

6. Requisiti specifici applicabili ai metodi GC/MS a fini di screening o di conferma

- Quale primo passo dell'analisi per convalidarne la procedura, da effettuare, ad esempio, prima dell'estrazione, occorre aggiungere standard interni di PCDD/F clorosostituiti alle posizioni 2,3,7,8 e marcati con ^{13}C (e standard interni di PCB diossina-simile marcati con ^{13}C , se si devono determinare PCB diossina-simili). Va aggiunto almeno un congenere per ciascun gruppo omologo di PCDD/F da tetra a octaclorati (e almeno un congenere per ciascun gruppo omologo di PCB diossina-simile, se si devono determinare PCB diossina-simili) (in alternativa, è possibile aggiungere almeno un congenere per ciascuna funzione di registrazione di ioni selezionati tramite spettrografia di massa utilizzata per il controllo di PCDD/F e PCB diossina-simile). Si consiglia vivamente, soprattutto per i metodi di conferma, di utilizzare l'insieme dei diciassette standard interni di PCDD/F clorosostituiti alle posizioni 2,3,7,8 marcati con ^{13}C , nonché la totalità dei dodici standard interni di PCB diossina-simile marcati con ^{13}C (nel caso si debbano determinare PCB diossina-simili).

Vanno inoltre determinati i fattori di risposta relativa per quei congeneri ai quali non è stato aggiunto alcun analogo marcato con ^{13}C , utilizzando soluzioni di taratura adeguate.

- Per i mangimi d'origine vegetale e per i mangimi d'origine animale con un contenuto di grasso inferiore al 10 %, l'aggiunta di standard interni prima dell'estrazione è obbligatoria. Per i mangimi d'origine animale con un contenuto di grasso superiore al 10 %, gli standard interni possono essere aggiunti o prima dell'estrazione o dopo l'estrazione del grasso. Occorre convalidare adeguatamente l'efficacia dell'estrazione, a seconda della fase in cui sono stati introdotti gli standard interni e del modo in cui i risultati sono riportati sulla base di un prodotto o del grasso.

- Prima dell'analisi GC/MS, occorre aggiungere 1 o 2 standard di recupero (surrogato).

- È necessario effettuare il controllo del recupero. Per i metodi di conferma, i recuperi dei singoli standard interni devono essere compresi tra il 60 % e il 120 %. Recuperi inferiori o superiori per singoli congeneri, in particolare alcune dibenzodiossine e alcuni dibenzofurani epta e octaclorati, sono accettabili, purché il loro contributo al valore TE non superi il 10 % del valore totale TE (tenendo conto unicamente di PCDD/F). Per quanto concerne i metodi di screening, i recuperi devono essere compresi tra il 30 % e il 140 %.

- È opportuno separare le diossine dai composti clorurati interferenti, quali i PCB e gli eteri clorurati di difenile, ricorrendo ad adeguate tecniche cromatografiche (di preferenza tramite una colonna di florisil, d'allumina e/o di carbone).

- La separazione gascromatografica degli isomeri deve essere adeguata (overlapping < 25 % tra 1,2,3,4,7,8-HxCDD e 1,2,3,6,7 8-HxCDD).