საქართველოს მთავრობის

დადგენილება №499

2016 წლის 8 ნოემბერი

ქ. თბილისი

ტექნიკური რეგლამენტის – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების გამოკვლევისათვის ანალიზის მეთოდების განხორციელებისა და შედეგების ინტერპრეტაციის წესის დამტკიცების შესახებ

მუხლი 1

პროდუქტის უსაფრთხოებისა და თავისუფალი მიმოქცევის კოდექსის 56-ე მუხლის პირველი ნაწილის, 58-ე მუხლის მე-2 ნაწილისა და სურსათის/ცხოველის საკვების უვნებლობის, ვეტერინარიისა და მცენარეთა დაცვის კოდექსის 75-ე მუხლის მე-2 ნაწილის საფუძველზე, დამტკიცდეს თანდართული ტექნიკური რეგლამენტი – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების გამოკვლევისათვის ანალიზის მეთოდების განხორციელებისა და შედეგების ინტერპრეტაციის წესი.

მუხლი 2

დადგენილება ამოქმედდეს 2019 წლის 1 იანვრიდან.

პრემიერ-მინისტრი **გიორგი კვირიკაშვილი**

ტექნიკური რეგლამენტი – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების გამოკვლევისათვის ანალიზის მეთოდების განხორციელებისა და შედეგების ინტერპრეტაციის წესი

თავი I. ზოგადი დებულებები

მუხლი 1. რეგულირების სფერო

1. ტექნიკური რეგლამენტი – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების გამოკვლევისათვის ანალიზის მეთოდების განხორციელებისა და შედეგების ინტერპრეტაციის წესი (შემდგომში – ტექნიკური რეგლამენტი) ადგენს ტექნიკური რეგლამენტის – „ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების მონიტორინგის წესის დამტკიცების შესახებ“ საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვრის №22 დადგენილებით განსაზღვრულ ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების გამოკვლევისათვის ანალიზის მეთოდების განხორციელების და ლაბორატორიების მიერ ჩატარებული ანალიზების შედეგების ინტერპრეტაციისთვის საერთო კრიტერიუმებს.

2. ეს ტექნიკური რეგლამენტი არ გამოიყენება ნივთიერებებისათვის (სუბსტანციებისათვის), რომელთა მიმართ, საქართველოს კანონმდებლობის თანახმად, განსაზღვრულია კონკრეტული წესები.

მუხლი 2. ტერმინთა განმარტებები

1. ამ ტექნიკური რეგლამენტის მიზნებისთვის გამოიყენება ტერმინები და აბრევიატურები, რომელთაც აქვთ შემდეგი მნიშვნელობა:

ა) ალფა (α) ცდომილება (Alpha (α) error) – ალბათობა იმისა, რომ გამოკვლეული ნიმუში არის შესაბამისი, მიუხედავად იმისა, რომ მიღებულ იქნა შეუსაბამო შედეგი (ცრუ უარყოფითი შედეგი);

ბ) ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალა (CRM -Certified reference material) – მასალა, რომელიც შეიცავს სპეციფიკურ საანალიზო კომპონენტს;

გ) აღდგენა (Recovery) – ნივთიერების ჭეშმარიტი კონცენტრაციის პროცენტული შემცველობა, რომელიც მიიღება ანალიზის დროს. აღნიშნული განისაზღვრება ვალიდაციის პროცესში იმ შემთხვევაში, თუ ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალა (CRM) არ არის ხელმისაწვდომი;

დ) ბეტა (β) ცდომილება (Beta (β) error) – ალბათობა იმისა, რომ გამოკვლეული ნიმუში არის ნამდვილად შეუსაბამო, მიუხედვად იმისა, რომ მიღებულ იქნა შესაბამისი შედეგი (ცრუ დადებითი შედეგი);

ე) გადახრა (Bias) – სხვაობა გამოკვლევის მოსალოდნელ შედეგსა და ჭეშმარიტ (ეტალონურ) მნიშვნელობას შორის (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols);

ვ) გამდიდრებული მასალის ნიმუში (სინჯი) (Fortified sample material) – განსასაზღვრი საანალიზო კომპონენტის ცნობილი რაოდენობით გამდიდრებული ნიმუში (სინჯი);

ზ) გამოვლენის შესაძლებლობა (CCβ – Detection capability) – ნივთიერების უმცირესი რაოდენობა, რომლის გამოვლენა, იდენტიფიცირება და/ან გაზომვა ნიმუშში შესაძლებელია ბეტა (β) ცდომილებით. იმ ნივთიერების შემთხვევაში, რომლისთვისაც არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი, გამოვლენის შესაძლებლობას წარმოადგენს ის უმცირესი კონცენტრაცია, რომლის დროსაც მეთოდით შესაძლებელია რეალურად დაბინძურებული ნიმუშების აღმოჩენა (1-β)-ის ტოლი სტატისტიკური განსაზღვრულობით. ნივთიერებისთვის, რომლისთვისაც დადგენილია დასაშვები ზღვარი, გამოვლენის შესაძლებლობას წარმოადგენს ის კონცენტრაცია, რომლის დროსაც მეთოდით შესაძლებელია დასაშვები ზღვრის კონცენტრაციის დადგენა სტატისტიკური განსაზღვრულობით (1-β);

თ) განმეორებადობა (Repeatability) – სიზუსტე განმეორებადობის პირობებში (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols);

ი) განმეორებადობის პირობები (Repeatability conditions) - პირობები, როდესაც დამოუკიდებელი გამოკვლევის შედეგები მიიღება იდენტური საკვლევი მასალის ანალიზის დროს, ერთისა და იმავე მეთოდის გამოყენებით, რომელიც ტარდება ერთსა და იმავე ლაბორატორიაში, ერთისა და იმავე სპეციალისტის (ოპერატორის) მიერ, ერთისა და იმავე აპარატურის გამოყენებით (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols;);

კ) დაახლოების პირობები (Reproducibility conditions) – პირობები, როდესაც დამოუკიდებელი გამოკვლევის შედეგები მიღება იდენტური საკვლევი მასალის ანალიზისას, ერთისა და იმავე მეთოდის გამოყენებით, რომელიც ტარდება სხვადასხვა ლაბორატორიაში, სხვადასხვა სპციალისტის (ოპერატორის) მიერ, სხვადასხვა აპარატურის გამოყენებით (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols; ISO Guide 43-2: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies);

ლ) დაკალიბრების სტანდარტი (Calibration standard) – ხელსაწყო, რომლის საშუალებითაც ხდება საკვლევი ნივთიერების რაოდენობის გაზომვა ამ მნიშვნელობასა და ეტალონურ მნიშვნელობას შორის კავშირის დადგენის მიზნით;

მ) დამადასტურებელი მეთოდი (Confirmatory method) – მეთოდი, რომელიც იძლევა სრულ ან დამატებით ინფორმაციას, რომლის მეშვეობითაც შესაძლებელი ხდება ნივთიერების ზუსტი იდენტიფიცირება და საჭიროების შემთხვევაში, მისი მნიშვნელობის (სიდიდის) დონის ზუსტი რაოდენობის დადგენა;

ნ) დასაშვები ზღვარი (Permitted limit) – ნივთიერების (სუბსტანციის) საქართველოს კანონმდებლობით განსაზღვრული ნარჩენების მაქსიმალური ზღვარი, მაქსიმალური მნიშვნელობა ან სხვა მაქსიმალური სიდიდე;

ო) ერთობლივი კვლევა (Collaborative study) – ერთისა და იმავე სინჯის ერთისა და იმავე ანალიზის მეთოდით რამდენჯერმე გამოკვლევა, მეთოდის სამუშაო მახასიათებლების (ეფექტურობის) განსაზღვრის მიზნით. კვლევა საშუალებას იძლევა გამოვლენილ იქნეს გაზომვის ცდომილებები და შესაძლო ლაბორატორიული გადახრები;

პ) **ერთეულ(ებ)ი (Units)** – ISO 31 (ISO 31-0: 1992 Quantities and units – Part 0: General principles) და ევროკავშირის 71/354/ EC დირექტივით Directive 71/354/EEC of 18 October 1971 on the approximation of the laws of the Member States relating to units of measurement, OJ L 243, 29.10.1971, p. 29) განსაზღვრული ერთეულები;

ჟ) **ეტალონური მასალა (Reference material)** – ნივთიერება, რომლის ერთი ან რამდენიმე თვისება დადასტურებულ იქნა ვალიდური მეთოდით ისე, რომ ამ მასალის გამოყენება შესაძლებელია ხელსაწყოს დაკალიბრების ან გაზომვის მეთოდის შემოწმების მიზნით;

რ) **ვალიდაცია/დადასტურება (Validation**) – გამოკვლევის და ეფექტური მტკიცებულებების წარდგენით იმის დადასტურება, რომ სრულდება გამოკვლევისათვის საჭირო ყველა მოთხოვნა (ISO 17025: 1999 General requirement for the competence of calibration and testing laboratories;);

ს) **ზღვრული მნიშვნელობა (CCα -Decision limit)** – ზღვარი, რომლის ფარგლებში და ფარგლების ზემოთაც α–ს ცდომილების ალბათობით შეიძლება დადგინდეს, რომ ნიმუში შეუსაბამოა;

ტ) **სპეციფიკურობა (თავისებურება) (Specificity)** – მეთოდის შესაძლებლობა, ანალიზის დროს განასხვაოს საანალიზო კომპონენტი სხვა ნივთიერებისაგან, რომელიც წარმოადგენს გაზომვის მეთოდის ფუნქციას, მაგრამ შესაძლებელია შეიცვლოს ნივთიერების კლასის ან მატრიცის შესაბამისად;

