atliekant tyrimus. Jei nustatoma, kad konkretus laboratorinis mėginys neatitinka nustatyto santykio, santykis tam mėginiui turi būti nustatomas naudojant atidėtus 100 riešutų.

26.4. Kiekvienas laboratorinis mėginys turi būti sumalamas ir išmaišomas taip, kad mėginys būtų visiškai homogenizuojamas.

26.5. Kai nenurodyti konkretūs aflatoksinų koncentracijų maisto produktuose nustatymo metodai, laboratorija gali pasirinkti bet kurį metodą, atitinkantį šio teisės akto 8 lentelėje pateiktus kriterijus.

8 lentelė. Aflatoksinų tyrimams taikytinų metodų kriterijai

Kriterijus	Koncentracijos ribos	Rekomenduojama vertė	Didžiausia ribinė vertė
1. Tuščiasis	Įvairios koncentracijos	Nedidelė	

bandymas			
2. Išgava – aflatoksinas M1	0,01–0,05 µg/kg	60–120%	
	> 0,05 µg/kg	70–110%	
3. Išgava – aflatoksinai B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 µg/kg	50–120%	
	1–10 µg/kg	70–110%	
	> 10 µg/kg	80–110%	
3. Glaudumas SSN _R	Įvairios koncentracijos	Apskaičiuota pagal Horwitz lygtį	2 × vertės, apskaičiuotos pagal Horwitz lygtį

26.5.1. Glaudumas SSN_r apskaičiuotas 0,66 padauginus iš reikiamos koncentracijos SSN_R glaudumo;

26.5.2. vertės taikomos ir aflatoksinų B₁, ir B₁+B₂+G₁+G₂ sumai;

26.5.3. jei reikia nurodyti atskirų aflatoksinų (B₁, B₂, G₁, G₂) sumą, kiekvieno iš jų atsakas tyrimo sistemai turi būti žinomas ar ekvivalentiškas;

26.5.4. aptikimo ribos taikomiems metodams nenurodytos, nes yra nurodytos reikiamų koncentracijų glaudumo vertės;

26.5.5. glaudumo vertės apskaičiuojamos pagal Horwitz lygtį:

$$SSN_R = 2^{(1-0,5 \log DCh)} \quad (2)$$

čia:

SSN_R yra santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis $(S_R / x) \times 100$;

C – koncentracijos santykis (t. y. 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

26.5.6. Ši apibendrinta glaudumo apskaičiavimo lygtis priklauso tik nuo koncentracijos ir nepriklauso nuo analitės ir matricos.

27. Patulino ir ochratoksino A tyrimai

27.1. Patulinas ir ochratoksinas A maisto produktuose būna pasiskirstę nevienodai, todėl mėginiai turi būti ruošiami ir homogenizuojami labai atsargiai.

27.2. Laboratoriniai mėginiai turi būti ruošiami iš visos laboratorijoje gautos medžiagos.

27.3. Kiekvienas laboratorinis mėginys turi būti sumalamas ir išmaišomas taip, kad mėginys būtų visiškai homogenizuojamas.

27.4. Kai nenurodyti konkretūs patulino ar ochratoksino A koncentracijų maisto produktuose nustatymo metodai, laboratorija gali pasirinkti bet kuriuos metodus, atitinkančius šio teisės akto 9-10 lentelėse pateiktus kriterijus.

9 lentelė. Patulino tyrimams taikytinų metodų kriterijai

Koncentracija, µg/kg	Patulinas		
	SSN _r , %	SSN _R , %	Išgava, %
1. < 20	≤ 30	≤ 40	50–120
2. 20–50	≤ 20	≤ 30	70–150
3. > 50	≤ 15	≤ 25	75–105

10 lentelė. Ochratoksino A tyrimams taikytinų metodų kriterijai

Koncentracija µg/kg	Ochratoksinas A		
	SSN _r , %	SSN _R , %	Išgava, %
1. < 1	≤ 40	≤ 60	50 – 120
2. 1 – 10	≤ 20	≤ 30	70 – 110

27.4.1. Patulinui ar ochratoksinui A nustatyti taikomiems metodams yra nurodytos reikiamų koncentracijų glaudumo vertės, todėl aptikimo ribos nenurodomos.