უ) **თანა-ქრომატოგრაფია (კომბინირებული ქრომატოგრაფია) (Co-chromatography)** – პროცედურა, რომლის დროსაც ქრომატოგრაფიის ჩატარებამდე ექსტრაქტი იყოფა ორ ნაწილად. პირველ ნაწილს უტარდება ქრომატოგრაფიული ანალიზი, ხოლო მეორე ნაწილს ემატება სტანდარტული საანალიზო კომპონენტი. შერეულ ნიმუშს ანუ მეორე ნაწილს ასევე უტარდება ქრომატოგრაფიული ანალიზი. დამატებული სტანდარტული საანალიზო კომპონენტის რაოდენობა უნდა იყოს იმდენივე, რამდენიც შეფასების მიხედვით არსებობდა ექსტრაქტში. ეს მეთოდი მიზნად ისახავს საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიკაციას ქრომატოგრაფიული მეთოდების გამოყენებისას, განსაკუთრებით კი იმ შემთხვევაში, როდესაც ვერ ხერხდება შესაბამისი შიდა სტანდარტის გამოყენება;

ფ) **თვისობრივი მეთოდი (Qualitative method) –** ანალიზის მეთოდი, რომელიც ახდენს ნივთიერების იდენტიფიცირებას მისი ქიმიური, ბიოლოგიური ან ფიზიკური თვისებების საფუძველზე;

ქ) **ლაბორატორიათაშორისი გამოკვლევა (შედარება) (Interlaboratory study (comparison))** – ერთისა და იმავე ნიმუშის (ტესტი) ლაბორატორიული გამოკვლევის (შიდა ვალიდაციის) ორგანიზება, განხორციელება და შეფასება ორი ან მეტი ლაბორატორიის მიერ გამოკვლევისათვის წინასწარ განსაზღვრული პირობების შესაბამისად. მიზნების შესაბამისად გამოკვლევა შესაძლოა კლასიფიცირებულ იქნეს, როგორც ერთობლივი გამოკვლევა ან საკვალიფიკაციო გამოკვლევა;

ღ) **ლაბორატორიული გამოკვლევა (შიდა ვალიდაცია) (Single laboratory study (in-house validation) –** ერთი ლაბორატორიის მიერ ჩატარებული ანალიზური გამოკვლევა, რომელიც მოიცავს ერთისა და იგივე ან განსხვავებული საგამოცდო მასალების ერთი მეთოდის გამოყენებით სხვადასხვა პირობებში ჩატარებულ გამოკვლევას დასაბუთებულ გრძელვადიან ინტერვალში;

ყ) **ლაბორატორიული ნიმუში (სინჯი) (Laboratory sample) –** კონტროლის ან გამოკვლევის მიზნით ლაბორატორიაში გასაგზავნად გამზადებული ნიმუში;

შ) **მიახლოებითობა (Ruggedness)** – ექსპერიმენტული პირობების შეცვლისას ანალიზის მეთოდის მგრძნობელობა, რომელიც შესაძლოა გამოიხატოს ნიმუშის მასალების, საანალიზო კომპონენტის, შენახვის და გარემო პირობების და/ან ნიმუშის მომზადების პირობების ნუსხის სახით, რომლის დროსაც შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს მეთოდი, წარმოდგენილი სახით ან მცირედი შესწორებებით. თითოეულ ექსპერიმენტულ პირობებში, რომელიც პრაქტიკაში გამოყენებისას ცვალებადია (მაგ.: რეაქტივების მდგრადობა, ნიმუშის შემადგენლობა, pH, ტემპერატურა), აუცილებელია აღნიშნულ იქნეს ნებისმიერი ცვლილება, რომელმაც შესაძლოა ზეგავლენა მოახდინოს ანალიზის შედეგზე;

ჩ) **მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი (MRPL -Minimum required performance limit)** – ნიმუშში საანალიზო კომპონენტის მინიმალური შემცველობა, რომელიც უნდა იქნეს გამოვლენილი და

დადასტურებული. აღნიშნული განკუთვნილია იმ ნივთიერებების გამოკვლევის მეთოდების ჰარმონიზაციისათვის, რომელთა მიმართაც არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი;

ცა) მნიშვნელობის (სიდიდის) დონე (Level of interest) – ნიმუშში ნივთიერების ან საანალიზო კომპონენტის კონცენტრაცია, რომელიც საკმარისია საქართველოს კანონმდებლობით განსაზღვრულ მოთხოვნებთან შესაბამისობის დასადგენად;

ძ) ნივთიერება (Substance) - კონკრეტული ან განსაზღვრული ქიმიური შემადგენლობის მასალა და მისი მეტაბოლიტები;

წ) ნიმუშის ნულოვანი მნიშვნელობის (სუფთა ნიმუშის) განსაზღვრა (Sample blank determination) - სრული ანალიზი, რომელიც გამოიყენება ნიმუშის იმ ნაწილის გამოკვლევისათვის, რომელშიც არ არის საანალიზო კომპონენტი;

ჭ) რაოდენობრივი მეთოდი (Quantitative method) – ანალიზის მეთოდი, რომელიც განსაზღვრავს ნივთიერების რაოდენობას ან მასურ წილს, იმისათვის, რომ აღნიშნულის გამოსახვა შესაძლებელი იყოს შესაბამისი ერთეულის რიცხვითი მნიშვნელობით;

ხ) საანალიზო კომპონენტი (Analyte) – ის ნივთიერება, რომლის აღმოჩენა, იდენტიფიცირება და ოდენობის განსაზღვრაც უნდა მოხდეს, ასევე აღნიშნული ნივთიერების ანალიზის დროს მიღებული დერივატი;

ჯ) საკვლევი (სატესტო) ნაწილი (Test portion) – ლაბორატორიული გამოკვლევისათვის (შიდა ვალიდაციისათვის) განკუთვნილი, საგამოცდო ნიმუშიდან აღებული მასალის გარკვეული რაოდენობა;

ჰ) საკვლევი (საგამოცდო, საანალიზო) სინჯი (Test sample) - სინჯი, რომელიც მიიღება ლაბორატორიული გამოკვლევისათვის (შიდა ვალიდაციისათვის) განკუთვნილი ნიმუშისგან (სინჯისაგან);

ჰ[1]) საკვალიფიკაციო გამოკვლევა (Proficiency study) – ერთისა და იმავე ნიმუშ(ებ)ის ანალიზი, რაც ლაბორატორიებს მეთოდების შერჩევის საშუალებას აძლევს იმ პირობით, რომ აღნიშნული მეთოდები გამოიყენება განსაზღვრულ პირობებში. გამოკვლევა უნდა განხორციელდეს ISO 43-1 და 43-2 (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols; ISO Guide 43-2: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies;)-ის შესაბამისად და შესაძლოა გამოყენებულ იქნეს მეთოდების იდენტურობის (მსგავსობის) შეფასებისათვის;

ჰ[2]) სამუშაო მახასიათებლები (Performance characteristic) – ფუნქციონალური თვისება, რომელიც შესაძლოა განკუთვნილი იყოს ანალიზის მეთოდისთვის (აღნიშნული შესაძლოა წარმოადგენდეს სპეციფიკურობას (თავისებურებას), სისწორეს, სანდოობას, სიზუსტეს, განმეორებადობას, შედეგების დაახლოებას, აღდგენას, გამოვლენის შესაძლებლობას და მიახლოებითობას);

ჰ[3]) სამუშაო კრიტერიუმი (Performance criteria) – სამუშაო მახასიათებლების მოთხოვნები, რომელთა მიხედვითაც შესაძლებელია დადგინდეს ანალიზის მეთოდის გამოყენების შესაბამისობა დასახულ მიზანთან და რომელიც იძლევა სანდო შედეგს;

ჰ[4]) სანდოობა (სარწმუნოობა) (Trueness) – ფართო მასშტაბის ლაბორატორიული გამოკვლევის (შიდა ვალიდაციის) შედეგად მიღებული შედეგებისა და ეტალონური მნიშვნელობის შესაბამისობა. სანდოობა ჩვეულებრივ გამოიხატება, როგორც სტანდარტული გადახრა (2);

ჰ[5]) სიზუსტე (Precision) – წინასწარ განსაზღვრული პირობებით დამოუკიდებელი გამოკვლევებით მიღებული შედეგების შესაბამისობა. სიზუსტის ზომა, როგორც წესი, გამოიხატება გამოკვლევის შედეგის სტანდარტული გადახრით, ნაკლები სიზუსტე გამოითვლება უდიდესი სტანდარტული გადახრის საშუალებით (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control — Vol. 1 vocabulary and symbols);

ჰ[6]) სისწორე (Accuracy) – გამოცდის შედეგისა და ეტალონური მნიშვნელობის თანხვედრა, რომელიც

დგინდება ნამდვილობისა და სიზუსტის განსაზღვრით;

3[7]) სკრინინგის მეთოდი (Screening method) – მეთოდი, რომელიც გამოიყენება ნივთიერების ან ნივთიერებათა კლასის დადგენისათვის მისი მნიშვნელობის (სიდიდის) დონეზე. მისი გამოყენება ხდება დიდი ოდენობის პოტენციურად შეუსაბამო, უარყოფითი ნიმუშების გადარჩევისათვის. აღნიშნული მეთოდი სპეციალურად არის შემუშავებული ცრუ დადებითი შედეგების თავიდან აცილების მიზნით;

3[8]) სტანდარტული ნივთიერების დამატება (Standard addition) – პროცედურა, რომლის დროსაც საგამოცდო ნიმუში იყოფება ორ (ან მეტ) საგამოცდო ნაწილად. ერთ ნაწილს პირდაპირ უტარდება ანალიზი, ხოლო დანარჩენ ნაწილ(ებ)ს ანალიზამდე ემატება საანალიზო კომპონენტის ცნობილი რაოდენობა. დამატებული სტანდარტული საანალიზო კომპონენტის რაოდენობა 2-5-ჯერ უნდა აღემატებოდეს ნიმუშში საკვლევი საანალიზო კომპონენტის რაოდენობას. პროცედურა შემუშავებულია ნიმუშში საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრისათვის, ანალიზის აღდგენის გათვალისწინებით;