27.4.2. Glaudumo vertės apskaičiuojamos pagal Horwitz lygtį (2), pateiktą 26.5.5 punkte.

27.4.3. Ši apibendrinta glaudumo apskaičiavimo lygtis (2) priklauso tik nuo koncentracijos ir nepriklauso nuo tiriamo teršalo ir matricos.

28. Dioksinų (PCDD ir PCDF) ir dioksinų tipo PCB tyrimai

28.1. Dioksinų koncentracijų maisto produktuose nustatymas turi būti pagrįstas mėginių apžvalgos metodu, kuriuo atrenkami mėginiai, kuriuose dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracija 30 – 40 % mažesnė ar didesnė už tam tikros koncentracijos vertę. Mėginių apžvalgos metodu atrinktuose mėginiuose dioksinų koncentracija turi būti iširta patvirtinamuoju metodu.

28.2. Kokybės užtikrinimo reikalavimai ruošiant mėginius

28.2.1. Kiekviename mėginių ėmimo ir tyrimo etape būtina imtis atsargumo priemonių, kad būtų išvengta papildomo užteršimo.

28.2.2. Mėginiai turi būti laikomi stiklinėse, aliumininėse, polipropileninėse ar polietileninėse talpyklose. Iš talpyklų turi būti pašalinti popieriaus dulkių pėdsakai. Tirpikliai, kuriais plaunami stikliniai indai, prieš naudojant turi būti patikrinti, ar juose nėra dioksinų.

28.2.3. Mėginius būtina gabenti taip, kad maisto produktas išliktų vientisas.

28.2.4. Jei reikia, kiekvienas laboratorinis mėginys turi būti sumalamas ir išmaišomas taip, kad mėginys būtų visiškai homogenizuojamas, pvz., praleidžiamas per 1 mm sieta. Jei mėginiuose daug drėgmės, prieš malimą jie turi būti išdžiovinti.

28.2.5. Atliekant tuščiąjį tyrimo bandymą, viskas atliekama pagal tyrimo metodiką, tačiau nededamas mėginys.

28.2.6. Ekstrakcijai naudojamo mėginio svoris turi atitikti metodo jautrio reikalavimus.

28.3. Reikalavimai laboratorijoms, tiriančioms dioksinius ir dioksinų tipo PCB

28.3.1. Pasirinkto metodo tinkamumas turi būti tikrinamas tiriant koncentracijas, pvz., 0,5, 1 ir 2 kartus didesnes nei nustatyta koncentracija, esant nustatytam pakartotinio tyrimo variacijos koeficientui, nurodytam šio teisės akto 28.4 punkte.

28.3.2. Patvirtinamojo metodo nustatymo riba neturi būti didesnė už vieną penktąją nustatytos koncentracijos vertės, kad būtų užtikrintas variacijos koeficiento priimtumas nustatytos koncentracijos intervale.

28.3.3. Laboratorijos vidinėms kokybės kontrolės priemonėms įgyvendinti reguliariai turi būti atliekami tuščiųjų ir analite sodrintų mėginių bandymai arba kontrolinių mėginių (jei įmanoma, sertifikuotos pamatinės medžiagos) tyrimai.

28.3.4. Privaloma nuolat dalyvauti tarplaboratoriniuose tyrimuose nustatant dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentraciją atitinkamų maisto produktų matricose.

28.4. Dioksinų ir dioksinų tipo PCB tyrimo metodų priimtumo reikalavimai

28.4.1. Jautris ir mažos aptikimo ribos. Dioksinų koncentracijos turi būti aptinkamos pikogramais TEQ (10^{-12} g) dėl ypatingo kai kurių junginių toksiškumo.

28.4.2. Selektyvumas (savitumas). Taikant dujų chromatografijos/masių spektrometrijos (DCH/MS) metodus, turi būti atskiriami giminingi junginiai, pvz., toksiški (pvz., septyniolika į 2,3,7,8-padėtį pakeistų PCDD bei PCDF junginių ir dioksinų tipo PCB) ir kiti giminingi junginiai. Biologiniais tyrimais turi būti pasirinktinai nustatomos TEQ vertės, tokios kaip PCDD, PCDF ir dioksinų tipo PCB junginių suminis kiekis.

28.4.3. Tikslumas (teisingumas ir glaudumas). Didelis tikslumas pasiekiamas, kai matavimo rezultatas ir tikrosios arba priskirtosios matavimo vertės beveik sutampa. Didelis tikslumas yra būtinas siekiant išvengti rezultato atmetimo dėl nepakankamo TEQ vertės patikimumo. Tikslumas yra išreiškiamas kaip teisingumas (vidutinės koncentracijos, gautos iš didelės tyrimų rezultatų serijos, ir pamatinės koncentracijos skirtumas, išreikštas procentais) ir kaip glaudumas (paprastai apskaičiuojamas kaip standartinis nuokrypis, įskaitant pakartojamumą ir atkuriamumą, ir parodantis kelis kartus nurodytomis sąlygomis vykdytų nepriklausomų tyrimų rezultatų artumą).

28.4.4. Atliekant apžvalgą, dioksinais ar dioksinų tipo PCB koncentracijos nustatomos biologiniais tyrimais arba DCH/MS metodais.

28.4.5. Didelės skiriamosios gebos dujų chromatografijos/masių spektrometrijos (HRDCH/HRMS) metodai taikomi patvirtinti dioksinų ir dioksinų tipo PCB koncentracijas

apžvalgos metodu atrinktuose mėginiuose. Suminė TEQ vertė turi atitikti kriterijus, pateiktus šio teisės akto 11 lentelėje.

11 lentelė. *Suminių TEQ verčių atitikimo kriterijai*

Kriterijus	Atrankos metodai	Patvirtinamieji metodai
1. Klaidingų neigiamų rezultatų rodiklis	< 1 %	-
2. Teisingumas	-	Nuo -20 % iki +20 %
3. Variacijos koeficientas	< 30 %	< 15 %

28.5. DCH/MS metodų specifiniai reikalavimai

28.5.1. DCH/MS metodai taikomi atrankai arba patvirtinimui.

28.5.2. DCH/MS tyrimo metodo atitiktis specifiniams reikalavimams patvirtinimas:

28.5.2.1. prieš pat tyrimo pradžią arba tik pradėjus, pvz., prieš ekstrahavimą, turi būti įdedama į 2,3,7,8-padėtį chlorintų PCDD/F vidinių etalonų su žymėtaisiais ^{13}C atomais (ar dioksinų tipo PCB vidinių etalonų su žymėtaisiais ^{13}C atomais, jei reikia nustatyti dioksinų tipo PCB junginius);

28.5.2.2. turi būti įdedama bent vieno giminingo junginio kiekvienai nuo tetra- iki oktachlorintų PCDD/F homologų grupei (ar bent vieno giminingo junginio kiekvienai dioksinų tipo PCB homologų grupei, jei reikia nustatyti dioksinų tipo PCB junginius);

28.5.2.3. vietoje šio teisės akto 28.5.2.2 punkte paminėtų junginių gali būti įdedama bent po vieną giminingą junginį kiekvienai masių spektrometrijoje pasirinkto jono registravimo funkcijai, taikamai kontroliuoti PCDD/F ir dioksinų tipo PCB;

28.5.2.4. jei įmanoma, ypač taikant patvirtinimo metodus, turi būti naudojami visi 17 į 2,3,7,8-padėtį pakeisti PCDD/F vidiniai etalonai su žymėtaisiais ^{13}C atomais ar visi 12 dioksinų tipo PCB vidiniai etalonai su žymėtaisiais ^{13}C atomais (jei reikia nustatyti dioksinų tipo PCB junginius);

28.5.2.5. naudojant kalibravimo tirpalus, turi būti nustatyti ir giminingų junginių, kurių analogo su žymėtaisiais ^{13}C atomais nededama, santykiniai atsako koeficientai.

28.5.3. Jei tiriami augaliniai ir gyvūniniai maisto produktai turi mažiau kaip 10 proc. riebalų, vidinius etalonus būtina įdėti prieš ekstrahavimą.