3[9]) სტანდარტული საანალიზო კომპონენტი (Standard analyte) – ანალიზის დროს გამოსაყენებელი ცნობილი და განსაზღვრული შემადგენლობისა და სისუფთავის მქონე ეტალონური ნივთიერება;

3[10]) სუფთა რეაქტივის განსაზღვრა (Reagent blank determination) – სრული ანალიზი, რომლის დროსაც არ გამოიყენება ნიმუში ან ნიმუშის ნაცვლად გამოიყენება შესაბამისი გამხსნელის ეკვივალენტური რაოდენობა;

3[11]) შედეგების დაახლოება (Reproducibility) – სიზუსტე შედეგების განმეორებადობის პირობებში (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control – Vol. 1 vocabulary and symbols; ISO Guide 43-2: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies;);

3[12]) შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოება (Within-laboratory reproducibility) – შედეგის სიზუსტის განმეორებადობა, ერთსა და იმავე ლაბორატორიაში, წინასწარ დადგენილ პირობებში (მაგ.: მეთოდი, საკვლევი მასალა, სპეციალისტი, გარემო), დროის ხანგრძლივ ინტერვალში;

3[13]) შიდა სტანდარტი (IS - Internal Standard) – ნივთიერება, რომელსაც არ შეიცავს გამოსაკვლევი ნიმუში, რომლის ფიზიკურ-ქიმიური თვისებები საანალიზო კომპონენტის თვისებების ანალოგიურია და რომელიც კვლევის დროს ემატება ყოველ ნიმუშს და ყოველ დაკალიბრების სტანდარტს;

3[14]) AAS (atomic absorption spectrometry) – ატომურ-ადსორბციული სპექტრომეტრია;

3[15]) AES (atomic emission spectrometry) – ატომურ-ემისიური სპექტრომეტრია;

3[16]) AOAC-I (Association of Official Analytical Chemists INTERNATIONAL) - ანალიტიკოს ქიმიკოსთა საერთაშორისო ასოციაცია;

3[17]) B (bound fraction (immunoassays)) – შეკავშირებული ფრაქცია (იმუნოლოგიური ანალიზი);

3[18]) CI (chemical ionisation) – ქიმიური იონიზაცია;

3[19]) CRM (certified reference material) – ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალა;

3[20]) CV (coefficient of variation)– ვარიაციის კოეფიციენტი;

3[21]) 2D (two dimensional) – ორგანზომილებიანი;

3[22]) DAD (diode array detection) – დიოდური გამოვლენა;

3[23]) DPASV(differential pulse anodic stripping voltametry) – დიფერენცირებული იმპულსით ანოდური

ვოლტმეტრია;

ᲖᲐ[24]) ECD (electron capture detection) – გამოვლენა ელექტრონების დაჭერით(შეკავებით);

ᲖᲐ[25]) EI (electronic impact ionisation) –– იონიზაცია ელექტრონული იმპულსით;

ᲖᲐ[26]) GC (gas chromatography) -აირ-ქრომატოგრაფია;

ᲖᲐ[27]) HPLC (high performance liquid chromatography) – მაღალეფექტური სითხური ქრომატოგრაფია;

ᲖᲐ[28]) HPTLC (high performance thin layer chromatography) – მაღალეფექტური თხელფენოვანი ქრომატოგრაფია;

ᲖᲐ[29]) HRMS (high resolution (mass spectrometry) - მაღალი გარჩევადობა (მასსპექტრომეტრია);

ᲖᲐ[30]) ICP-AES (inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry) - ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმური-ატომურ-ემისიური სპექტრომეტრია;

ᲖᲐ[31]) ICP-MS (inductively coupled plasma-mass spectrometry) – ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმური მასსპექტრომეტრია;

ᲖᲐ[32]) IR (infrared) - ინფრაწითელი;

ᲖᲐ[33]) ISO (International Standard Organisation) – სტანდარტების საერთაშორისო ორგანიზაცია;

ᲖᲐ[34]) LC (liquid chromatography) – სითხური ქრომატოგრაფია;

ᲖᲐ[35]) LR (MS) (low resolution (mass spectrometry) – დაბალი გარჩევადობა (მასსპექტრომეტრია);

ᲖᲐ[36]) MRPL (minimum required performance limit) – მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი;

ᲖᲐ[37]) MS (mass spectrometry) – მასსპექტრომეტრია;

ᲖᲐ[38]) m/z (mass/charge ratio) – მასა/მუხტი, მასის თანაფარდობა მუხტთან;

ᲖᲐ[39]) RF (relative migration to the solvent front (TLC)) – შესაბამისი გადაადგილება გამხსნელის ფრონტისკენ (TLC);

ᲖᲐ[40]) RSDL (relative standard deviations of the laboratory) – ლაბორატორიის საშუალო სტანდარტული გადახრა;

ᲖᲐ[41]) SIM (selected ion monitoring) – იონების სელექტიური დაკვირვება (მონიტორინგი);

ᲖᲐ[42]) TLC (thin layer chromatography) – თხელფენოვანი ქრომატოგრაფია;

ᲖᲐ[43]) UV (ultra violet light) – ულტრაიისფერი სხივი;

ᲖᲐ[44]) VIS (visible light) –– ხილულილი სხივი.

2. ამ ტექნიკური რეგლამენტის მიზნებისათვის ასევე გამოიყენება „ტექნიკური რეგლამენტის – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების მონიტორინგის წესის დამტკიცების შესახებ“ საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვარის №22 დადგენილებით განსაზღვრული ტერმინები.

მუხლი 3. ანალიზის მეთოდები

ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების საქართველოს კანონმდებლობის შესაბამისად აღებული ნიმუშების ლაბორატორიული გამოკვლევისას (შიდა ვალიდაციისას), ანალიზი უნდა განხორციელდეს ისეთი მეთოდ(ებ)ის გამოყენებით, რომლებიც:

ა) დოკუმენტურად დადასტურებულია ISO 78-2 (ISO 78-2: 1999 Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis;) სტანდარტის ანალიზის განხორციელებისათვის ინსტრუქციების შესაბამისად;

ბ) შეესაბამება ამ ტექნიკური რეგლამენტის მე-6-27-ე მუხლებით განსაზღვრულ მოთხოვნებს;

გ) დადასტურებულია ამ ტექნიკური რეგლამენტის 28-ე-34-ე მუხლებით განსაზღვრული პროცედურების შესაბამისად;

დ) აკმაყოფილებს ამ ტექნიკური რეგლამენტის მე-4 მუხლით განსაზღვრულ შესაბამის მინიმალურ აუცილებელ სამუშაო ზღვარს (MRPL).

მუხლი 4. მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი (MRPL)

ანალიზის მეთოდები, რომლებიც გამოიყენება ქლორამფენიკოლის, ნიტროფურანის მეტაბოლიტების, მედროქსიპროჟესტერონის და მალაქიტის მწვანის აღმოჩენის მიზნით, უნდა აკმაყოფილებდეს ამ ტექნიკური რეგლამენტის დანართი №19-ით განსაზღვრულ „მინიმალურ აუცილებელ სამუშაო ზღვარს (MRPL)“.

მუხლი 5. შედეგების ინტერპრეტაცია

1. ანალიზის შედეგები უნდა ჩაითვალოს შეუსაბამოდ, თუ გადაჭარბებულია საანალიზო კომპონენტისათვის დამადასტურებელი მეთოდის ზღვრული მნიშვნელობა.

2. თუ ნივთიერებისათვის დადგენილია დასაშვები ზღვარი, მაშინ ზღვრული მნიშვნელობა წარმოადგენს კონცენტრაციას, რომლის ზემოთაც (1 – α), სტატისტიკური სიზუსტით, შეიძლება ჩაითვალოს, რომ დასაშვები ზღვარი გადაჭარბებულია.

3. თუ ნივთიერებისათვის არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი, მაშინ ზღვრული მნიშვნელობა წარმოადგენს კონცენტრაციის უმცირეს დონეს, რომლის დროსაც (1 – α), სტატისტიკური სიზუსტით, მეთოდით შესაძლებელია საანალიზო კომპონენტის არსებობის გამოვლენა.

4. „ტექნიკური რეგლამენტის - ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების მონიტორინგის წესის დამტკიცების შესახებ“ საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვრის №22 დადგენილებით დამტკიცებული დანართი №1-ის „ა“ ჯგუფით განსაზღვრული ნივთიერებებისათვის α ცდომილება 1%-ია ან 1%-ზე ნაკლებია, ხოლო ყველა სხვა ნივთიერებისათვის - α ცდომილება 5%-ია ან 5% -ზე ნაკლებია.

თავი II. სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები ანალიზის მეთოდებისადმი

მუხლი 6. ზოგადი მოთხოვნები

ანალიზის მეთოდები ან ანალიზის მეთოდების ერთობლიობა, შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს მხოლოდ სკრინინგის ან დამადასტურებელი მიზნისათვის, თუ დადასტურებული იქნება, რომ ისინი აკმაყოფილებენ ამ ტექნიკური რეგლამენტით განსაზღვრულ მოთხოვნებს.

მუხლი 7. ნიმუშის (სინჯი) მომზადება

ნიმუშების (სინჯების) აღება, დამუშავება და გადამუშავება უნდა მოხდეს ისე, რომ მაქსიმალური ალბათობით შესაძლებელ იქნეს ნივთიერების აღმოჩენა. ნიმუშის (სინჯის) მომზადება უნდა გამორიცხავდეს საანალიზო კომპონენტის შემთხვევით დაბინძურების ან დაკარგვის შესაძლებლობას.

მუხლი 8. გამოკვლევების განხორციელება

1. თითოეული პარტიისათვის, ნიმუშების ანალიზის დროს, უნდა განისაზღვროს აღდგენა, თუ გამოიყენება აღდგენის მუდმივი შესწორების კოეფიციენტი. თუ აღდგენა ხდება გარკვეულ ზღვრებში, შეიძლება გამოყენებულ იქნეს მუდმივი შესწორების კოეფიციენტი. სხვა შემთხვევაში გამოყენებულ უნდა იქნეს აღდგენის ფაქტორი, მიღებული განსაზღვრული პარტიისათვის, გარდა იმ შემთხვევისა, თუ ანალიზის დროს გამოიყენება ნიმუშში საანალიზო კომპონენტის სპეციფიკური აღმდგენი ფაქტორი. ამ დროს ნიმუშში საანალიზო კომპონენტის რაოდენობრივი განსაზღვისათვის გამოყენებული უნდა იქნეს სტანდარტის დამატების ან შიდა სტანდარტის დამატების პროცედურა.

2. ექსპერიმენტულ პირობებში ანალიზის ჩატარების მეთოდი საანალიზო კომპონენტის და სხვა ნივთიერებების ერთმანეთისგან განსხვავების შესაძლებლობას უნდა იძლეოდეს. შეფასება აუცილებელად უნდა მოხდეს შესაძლებლობის მიხედვით. გაზომვის აღწერილი მეთოდის გამოყენებისას, გათვალისწინებელი უნდა იქნეს ნივთიერების ნებისმიერი ინტერფერენციის თავიდან აცილების სტრტეგია. მაგ: საკვლევი ნარჩენების ჰომოლოგები, ანალოგები, მეტაბოლიტები. მნიშვნელოვანია ინტერფერენციის შესწავლა, რომელიც შესაძლებელია წარმოიქმნას მატრიცული კომპონენტებიდან.

მუხლი 9. სკრინინგის (შერჩევის, გამოხშირვის, ამორჩევის) მეთოდი

სკრინინგის მიზნებისათვის გამოყენებული უნდა იქნეს მხოლოდ ანალიზის ის მეთოდები, რომლებთან მიმართებაშიც შესაძლებელია დოკუმენტურად იქნეს დასაბუთებული, რომ ისინი დადასტურებულია და აქვთ შეთანხმებული ცდომილების კოეფიციენტი, რომელიც ნაკლებია 5%-ზე (β-ცდომილება). მოსალოდნელი შეუსაბამო შედეგის შემთხვევაში, აღნიშნული შედეგი უნდა დადასტურდეს დამადასტურებელი მეთოდის საშუალებით.

მუხლი 10. ორგანული ნარჩენებისა და დამაბინძურებლების აღმოჩენის დამადასტურებელი მეთოდები

1. ორგანული ნარჩენების ან დამაბინძურებლების აღმოჩენის (დადგენის) დამადასტურებელი მეთოდები უნდა იძლეოდეს საანალიზო კომპონენტის ქიმიური სტრუქტურის ამსახველ ინფორმაციას. შესაბამისად, მხოლოდ ქრომატოგრაფიულ ანალიზზე დაფუძნებული მეთოდების გამოყენება დამოუკიდებლად, სპექტრომეტრული მეთოდის გარეშე, არ შეიძლება ჩაითვალოს დამადასტურებელ მეთოდად. თუ რომელიმე ცალკეული მეთოდი არასაკმარისად სპეციფიკურია, მაშინ სასურველი სპეციფიკურობის (თავისებურების) მიღწევა შესაძლებელია ანალიზური პროცედურებით, რომელიც წარმოადგენს გაწმენდის, ქრომატოგრაფიული დაყოფის და სპექტრომეტრული გამოვლენის მეთოდების ერთობლიობას.

2. ორგანული ნარჩენების ან დამაბინძურებლების იდენტიფიკაციისათვის შესაბამისი დამადასტურებელი მეთოდები ან მეთოდების ერთობლიობის გამოყენება დადგენილია ამ ტექნიკური რეგლამენტის დანართი №1-ით „შესაბამისი დამადასტურებელი მეთოდები ორგანული ნარჩენებისა და დამაბინძურებლებისათვის“ განსაზღვრულ ნივთიერებათა ჯგუფებისათვის.

მუხლი 11. საერთო სამუშაო კრიტერიუმები და მოთხოვნები

1. დამადასტურებელი მეთოდები საშუალებას იძლევა მიღებულ იქნეს ინფორმაცია საანალიზო კომპონენტის ქიმიური შემადგენლობის შესახებ. იმ შემთხვევაში, როდესაც ერთზე მეტი შემადგენელი კომპონენტი იძლევა მსგავს რეაქციას, აღნიშნული მეთოდის გამოყენებით ვერ განხორციელდება ქიმიური შემადგენლების განსხვავება. მხოლოდ ქრომატოგრაფიულ ანალიზზე დაფუძნებული მეთოდები, სპექტრომეტრული გამოვლენის მეთოდების გამოყენების გარეშე, არ არის სათანადო დამადასტურებელი მეთოდის სახით გამოყენებისათვის.

2. მეთოდში, შესაბამისი შიდა სტანდარტის გამოყენების შემთხვევაში, ნიმუშის საკვლევ ნაწილში მისი დამატება უნდა მოხდეს ექსტრაქციის პროცედურების დაწყებამდე. არსებობის შესაბამისად, გამოყენებულ უნდა იქნეს საანალიზო კომპონენტების ფორმები სტაბილური ნიშანდებული იზოტოპებით, რომლებიც განსაკუთრებით შეესაბამებიან მასსპექტრომეტრულ გამოვლენას, ან ისეთი შედგნილობა, რომელიც სტრუქტურულად დაკავშირებულია საანალიზო კომპონენტთან.

3. შესაბამისი შიდა სტანდარტის გამოყენების შეუძლებლობის შემთხვევაში, საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიკაციის დადასტურება უნდა განხორციელდეს თანა-ქრომატოგრაფიით (კომბინირებული ქრომატოგრაფიით). ამ შემთხვევაში მიიღება მხოლოდ ერთი უმაღლესი (მაქსიმალური) პიკი. გაზრდილი პიკის სიმაღლე (ან ფართობი) დამატებული საანალიზო კომპონენტის ეკვივალენტურია. გაზ-ქრომატოგრაფიით (GC) ან სითხის ქრომატოგრაფიით (LC) პიკის სიგანე, პიკის მაქსიმალური სიმაღლის ნახევარზე, მდებარეობას საწყისი სიგანის 90-110% დიაპაზონის ფარგლებში, ხოლო შეკავების დრო ერთნაირია 5%-ის ფარგლებში. თხელფენოვანი ქრომატოგრაფიის (TLC) მეთოდებისათვის მკაფიო ხდება მხოლოდ ლაქა, რომელიც სავარაუდოდ საანალიზო კომპონენტის შესაბამისია. არ ხდება ახალი ლაქის წარმოქმნა და ვიზუალურად გარეგანი სახის ცვლილება.

4. ეტალონური ან გამდიდრებული მასალა, რომელიც შეიცავს საანალიზო კომპონენტის ცნობილ რაოდენობას, დასაშვები ზღვარის ან მასთან ახლოს, ან ზღვრული მნიშვნელობის ფარგლებში (შეუსაბამო საკონტროლო ნიმუში), ასევე შესაბამისი საკონტროლო მასალა და სუფთა რეაქტივები გამოყენებულ უნდა იქნეს ანალიზის მსვლელობის პროცედურების განმავლობაში, საანალიზო ნიმუშების თითოეულ პარტიასთან ერთად.

5. საანალიზო ხელსაწყოში ექსტრაქტების შეყვანა ხდება შემდეგი თანმიმდევრობით: სუფთა რეაქტივი, შესაბამისი საკონტროლო ნიმუში, ნიმუშ(ებ)ი, რომელთა დადასტურება აუცილებელია, ისევ შესაბამისი საკონტროლო ნიმუში და ბოლოს, შეუსაბამო საკონტროლო ნიმუში. ამ თანმიმდევრობის ნებისმიერი ცვლილება უნდა იქნეს დასაბუთებული.

მუხლი 12. დამატებითი სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები ანალიზის რაოდენობრივი მეთოდებისადმი

1. რაოდენობრივი მეთოდების სანდოობისათვის:

ა) ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალის განმეორებითი ანალიზის შემთხვევაში, დაშვებული მნიშვნელობებიდან აღდგენის მასური წილის საშუალო მნიშვნელობის გადახრის ექსპერიმენტულად განსაზღვრული, შესწორებული, რეკომენდებული დიაპაზონი განსაზღვრულია დანართი №2-ის „რაოდენობრივი მეთოდების მინიმალური სანდოობა (სარწმუნოობა)“ შესაბამისად;

ბ) თუ არ არის ხელმისაწვდომი ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალა, დასაშვებია გაზომვის სანდოობა შეფასებულ იქნეს სუფთა მატრიცაზე საანალიზო კომპონენტის ცნობილი რაოდენობის დამატებით;

გ) აღდგენის საშუალო მნიშვნელობის საფუძველზე შესწორებული მონაცემები გამოიყენება მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ ის შეესაბამება დანართი №2-ით განსაზღვრულ დიაპაზონის ფარგლებს.