28.5.4. Jei tiriami gyvūniniai produktai turi daugiau kaip 10 proc. riebalų, vidiniai etalonai turi būti įdėti prieš arba po riebalų ekstrahavimo. Ekstrahavimo efektyvumas turi būti patvirtintas pagal vidinio etalono įdėjimo stadiją ir pagal produkto ar riebalų kiekį, kuriame registruojami rezultatai.

28.5.5. Prieš DCH/MS tyrimą turi būti pridedama 1 arba 2 išgavos etalonas (-ai).

28.5.6. Išgavos kontrolė. Taikant patvirtinamuosius metodus, atskirų vidinių etalonų išgavos laipsnis turi būti 60 – 120 proc. Didesnės arba mažesnės atskirų giminingų junginių, ypač kai kurių hepta- ir oktachlorintų dibenzodioksinų ir dibenzofuranų, išgavos vertės yra priimtinos, jei jie sudaro ne daugiau kaip 10 proc. suminės TEQ vertės (gautos tik PCDD/F). Atrankos metodų išgavos laipsnis turi būti 30–40 proc.

28.5.7. Dioksinai nuo trukdančių chlorintų junginių (PCB ir chlorintų difenileterių) turi būti atskiriami taikant tinkamus chromatografijos metodus. Tinkamiausios yra florisilo, aliuminio oksido ir/ar aktyvintų anglių kolonėlės.

28.5.8. Taikant dujų chromatografiją turi būti pakankamas izomerų atskyrimas (< 25 proc. tarp 1,2,3,4,7,8-HxCDF ir 1,2,3,6,7,8-HxCDF smailių).

28.5.9. Maisto produktų, kurių užteršimas dioksinais yra maždaug 1 pg PSO-TEQ/g riebalų ir maisto produktams su mažu riebalų kiekiu, kurių užteršimas yra apie 1 pg PSO-TEQ/g produkto, viršutinės ir apatinės ribos koncentracijų skirtumas neturi viršyti 20 proc. (atsižvelgiant tik į PCDD/PCDF). Jei užteršimas mažesnis, pvz., 0,50 pg PSO-TEQ/g produkto, viršutinės ir apatinės ribinės koncentracijos skirtumas gali būti 25–40 proc.

28.6. Apžvalgos tyrimo metodai

28.6.1. Apžvalgos tyrimas atliekamas dviem skirtingais būdais: atliekant tik apžvalgą arba apžvalgą ir kiekybinį įvertinimą.

28.6.2. Atliekant apžvalgą mėginių atsakas lyginamas su tiriamą koncentraciją atitinkančio pamatinio mėginio atsaku. Mėginiai, kurių atsakas mažesnis už pamatinio mėginio, pripažįstami neigiamais, mėginiai, kurių atsakas didesnis, pripažįstami teigiamais.

28.6.3. Reikalavimai apžvalgai

28.6.3.1. Į kiekvieno bandymo seriją turi būti įtraukiamas tuščiasis ir pamatinis (-iai) mėginiai, kurie ekstrahuojami ir tiriami tuo pat metu ir tomis pačiomis sąlygomis. Pamatinio mėginio atsakas turi būti žymiai didesnis už tuščiojo mėginio atsaką.

28.6.3.2. Įrodant bandymo tinkamumą tiriamos koncentracijos apibrėžtame intervale, į kiekvieną bandymo seriją turi būti įtraukiami papildomi pamatiniai mėginiai, kurių koncentracija 0,5 ir 2 kartus didesnė nei tiriamoji koncentracija.

28.6.3.3. Bandant kitas matricas, turi būti įrodytas pamatinio (-ų) mėginio (-ių) tinkamumas. Visų pirmą įtraukiami tie mėginiai, kurių TEQ koncentracija, nustačius HRDCH/HRMS tyrimais, yra artima pamatinio mėginio koncentracijai arba iki pamatinio mėginio koncentracijos sodrinto tuščiojo mėginio koncentracijai.

28.6.3.4. Biologiniuose tyrimuose labai svarbūs pakartojamumo bandymai, kuriais nustatomas bandymų serijos standartinis nuokrypis. Variacijos koeficientas turi būti mažesnis kaip 30 proc. Biologiniuose tyrimuose neturi būti naudojami vidiniai etalonai.