2. რაოდენობრივი მეთოდების სიზუსტისათვის:

ა) ეტალონური ან გამდიდრებული მასალის განმეორებითი ანალიზის დროს, ლაბორატორიათშორისი გამოკვლევის ვარიაციის კოეფიციენტი (CV), დაახლოების პირობებში არ უნდა აღემატებოდეს ჰორვიტცის (Horwitz) განტოლებით გამოთვლილ დონეს: $CV = 2^{(1 - 0,5 \log c)}$. სადაც, C - მასური წილია, რომელიც გამოსახულია ხარისხის მაჩვენებლით და ტოლია 10-ის (მაგ. 1მგ/გ = 10^{-3}). მაგალითები წარმოდგენილია დანართ N3-ში „რაოდენობრივი მეთოდებისათვის ვარიაციის კოეფიციენტის შედეგების დაახლოების მაგალითები საანალიზო კომპონენტის მასური წილის დიაპაზონის მიხედვით“;

ბ) განმეორებადობის პირობებში ჩატარებული ანალიზისათვის, ლაბორატორიათშორისი გამოკვლევის ვარიაციის კოეფიციენტი (CV), როგორც წესი, მდებარეობს დანართი №3-ით განსაზღვრულ მნიშვნელობათა ნახევარსა და ორ მესამედს შორის. შიდა ლაბორატორიული გამოკვლევებისას (შიდა ვალიდაციისას) დაახლოების პირობებში ჩატარებული ანალიზებისათვის შიდა ლაბორატორიული გამოკვლევის (შიდა ვალიდაციის) ვარიაციის კოეფიციენტი არ აღემატება შედეგების დაახლოების ვარიაციის კოეფიციენტს (CV);

გ) იმ ნივთიერებ(ებ)ის შემთხვევაში, რომელთა დასაშვები ზღვარი დადგენილია, მეთოდი აღწევს შიდა ლაბორატორიული გამოკვლევის (შიდა ვალიდაციის) შედეგებს, რომელიც არ აღემატება 0,5 ×

დასაშვები ზღვარი კონცენტრაციის პირობებში შედეგების დაახლოების ვარიაციის კოეფიციენტს (CV).

მუხლი 13. სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები მასის სპექტრომეტრული გამოვლენისადმი

1. მასის სპექტრომეტრული მეთოდების დამადასტურებელი მეთოდის სახით გამოყენება დასაშვებია მხოლოდ on-line ან off-line ქრომატოგრაფიული დაყოფის შემდეგ.

2. GC-MS-პროცედურებისთვის აირქრომატოგრაფიული დაყოფა ხორციელდება კაპილარული სვეტების გამოყენებით. LC-MS პროცედურებისათვის ქრომატოგრაფიული დაყოფა უნდა განხორციელდეს შესაბამისი LC სვეტების გამოყენებით. ნებისმიერ შემთხვევაში, საანალიზო კომპონენტის შეკავების მისაღები მინიმალური დრო ორჯერ აღემატება სვეტის თავისუფალი მოცულობის შეკავების დროს. საკვლევ (სატესტო) ნაწილში საანალიზო კომპონენტის შეკავების დრო (ან შეკავების ფარდობითი დრო), განსაზღვრული ინტერვალის ფარგლებში, უნდა შეესაბამებოდეს დაკალიბრების სტანდარტის შეკავების დროს. შეკავების დროის ინტერვალი ქრომატოგრაფიული სისტემის გადაწყვეტის უნარის პროპორციული უნდა იყოს. საანალიზო კომპონენტის ქრომატოგრაფიული შეკავების დროის შეფარდება შიდა სტანდარტის შეკავების დროსთან, ანუ საანალიზო კომპონენტის შეკავების ფარდობითი დრო, უნდა შეესაბამებოდეს საკალიბრო ხსნარის შეკავების დროს დაშვებული გადახრებით, რომელიც GC-სთვის შეადგენს ±0,5 %-ს, ხოლო LC-სთვის - ±2,5 %-ს.

3. მასის სპექტრომეტრული გამოვლენა უნდა განხორციელდეს ისეთი MS - მეთოდებით, როგორიცაა სრული მასსპექტრის რეგისტრაცია (სრული სკანირება) ან იონის ამორჩევითი მონიტორინგი (SIM), აგრეთვე ისეთი MS-MS^N მეთოდებით, როგორიცაა რეაქციის შერჩევითი მონიტორინგი (SRM), ან სხვა შესაბამისი MS ან MS-MS^N მეთოდებით, იონიზაციის შესაბამის რეჟიმებთან ერთად. მაღალი გარჩევადობის მასსპექტრომეტრიაში (HRMS), გადაწყვეტის უნარი, როგორც წესი, მასის სრულ დიაპაზონთან მიმართებაში 10% ველზე უნდა იყოს 10 000-ზე მეტი.

4. სრული სკანირების დროს, როდესაც მასსპექტრომეტრული განსაზღვრა ხორციელდება სპექტრის სრული სკანირების რეგისტრაციით, სავალდებულოა ყველა სადიაგნოსტიკო იონების არსებობა (მოლეკულური იონი, მოლეკულური იონის დამახასიათებელი ადუქტები, იონების დამახასიათებელი ფრაგმენტები და იზოტოპური იონები) დაკალიბრების სტანდარტის ეტალონურ სპექტრში 10%-ზე მეტი ფარდობითი ინტენსივობით.

5. იონის ამორჩევითი მონიტორინგის (SIM) დროს, როდესაც მასსპექტრალური ანალიზი ხორციელდება ფრაგმენტოგრაფით, მოლეკულური იონი წარმოადგენს უპირატეს სადიაგნოსტიკო იონს (მოლეკულური იონი, მოლეკულური იონის დამახასიათებელი ადუქტები, იონების დამახასიათებელი ფრაგმენტები და იზოტოპური იონები). შერჩეული სადიაგნოსტიკო იონები არ უნდა გამომდინარეობდნენ მოლეკულის ერთი და იმავე ნაწილიდან. სიგნალ-ხმაურის თანაფარდობა ყოველი სადიაგნოსტიკო იონისათვის ≥ 3:1.

6. სრული სკანირებისა და იონის ამორჩევითი მონიტორინგის (SIM) დროს, გამოვლენილი იონების ფარდობითი ინტენსივობა, გამოხატული როგორც ყველაზე უფრო ინტენსიური იონის ინტენსივობის შემადგენელი (პროცენტებში) ან გარდაქმნა, შეესაბამება დაკალიბრების სტანდარტს ან დაკალიბრების სტანდარტების ხსნარებს, ან პიკის ნიმუშს, შედარებითი კონცენტრაციის პირობებში, რომელიც იზომება ერთნაირ პირობებში დანართი N4-ით „მაქსიმალური დასაშვები ცდომილება იონების ფარდობითი ინტენსიობისათვის მასსპექტრომეტრული მეთოდების გამოყენების დროს“ განსაზღვრული ცდომილებების პირობებში.

7. მასსპექტრალური მონაცემების ინტერპრეტაციის დროს სადიაგნოსტიკო იონის და/ან იონური წყვილების პრეკურსორების/პროდუქტის განსაზღვრა ხდება სპექტრების შედარების ან ერთნაირი მასის მქონე ნიშანდებული ატომების სიგნალების ინტეგრაციით. უკანა ფონის შესწორების გამოყენების შემთხვევაში, ის გამოყენებულ უნდა იქნეს მთლიანი პარტიისათვის (სერიისათვის) ერთგვაროვნად და ამის შესახებ გარკვევით უნდა იქნეს მითითებული.

8. სრული სკანირების დროს, როდესაც ერთი მასის მქონე სპექტრომეტრით ხდება სრული სკანირების სპექტრების რეგისტრაცია, მას თან უნდა ახლდეს არანაკლებ ოთხი იონი საბაზისო პიკის ფარდობითი ინტენსივობით ≥10 %. მოლეკულური იონის ჩართვა ხდება, თუ ის არსებობს საკალიბრო (ეტალონური)

სპექტრის ≥10 ფარდობითი ინტენსივობით დანართი N5-ის „მას-ფრაგმენტის კლასების ჯგუფებისა და იონისთვის მიღებული მაიდენტიფიცირებელი წერტილების ურთიერთდამოკიდებულების“ შესაბამისად. იონების ფარდობითი ინტენსივობისათვის არანაკლებ ოთხი იონი უნდა არსებობდეს დასაშვები ცდომილების საზღვრებში. შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს კომპიუტერულ მონაცემთა ბაზა. ამ შემთხვევაში საკვლევ ნიმუშში მასსპექტრალური მონაცემების და საკალიბრო ხსნარის მონაცემების შეფარდება უნდა აღემატებოდეს შესაბამის კრიტიკულ ფაქტორს. ამ ფაქტორის განსაზღვრა, სპექტრების მიხედვით, ხდება დადასტურების პროცესში თითოეული საანალიზო კომპონენტისათვის. ხდება ასევე სპექტრში ცვლილებების შესწავლა, რომელიც შეიძლება გამოწვეული იყოს ნიმუშის მატრიცით და დეტექტორის სამუშაო მახასიათებლებით.

9. მას-ფრაგმენტების სხვა მეთოდით განსაზღვრისას, სრული სკანირების მეთოდთან ერთად, მონაცემთა შეფასებისათვის გამოიყენება მაიდენტიფიცირებელი წერტილების სისტემა. „ტექნიკური რეგლამენტის – ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების მონიტორინგის წესის დამტკიცების შესახებ“ საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვრის N22 დადგენილებით დამტკიცებული დანართი N1-ის „ა“ ჯგუფით განსაზღვრული ნივთიერებებისათვის საჭიროა, სულ მცირე, იდენტიფიკაციის 4 წერტილი. ამავე დადგენილების დანართი N1-ით განსაზღვრული „ბ“ ჯგუფის ნივთიერებებისათვის საჭიროა, სულ მცირე, იდენტიფიკაციის 3 წერტილი. ამ ტექნიკური რეგლამენტის დანართი N6-ით „ცალკეული მეთოდებისა და ერთობლიობისათვის მაიდენტიფიცირებელი წერტილების რაოდენობის მაგალითები (n = მთელი რიცხვი)“ განსაზღვრულია მაიდენტიფიცირებელი წერტილები, რომლებიც შესაძლებელია მიღებულ იქნეს ცალკეული ძირითადი მასსპექტრომეტრული მეთოდით. იმისათვის, რომ, დადასტურებისათვის განსაზღვრულ იქნეს მაიდენტიფიცირებელი წერტილები, ასევე მაიდენტიფიცირებელი წერტილების ჯამი, რომელთა გამოთვლისათვის:

ა) გაზომილ უნდა იქნეს არანაკლებ იონების ერთი თანაფარდობა;

ბ) ყველა დანარჩენი გაზომილი იონების თანაფარდობა უნდა აკმაყოფილებდეს ამ მუხლით დადგენილ კრიტერიუმებს;

გ) მაიდენტიფიცირებელი წერტილების მინიმალური რიცხვის მიღებისთვის დასაშვებია არა უმეტეს სამი სხვადასხვა მეთოდის გაერთიანება.