28.6.3.5. Biologiniuose tyrimuose turi būti apibrėžti tiksliniai junginiai, galimi trukdžiai bei tuščiojo mėginio leistinų didžiausių koncentracijų ribos.

28.6.4. Taikant kiekybinį metodą turi būti atliekama etaloninio praskiedimo serija, dvigubas arba trigubas valymas ir matavimas bei tuštieji ir išgavos kontroliniai bandymai.

28.6.4.1. Rezultatas turi būti išreikštas TEQ, manant, kad junginiai, kurių signalai registruojami, atitinka TEQ principą. Naudojant TCDD (arba dioksino/furanų etaloninį mišinį) gaunama kalibracinė kreivė, pagal kurią apskaičiuojama TEQ koncentracija ekstrakto, taigi ir mėginyje. Tada nustatoma šios koncentracijos pataisa, atsižvelgiant į TEQ koncentraciją tuščiajame mėginyje (įvertinant priemaišas esančias naudotuose tirpikliuose ir cheminėse medžiagose), ir į išgavą (apskaičiuojama kokybės kontrolės mėginyje artimame tiriamai koncentracijai pagal TEQ koncentraciją). Svarbu pažymėti, kad dalies tikrosios išgavos netenkama iš dalies dėl matricos poveikio ar dėl biologiniuose tyrimuose nustatomų TEF verčių ir PSO nustatytų TEF verčių skirtumo.

28.6.5. Reikalavimai apžvalgos tyrimo metodams

28.6.5.1. Apžvalgai taikomi DCH/MS tyrimo metodai ir biologiniai tyrimai. Reikalavimai DCH/MS metodams pateikti šio teisės akto 28.5 punkte, ląstelių biologiniams tyrimams – 28.6.6 punkte, biologiniuose tyrimuose naudojant rinkinius – 28.6.7 punkte.

28.6.5.2. Klaidingai teigiamų ir klaidingai neigiamų rezultatų kiekiai, nustatyti dideliame kiekyje mėginių, kurių koncentracijos yra mažesnės ar didesnės už ribinį dydį, turi būti lyginamos su TEQ koncentracija, nustatyta patvirtinamuoju tyrimo metodu. Klaidingai neigiamų mėginių turi būti mažiau nei 1 proc. Klaidingai teigiamų mėginių dalis turi būti gana maža, kad apžvalga pasiteisintų.

28.6.5.3. Teigiami rezultatai turi būti patvirtinami patvirtinamuoju HRDCH/HRMS tyrimo metodu. Platus TEQ intervalo mėginiai turi būti patvirtinami HRDCH/HRMS (maždaug 2–10 proc. neigiamų mėginių). Turi būti pateikiama informacija apie biologinio tyrimo ir HRDCH/HRMS rezultatų atitikimą.

28.6.6. Specifiniai reikalavimai ląstelių biologiniams tyrimams

28.6.6.1. Atliekant biologinį tyrimą, kiekvienam bandymui reikalinga serija pamatinio TCDD arba dioksino/furano mišinio koncentracijų (koncentracijos ir atsako kreivė, kai $R^2 > 0,95$). Apžvalgos metodu tiriant mažos koncentracijos mėginius, galima naudoti ištestą mažų koncentracijų verčių kreivės dalį.

28.6.6.2. Vienodu laiko periodu biologinio tyrimo rezultatus kokybės kontrolės lentelėje nustatyti turi būti naudojama TCDD pamatinė koncentracija (apie 3 kartus didesnė už nustatymo

riba). Pasirinktinai gali būti naudojamas santykinis pamatinio mėginio atsakas lyginant su TCDD kalibracine kreive, nes ląstelių atsakas priklauso nuo daugelio veiksnių.

28.6.6.3. Užtikrinant atsako atitiktį nustatytoms rekomendacijoms, turi būti brėžiami ir tikrinami kiekvieno pamatinės medžiagos tipo kokybės kontrolės (KK) grafikai.