მუხლი 14. ინფრაწითელ გამოვლენასთან დაწყვილებული ქრომატოგრაფიის სამუშაო კრიტერიუმები, შედეგების ინტერპრეტაცია და სხვა მოთხოვნები

1. შესაბამისი პიკი წარმოადგენს ინფრაწითელ სპექტრში დაკალიბრების სტანდარტის შთანთქმის (ადსორბციის) მაქსიმალურ მაჩვენებელს, რომელიც აკმაყოფილებს ამ მუხლით დადგენილ მოთხოვნებს.

2. ინფრაწითელი გამოვლენის შემთხვევაში:

ა) შთანთქმის (ადსორბციის) მაქსიმალური მაჩვენებელი უნდა მოექცეს 4 000-500 სმ$^{-1}$ ტალღური რიცხვის დიაპაზონში;

ბ) შთანთქმის (ადსორბციის) ინტენსივობა არ უნდა იყოს ნაკლები ერთ-ერთ მონაცემზე:

ბ.ა) კუთრი მოლური შთანთქმის (ადსორბციის) უნარი - 40, საბაზისო ხაზის პიკთან მიმართებაში;

ბ.ბ) შთანთქმის (ადსორბციის) ფარდობითი უნარი - 12,5%, იმ პიკთან მიმართებაში, რომელსაც 4000-500 სმ$^{-1}$ დიაპაზონში აქვს ყველაზე ინტენსიური შთანთქმის (ადსორბციის) უნარი.

3. თუ ამ მუხლის მე-2 პუნქტით გათვალისწინებული გამოთვლები ხორციელდება ნულოვან შთანთქმასთან (ადსორბციასთან) მიმართებაში და განსაკუთრებით ინტენსიური პიკის 5% ექცევა 4 000-500 სმ$^{-1}$ დიაპაზონში, მაშინ გაზომვა ხდება მათივე პიკის საბაზისო ხაზთან მიმართებაში.

4. საანალიზო კომპონენტის ინფრაწითელ სპექტრში ხდება პიკთა რაოდენობის განსაზღვრა, რომელთა სიხშირე შეესაბამება დაკალიბრების სტანდარტის ადეკვატურ პიკს ± 1 სმ$^{-1}$ ზღვარში.

5. შთანთქმა (ადსორბცია) წარმოდგენილ უნდა იქნეს საანალიზო კომპონენტის სპექტრის ყველა შრეში (ფენაში), რომელიც თავის მხრივ შეესაბამება (ემთხვევა) დაკალიბრების სტანდარტის ეტალონური სპექტრის შესაბამის პიკ(ებ)ს. დაკალიბრების სტანდარტის ინფრაწითელ სპექტრში უნდა იყოს არანაკლებ ექვსი შესაბამისი პიკი. ექვსზე ნაკლები ადეკვატური პიკის შემთხვევაში, სპექტრის გამოყენება ეტალონურ სპექტრად დაუშვებელია. „შეფასება“, ანუ ანალიზის დროს საანალიზო კომპონენტის ინფრაწითელ სპექტრში გამოვლენილი ადექვატური პიკების შემცველობა (პროცენტული მაჩვენებელი) უნდა იყოს, სულ მცირე, 50.

6. თუ არ არის ადეკვატური პიკ(ებ)ის ზუსტი შესაბამისობა (დამთხვევა), საანალიზო კომპონენტის სპექტრის სათანადო უბანი (ზონა) უნდა შეესაბამებოდეს შედარებით შესაბამის პიკ(ებ)ს. პროცედურა გამოიყენება მხოლოდ ნიმუშის ინფრაწითელ სპექტრში შთანთქმის (ადსორბციის) პიკთან მიმართებაში, რომლის ინტენსივობა სამჯერ აღემატება რხევის სრულ ამპლიტუდას.

მუხლი 15. LC და სხვა მეთოდებით საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრის სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები

1. ქრომატოგრაფიული დაყოფისას შიდა სტანდარტი გამოყენებული უნდა იქნეს იმ შემთხვევაში, თუ აღნიშნული მიზნისათვის შესაბამისი მასალა ხელმისაწვდომია. სასურველია გამოყენებულ იქნეს სტანდარტი, რომლის შეკავების დრო ახლოსაა საანალიზო კომპონენტის შეკავების დროსთან. საანალიზო კომპონენტის ელუცია (გამორეცხვა) ხდება ერთნაირ ექსპერიმენტულ პირობებში, შესაბამისი დაკალიბრების სტანდარტისათვის დამახასიათებელი შეკავების დროის განმავლობაში. საანალიზო კომპონენტის მინიმალური შეკავების დრო ორჯერ აღემატება სვეტის ცარიელი მოცულობის შეკავების დროს. საანალიზო კომპონენტის შეკავების დროისა და შიდა სტანდარტის შეკავების დროის თანაფარდობა, ანუ საანალიზო კომპონენტის შეკავების ფარდობითი დრო უნდა იყოს ისეთივე, როგორიც დაკალიბრების სტანდარტის შეკავების დრო შესაბამის მატრიცაში ± 2,5 % ზღვრებში (ISO 17025: 1999 General requirement for the competence of calibration and testing laboratories; ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control — Vol. 1 vocabulary and symbols; ISO Guide 43-1: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons — Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes; ISO 5725: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions.

2. *UV/VIS* გამოვლენის სრული სკანირებისას დაცული უნდა იქნეს LC მეთოდის სამუშაო კრიტერიუმები:

ა) საანალიზო კომპონენტის სპექტრში შთანთქმის (ადსორბციის) მაქსიმალური მაჩვენებელი იმყოფება იმავე ტალღის სიგრძეზე, როგორც დაკალიბრების სტანდარტის მაჩვენებელი. დიოდური მატრიცის გამოვლენისათვის აღნიშნული შეადგენს ±2 ნმ. საანალიზო კომპონენტი, რომლის სპექტრი 220 ნმ–ზე მეტია, ორი სპექტრის იმ ნაწილებისათვის, რომლის შთანთქმის ფარდობითი უნარი ≥10%, არ იქნება დაკალიბრების სტანდარტისაგან მკვეთრად განსხვავებული. ეს კრიტერიუმები დაკმაყოფილებულია, თუ ორ სპექტრს შორის განსხვავება არ აღემატება დაკალიბრების სტანდარტის შთანთქმის უნარის 10%-ს;

ბ) თუ ძებნა და შერჩევა ხორციელდება კომპიუტერული მონაცემთა ბაზის გამოყენებით, საკვლევ ნიმუშში სპექტრალური მონაცემების შედარება დაკალიბრების სტანდარტის მონაცემებთან არ უნდა აღემატებოდეს კრიტიკულად შერჩეულ ფაქტორს. ამ ფაქტორის განსაზღვრა, ცალკეული საანალიზო კომპონენტისათვის, ხდება დადასტურების პროცესში, სპექტრ(ებ)ის საფუძველზე, რომელთათვისაც გამოიყენება ამ მუხლის მე-2 პუნქტის „ა“ ქვეპუნქტით განსაზღვრული კრიტერიუმები;

გ) შემოწმებულ უნდა იქნეს ნიმუშის მატრიცით და დეტექტორის სამუშაო მახასიათებლებით გამოწვეული სპექტრ(ებ)ის ცვლილებები.

3. ფლუორომეტრიული გამოვლენის სამუშაო კრიტერიუმებისათვის აუცილებელია დაცული იქნეს LC მეთოდის სამუშაო კრიტერიუმები:

ა) მათი გამოყენება უნდა მოხდეს იმ მოლეკულების მიმართ, რომელთაც ახასიათებთ ბუნებრივი ფლუორესცენცია ან მოლეკულების მიმართ, რომლებიც ფლუორესცენციის უნარს ამჟღავნებენ

გარდაქმნის (ტრანსფორმაციის) ან ჩანაცვლების (დერივაციის) შემდეგ;

ბ) აღგზნების ან ემისიის ეტაპებზე, ქრომატოგრაფიასთან ერთად, ტალღის სიგრძის შერჩევა უნდა მოხდეს იმგვარად, რომ მინიმუმამდე იქნეს შემცირებული ნიმუშის სუფთა ექსტრაქტში უცხო კომპონენტების წარმოქმნა;

გ) ქრომატოგრამაში უახლოესი პიკის მაქსიმალური მაჩვენებელი, საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრული პიკისგან გამოყოფილ უნდა იქნეს, სულ მცირე, საანალიზო კომპონენტის ერთი სრული პიკის სიგანით, საანალიზო კომპონენტის მაქსიმალური პიკის 10% სიმაღლის შესაბამისად.