28.6.6.4. Praskiesto mėginio indukcija turi būti atsako kreivės tiesiojoje dalyje, ypač darant kiekybinius apskaičiavimus. Mėginių, kurių indukcija aukščiau atsako kreivės tiesiosios dalies, turi būti praskiesti, o bandymas pakartotas. Vienu metu turi būti tiriami trys ar daugiau praskiesti tirpalai.

28.6.6.5. Kiekvieno mėginio to paties praskiedimo tris kartus kartojamo nustatymo standartinis nuokrypis neturi būti didesnis kaip 15 proc. ir ne didesnis kaip 30 proc. darant tris nepriklausomus bandymus.

28.6.6.6. Aptikimo riba turi būti nustatoma kaip:

28.6.6.6.1. trigubas tirpiklio tuščiojo mėginio standartinis nuokrypis arba

28.6.6.6.2. koncentracija, atitinkanti foninį atsaką, arba

28.6.6.6.3. koncentracija, atitinkanti atsaką, didesnę už foninį atsaką, apskaičiuotą pagal tos dienos kalibracinę kreivę (indukcijos faktorius penkis kartus didesnis už tirpiklio tuščiojo mėginio indukcinį faktorių).

28.6.6.7. Nustatymo riba turi būti nustatoma kaip:

28.6.6.7.1. vertė, penkis šešis kartus didesnė už tirpiklio tuščiojo mėginio standartinį nuokrypį, arba

28.6.6.7.2. koncentracija, atitinkanti foninį atsaką, arba

28.6.6.7.3. koncentracija, atitinkanti atsaką, didesnę už foninį atsaką, apskaičiuotą pagal tos dienos kalibracinę kreivę (indukcijos faktorius dešimt kartų didesnis už tirpiklio tuščiojo mėginio indukcinį faktorių).

28.6.7. Specifiniai reikalavimai biologiniams tyrimams naudojant rinkinius

28.6.7.1. Turi būti laikomasi gamintojo nurodytų mėginių ruošimo ir tyrimo instrukcijų.

28.6.7.2. Bandymų rinkiniai neturi būti naudojami, pasibaigus jų tinkamumo vartoti trukmei.

28.6.7.3. Medžiagos ar komponentai, skirti naudoti su kitais rinkiniais, neturi būti naudojami.

28.6.7.4. Bandymų rinkiniai turi būti saugomi temperatūroje, atitinkančioje nurodytą saugojimo temperatūros intervalą, ir naudojami nurodytoje temperatūroje.

28.6.7.5. Imunologinių bandymų aptikimo riba nustatoma kaip trigubas standartinis nuokrypis, nustatytas atliekant 10 tuščiųjų mėginių serijos tyrimą, padalytas iš regresijos lygties tiesės krypties koeficiento vertės.

28.6.7.7. Laboratorija turi naudoti pamatinius etalonus, kad būtų patikrinta, ar atsakas į etaloną yra priimtino intervalo.

28.6.7.8. Dar nėra duomenų apie galimybę komerciškai įsigyti pakankamo jautrio ir patikimumo rinkinius apžvalgai skirtiems biologiniams tyrimams, nustatantiems reikiamos dioksinų koncentracijos maisto produktų mėginius.

28.7. Maisto produktų mėginiuose yra nustatomi įvairūs dioksinų junginių kompleksai, todėl rizikos įvertinimo palengvinimui yra nustatyti toksiškumo ekvivalentiškumo faktoriai (TEF). TEF vertės nustatytos norint į 2,3,7,8-padėtį pakeistų PCDD bei PCDF ir dioksinų tipo aktyvumą, turinčių kai kurių ne į orto-padėtį ir į orto-padėtį monochlorintų PCB mišinių koncentraciją, išreikšti 2,3,7,8-TCDD toksiškumo ekvivalentais (TEQ).

28.7.1. Dioksinų (PCDD ir PCDF) ir į dioksinus panašių PCB rizikos žmonėms įvertinimo TEF verčių lentelė pateikta šio teisės akto priede.

28.7.2. Atskirų cheminių medžiagų koncentracija konkrečiame mėginyje dauginama iš atitinkamo TEF, šios sandaugos sudedamos į dioksinų tipo junginių koncentracijų sumą, išreiškiamą kaip TEQ.