4. საანალიზო კომპონენტის LC იმუნოგრამის გამოვლენის მეთოდი დამოუკიდებლად არ შეიძლება გამოყენებულ იქნეს დამადასტურებელი მეთოდის სახით. მისი გამოყენებისას დაცულ უნდა იქნეს LC მეთოდის სამუშაო კრიტერიუმები:

ა) ხარისხის კონტროლის წინასწარ განსაზღვრული პარამეტრები, მაგ.: არასპეციფიკური ბმა, საკონტროლო ნიმუშების შესაბამისი კავშირი, შთანთქმის (ადსორბციის) უნარი, რომლებიც უნდა არსებობდეს ანალიზის დადასტურების (ვალიდაციის) დროს მიღებულ ზღვრებში;

ბ) იმუნოგრამა აგებულ უნდა იქნეს, სულ მცირე, ხუთი ფრაქციის გამოყენებით. თითოეული ფრაქცია უნდა იყოს პიკის სიგანის ნახევარზე ნაკლები;

გ) ფრაქცია, საანალიზო კომპონენტის მაქსიმალური შემცველობით, უნდა იყოს საეჭვო ნიმუშის, არასპეციფიკურ საკონტროლო ნიმუშის და სტანდარტის იდენტური.

5. LC მეთოდი, UV/VIS გამოვლენის მეთოდთან ერთად (ტალღის ერთი სიგრძე), არ გამოიყენება დამადასტურებელი მეთოდის სახით. ქრომატოგრამაში უახლოესი პიკის მაქსიმალური მაჩვენებელი განსხვავდება საანალიზო კომპონენტისათვის დადგენილი პიკის სიმაღლის 10 %-სგან, სულ მცირე, ერთი სრული პიკის სიგანით.

მუხლი 16. 2-DTLC-სთან დაწყვილებული UV/VIS სპექტრომეტრული გამოვლენის მეთოდით საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრის სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები

2-DTLC-სთან დაწყვილებული UV/VIS სპექტრომეტრული გამოვლენის მეთოდით საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრის სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები უნდა აკმაყოფილებდეს შემდეგ პირობებს:

ა) სავალდებულოა ორგანზომილებიანი HPTLC და თანა-ქრომატოგრაფია (კომბინირებული ქრომატოგრაფია);

ბ) საანალიზო კომპონენტის RF მნიშვნელობა სტანდარტის RF მნიშვნელობას უნდა შეესაბამებოდეს ±5%-ის ფარგლებში;

გ) საანალიზო კომპონენტი ვიზუალურად არ უნდა განსხვავდებოდეს სტანდარტისგან;

დ) ერთისა და იმავე ფერის ლაქების შემთხვევაში უახლოესი ლაქის ცენტრი საანალიზო კომპონენტის ლაქის ცენტრისგან გამოყოფილ უნდა იქნეს, სულ მცირე, ლაქების ჯამის დიამეტრის ნახევრით;

ე) საანალიზო კომპონენტის სპექტრი ვიზუალურად არ უნდა განსხვავდებოდეს სტანდარტის სპექტრისაგან, როგორც დადგენილია სრული სკანირების UV/VIS გამოვლენისათვის;

ვ) თუ ძებნა და შერჩევა ხორციელდება კომპიუტერული მონაცემთა ბაზის გამოყენებით, საკვლევი ნიმუშის სპექტრალური მონაცემების შედარება დაკალიბრების სტანდარტის მონაცემებთან უნდა აღემატებოდეს კრიტიკულად შერჩეულ ფაქტორს. ამ ფაქტორის განსაზღვრა ცალკეული საანალიზო კომპონენტისათვის ხდება დადასტურების პროცესში, სპექტრ(ებ)ის საფუძველზე, რომელთათვისაც გამოიყენება ამ მუხლით განსაზღვრული კრიტერიუმები. უნდა მოხდეს ასევე სპექტრში ცვლილებების შესწავლა, რომელიც გამოწვეულია ნიმუშის მატრიცით და დეტექტორის სამუშაო მახასიათებლებით.

მუხლი 17. GC-ის და ელექტრონების დაჭერის (ECD) მეთოდით საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრის

სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები

GC-ის და ელექტრონების დაჭერის (ECD) მეთოდით საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრის სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები უნდა აკმაყოფილებდნენ შემდეგ პირობებს:

ა) შიდა სტანდარტი გამოყენებულ უნდა იქნეს იმ შემთხვევაში, თუ აღნიშნული მიზნისათვის შესაბამისი მასალა ხელმისაწვდომია;

ბ) სასურველია გამოყენებულ იქნეს სტანდარტი, რომლის შეკავების დრო ახლოსაა საანალიზო კომპონენტის შეკავების დროსთან;

გ) საანალიზო კომპონენტის ელუცია (გამორეცხვა) ხდება ერთნაირ ექსპერიმენტულ პირობებში შესაბამისი დაკალიბრების სტანდარტისათვის დამახასიათებელი შეკავების დროის განმავლობაში;

დ) საანალიზო კომპონენტის მისაღები მინიმალური შეკავების დრო ორჯერ აღემატება სვეტის ცარიელი მოცულობის შეკავების დროს;

ე) საანალიზო კომპონენტის შეკავების დროისა და შიდა სტანდარტის შეკავების დროის თანაფარდობა ანუ საანალიზო კომპონენტის შეკავების ფარდობითი დრო უნდა იყოს ისეთივე, როგორიც დაკალიბრების სტანდარტის შეკავების დრო შესაბამის მატრიცაში ± 0,5% ზღვრებში;

ვ) ქრომატოგრამაში უახლოესი პიკის მაქსიმალური მაჩვენებელი განსხვავდება საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრული პიკისგან, სულ მცირე, საანალიზო კომპონენტის ერთი სრული პიკის სიგანით, საანალიზო კომპონენტის მაქსიმალური პიკის 10% სიმაღლის შესაბამისად;

ზ) დამატებითი ინფორმაციის მისაღებად შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს თანა-ქრომატოგრაფია (კომბინირებული ქრომატოგრაფია).

მუხლი 18. დამადასტურებელი მეთოდები ელემენტებისთვის

1. ქიმიური ელემენტებისათვის დამადასტურებელი ანალიზი დაფუძნებული უნდა იყოს ერთგვაროვან იდენტიფიკაციასა და სანდოობაზე, ასევე ამ ელემენტისათვის დამახასიათებელი ფიზიკურ-ქიმიური თვისებებით ელემენტის ზუსტი მნიშვნელობის (სიდიდის) დონის რაოდენობრივ განსაზღვრაზე (მაგ.: ატომური მასა, ქიმიური ელემენტისათვის დამახასიათებელი შთანთქმული და გაცემული გამოსხივების ტალღის სიგრძე).

2. ქიმიური ელემენტების იდენტიფიკაციისათვის გამოიყენება დანართი №7-ით „შესაბამისი დამადასტურებელი მეთოდები ქიმიური ელემენტებისათვის“ განსაზღვრული მეთოდები ან მეთოდების კომბინაცია.

მუხლი 19. დამადასტურებელი მეთოდების საერთო სამუშო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები

1. ეტალონური ან გამდიდრებული მასალა, რომელიც შეიცავს საანალიზო კომპონენტის ცნობილ რაოდენობას, მაქსიმალურად დასაშვები ზღვარის ან ზღვართან ახლოს ან ზღვრულ მნიშვნელობას (შეუსაბამო საკონტროლო ნიმუში), ასევე შესაბამისი საკონტროლო მასალა და სუფთა რეაქტივი უპირატესად გამოყენებულ უნდა იქნეს სრული პროცესის განმავლობაში საკვლევი ნიმუშის თითოეული პარტიისათვის ერთდროულად.

2. ანალიზისათვის განკუთვნილ ხელსაწყოში ექსტრაქტის შეყვანის რეკომენდებული თანმიმდევრობაა: სუფთა რეაქტივი, შესაბამისი საკონტროლო მასალა, ნიმუში, რომელიც დადასტურებულ უნდა იქნეს, შესაბამისი საკონტროლო მასალა და ბოლოს, შეუსაბამო საკონტროლო ნიმუში. აღნიშნულის ნებისმიერი ცვლილება საჭიროებს დასაბუთებას.

3. საანალიზო კომპონენტის განსაზღვრისათვის გამოყენებული ანალიზის მეთოდები, როგორც წესი, ხსნარების მისაღებად საჭიროებს ორგანული მატრიცის დაშლას. ეს შესაძლებელია მიღწეულ იქნეს მიკროტალღური მინერალიზაციით, რომელიც ამცირებს საანალიზო კომპონენტის დაკარგვის ან/და დაბინძურების რისკს. ამისათვის გამოიყენება ტეფლონის მაღალი ხარისხის დეზინფიცირებული

ჭურჭელი. თუ სველი ან მშრალი მინერალიზაცია სხვა მეთოდებით ხდება, ხელმისაწვდომ უნდა იქნეს დოკუმენტური მასალა, რითაც დადასტურებული იქნება დანაკარგის ან დაბინძურების რისკის გამორიცხავა. ორგანული მატრიცის დაშლის ალტერნატივად, განსაზღვრულ შემთხვევებში, შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს ექსტრაქცია, რათა საანალიზო კომპონენტი გამოყოფილ იქნეს მატრიცის კომპონენტიდან ან/და საანალიზო ხელსაწყოში შეყვანის მიზნით მოხდეს საანალიზო კომპონენტის კონცენტრირება.

4. გარე ან/და სტანდარტული ნივთიერების დამატებით დაკალიბრებისას თავიდან უნდა იქნეს აცილებული ანალიზისათვის დაწესებული სამუშაო დიაპაზონის გადაჭარბება. გარე დაკალიბრების შემთხვევაში სავალდებულოა, რომ დაკალიბრების სტანდარტები მომზადებულ იქნეს ხსნარში, რომელიც თავისი შემადგენლობით ახლოსაა ნიმუშის ხსნართან. გამოიყენება ასევე ფონის შესწორება, თუ აღნიშნული საჭიროა სპეციალური ანალიზური ვითარებებისათვის.