28.7.2.1. Kiekvieno kiekybiškai neįvertinto giminingo junginio indėlis į TEQ yra prilyginamas jo nustatymo ribai pagal „viršutinės ribos“ koncepciją.

28.7.2.2. Kiekvieno kiekybiškai neįvertinto giminingo junginio indėlis į TEQ prilyginamas nuliui pagal „apatinės ribos“ koncepciją.

28.7.2.3. Kiekvieno kiekybiškai neįvertinto giminingo junginio indėlis į TEQ prilyginamas pusei nustatymo ribos pagal „vidurinės ribos“ koncepciją.

IV. TYRIMO TEISINGUMO NUSTATYMAS

29. Tyrimo teisingumas nustatomas tyrimo metu naudojant pamatinę standartinę medžiagą.

30. Atsakyme tyrimo rezultatai pateikiami su pataisa dėl išgavos arba be jos, taip pat nurodomas rezultatų pateikimo būdas ir išgavos vertė.

31. Patulino tyrimo rezultatas su išgavos pataisa naudojamas atitikčiai tikrinti (šio teisės akto 18.6 punktas).

31.1. Tyrimo rezultatas pateikiamas $x \pm U$, čia: x yra tyrimo rezultatas, o U – matavimo neapibrėžtis.

32. Siekiant dioksinų ir į dioksinus panašių PCB tyrimų rezultatų ataskaitoje nurodyti kuo daugiau informacijos ir tuo būdu leisti interpretuoti rezultatus pagal specifinius reikalavimus kiek leidžia taikyta tyrimo metodika, turi būti nurodoma:

32.1. atskirų PCDD/F ir PCB giminingų junginių koncentracija, kuri pateikiama kaip apatinė, viršutinė ir vidurinė riba;

32.2. mėginio lipidų kiekis bei jų ekstrahavimo metodas;

32.3. atskirų vidinių etalonų išgavų duomenys tais atvejais, kai išgavos vertės yra už šio teisės akto 29.5.6 punkte nurodyto intervalo ribų, jei viršijama didžiausia išgavos vertė ir visais kitais atvejais, jei prašoma.

33. Rezultatai išreiškiami vienetais, nustatytais HN 54.

Mėginių ėmimo teršalų koncentracijoms
maisto produktuose nustatyti metodų
priedas

PASAULIO SVEIKATOS ORGANIZACIJOS RIZIKOS ŽMONĖMS ĮVERTINIMO TEF VERTĖS

	Junginys	TEF vertė
1.	Dibenzo- <i>p</i> -dioksinai (PCDD)	
1.1.	2,3,7,8-TCDD	1
1.2.	1,2,3,7,8-PeCDD	1
1.3.	1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1
1.4.	1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1
1.5.	1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1
1.6.	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01
1.7.	OCDD	0,0001
2.	Dibenzofuranai (PCDF)	
2.1.	2,3,7,8-TCDF	0,1
2.2.	1,2,3,7,8-PeCDF	0,05
2.3.	2,3,4,7,8-PeCDF	0,5
2.4.	1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1
2.5.	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1
2.6.	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1
2.7.	2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1
2.8.	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01
2.9.	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
2.10.	OCDF	0,0001
3.	„Dioksinų tipo“ PCB: ne orto-PCB + mono-orto-PCB	
3.1.	Ne orto-PCB	
3.1.1.	PCB 77	0,0001
3.1.2.	PCB 81	0,0001
3.1.3.	PCB 126	0,1
3.1.4.	PCB 169	0,01
3.2.	Mono-orto-PCB	
3.2.1.	PCB 105	0,0001
3.2.2.	PCB 114	0,0005
3.2.3.	PCB 118	0,0001
3.2.4.	PCB 123	0,0001
3.2.5.	PCB 156	0,0005
3.2.6.	PCB 157	0,0005
3.2.7.	PCB 167	0,00001
3.2.8.	PCB 189	0,0001

Vartojamos santrumpos: T = tetra, Pe = penta, Hx = hekso, Hp = hepta, O = okta, CDD = chlordinbenzodioksinas, CDF = chlordinbenzofuranas, CB = chlorbifenilas.