მუხლი 20. ანალიზის რაოდენობრივი მეთოდების განხორციელების დამატებითი სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები

1. ელემენტებისათვის ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალის (CRM) განმეორებითი ანალიზის შემთხვევაში, ექსპერიმენტულად განსაზღვრული საშუალო რაოდენობის გადახრა, ატესტირებულ რაოდენობასთან შედარებით, არ უნდა აღემატებოდეს ±10%-ს. იმ შემთხვევაში, თუ ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალა (CRM) არ არის ხელმისაწვდომი, დასაშვებია გაზომვების სანდოობა შეფასებულ იქნეს უცნობ სინჯებზე ელემენტების ცნობილი რაოდენობით დამატების აღდგენით. ყურადღება უნდა მიექცეს იმ ფაქტს, რომ საანალიზო კომპონენტისაგან განსხვავებით, დამატებითი ელემენტი ფაქტობრივ მატრიცაში არ არის ქიმიურად დაკავშირებული და ამიტომ, ასეთი შედეგი ნაკლებად ვალიდურია, ვიდრე ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალით CRM–ის გამოყენებით მიღებული შედეგები. აღდგენის მონაცემები მისაღებია მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ აღნიშნული მოქცეულია წარმოდგენილი მნიშვნელობის ±10% ზღვარში.

2. შიდალაბორატორიული შედეგების დაახლოების პირობებში ნიმუშის განეორებითი ანალიზისას, საშუალო მნიშვნელობის ვარიაციის კოეფიციენტი (CV) არ უნდა აღემატებოდეს დანართი N8-ით „რაოდენობრივი მეთოდებისათვის ვარიაციის კოეფიციენტი (CV) ელემენტების მასური წილის დიაპაზონშით“ განსაზღვრულ მაჩვენებლებს.

მუხლი 21. განსაკუთრებული მოთხოვნები დიფერენცირებული იმპულსით ანოდური ვოლტმეტრიისათვის (DPASV)

ნიმუშში ორგანული ნივთიერებების სრული დაშლა DPASV განსაზღვრამდე მნიშვნელოვანია. ვოლტამოგრამაზე, ორგანული მასალების არსებობის გამო, არ უნდა იყოს შესამჩნევი ფართო სიგნალი. არაორგანული მატრიცის შემადგენელმა კომპონენტებმა შესაძლოა გავლენა იქონიონ DPASV–ში პიკების სიმაღლეზე. ამიტომ რაოდენობრივი განსაზღვრა უნდა განხორციელდეს სტანდარტული ნივთიერების დამატების მეთოდის მეშვეობით. ნიმუშის ხსნარის ტიპური ვოლტამოგრამის ნიმუშები წარმოდგენილი უნდა იყოს მეთოდთან ერთად.

მუხლი 22. განსაკუთრებული მოთხოვნები ატომურ-აბსორბციული სპექტრომეტრიის მიმართ (AAS)

1. ატომურ-აბსორბციული სპექტრომეტრიის ტექნიკა ძირითადად მონო ელემენტურია და საჭიროებს:

ა) ექსპერიმენტული პარამეტრების ოპტიმიზაციას იმის მიხედვით, თუ რომელი ელემენტის რაოდენობის განსაზღვრა ხდება. შესაძლებლობის შესაბამისად, შედეგები შემოწმებულ უნდა იქნეს როგორც თვისებრივად, ასევე რაოდენობრივად. აღნიშნული უნდა განხორციელდეს აბსორბციის ალტერნატიული ხაზების მეშვეობით (საუკეთესო ვარიანტია ორი სხვადასხვა ხაზის შერჩევა);

ბ) დაკალიბრების სტანდარტის მომზადებას ხსნარის მატრიცაში, რომელიც შეძლებისდაგვარი ზუსტად უნდა ემთხვეოდეს საანალიზო კომპონენტის გასაზომ ხსნარს (მაგ.: მჟავის კონცენტრაცია ან სხვა შემადგენლობა). მაჩვენებლის შეუსაბამობის მინიმუმამდე შემცირების მიზნით, ყოველი რეაქტივი შეძლებისდაგვარად უნდა იყოს უმაღლესი სისუფთავის. ნიმუშის აორთქლების და/ან გაფრქვევისათვის შერჩეული რეჟიმიდან გამომდინარე, შესაძლებელია სხვადასხვა ტიპის AAS-ის შერჩევა.

2. ატომურ-აბსორციულ სპექტრომეტრიაში ალის გამოყენებისას, ყოველ ელემენტთან დაკავშირებით უნდა განხორციელდეს ინსტრუმენტალური პარამეტრების ოპტიმიზაცია. უნდა შემოწმდეს აირის შემადგენლობა და ნაკადის სიჩქარე. აუცილებელია გამოყენებულ იქნეს ნაკადის სიჩქარის კორექტორი, რათა თავიდან იქნეს აცილებული ფონური აბსორბციით გამოწვეული ინტერფერენცია. უცნობი მატრიცის შემთხვევაში უნდა განხორციელდეს შემოწმება, საჭიროა თუ არა ფონური შესწორება.

3. ატომურ-აბსორბციული სპექტრომეტრიაში AAS-ის გრაფიტის ღუმელის გამოყენებისას:

ა) ლაბორატორიაში დაბინძურება ულტრაკვალის დონეზე მუშაობისას, ხშირად ახდენს ზეგავლენას სისწორეზე. ამიტომ გამოყენებულ უნდა იქნეს მაღალი სისუფთავის რეაქტივები, დეიონიზებული წყალი და ინერტული პლასტიკური ჭურჭელი ნიმუშებისა და სტანდარტული დამუშავებისათვის. ცალკეული ელემენტისათვის უნდა მოხდეს ხელსაწყოს დანადგარების ოპტიმიზაცია. განსაკუთრებით კი შემოწმებულ უნდა იქნეს წინასწარი დამუშავებისა და გაფრქვევის პირობები (ტემპერატურა, დრო). უნდა შემოწმდეს მატრიცის ცვლილება;

ბ) იზოთერმული გაფრქვევისას პირობებში (მაგ.: ტრანსვერსულად ((განივად) გახურებული გრაფიტის მილი, ინტეგრირებული LVOV პლატფორმასთან (See e.g. May, T.W., Brumbaugh, W.G., 1982, Matrix modifier and L'vov platform for elimination of matrix interferencesin the analysis of fish tissues for lead by graphite furnace atomic absorption spectro- metry: Analytical Chemistry 54 (7): 1032-1037 (90353)) შეამცირებს საანალიზო კომპონენტის გაფრქვევაზე მატრიცის ზემოქმედებას. მატრიცის ცვლილებისა და ZEEMAN ფონური კორექციის ერთობლიობით (Applications of Zeeman Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry in the Chemical Laboratory and in Toxicology, C. Minoia, S. Caroli (Eds.), Pergamon Press (Oxford), 1992, pp. xxvi + 675;), დასაშვებია საკალიბრო მრუდის საშუალებით დადგენილ იქნეს რაოდენობა, რომელიც მიიღება სტანდარტული ხსნარების წყალხსნარების გაზომვის საფუძველზე.

მუხლი 23. განსაკუთრებული მოთხოვნები ატომურ-ადსორბციული სპექტრომეტრის მიმართ, ჰიდრიდების ნაერთების წარმოქმნისას

1. ორგანული ნივთიერებები, რომლებიც შეიცავენ დარიშხანს, ბისმუტს, გერმანიუმს, ტყვიას, სტიბიუმს, სელენს, კალას და ტელურს, შესაძლებელია იყოს ძალიან მდგრადი და შესაბამისად ელემენტის სრული შემადგენლობისათვის სწორი შედეგების მისაღებად, საჭიროებენ ჟანგვით დაშლას. ამიტომ რეკომენდებულია მიკროტალღური დაშლა ან მაღალი წნევა ძლიერი დაჟანგვის პირობებში. განსაკუთრებული სიფრთხილეა საჭირო აღდგენილი ელემენტების სრული გარდაქმნისა და მათი შესაბამისი ჰიდრიდების (წყალბადნაერთები) მიმართ.

2. დარიშხანის ჰიდრიდის წარმოქმნა მარილმჟავას ხსნარში $NaBH_4$-სთან ერთად დამოკიდებულია დარიშხანის დაჟანგვის ხარისხზე (As III: სწრაფი წარმოქმნა, As V: შედარებით ხანგრძლივი წარმოქმნა). As V განსაზღვრისათვის ამ სისტემაში ნაკადის შეფრქვევის რეაქციის მოკლე პერიოდის მეთოდის გამოყენებით, იმისათვის, რომ თავიდან იქნეს აცილებული მგრძნობელობის დაკარგვა, As V, ჟანგვითი დაშლის შემდეგ გარდაიქმნება As III-ად. აღნიშნული მიზნებისათვის ხელსაყრელია კალიუმის იოდიდი/ასკორბინის მჟავა ან ცისტეინი. დაკალიბრების ხსნარის და ნიმუშების ხსნარების დამუშავება უნდა მოხდეს ერთი და იმავე მეთოდით. პარტიის სისტემასთან მუშაობა შესაძლებლობას იძლევა დარიშხანის ორივე ნაერთი განსაზღვრულ იქნეს სისწორით. AsV ჰიდრიდის შენელებული წარმოქმნის გამო, აუცილებელია დაკალიბრება შესრულდეს პიკების ზონების გამოყოფით. ინსტრუმენტული პარამეტრები უნდა იქნეს ოპტიმიზირებული. განსაკუთრებით მნიშვნელოვანია და საჭიროებს შემოწმებას აირის ნაკადი, რომელსაც ჰიდრიდი გადააქვს გამაფრქვევლისაკენ.

მუხლი 24. განსაკუთრებული მოთხოვნები ცივი დაორთქვლის ატომურ- ადსორბციული სპექტრომეტრის მიმართ

1. ცივი ორთქლი გამოიყენება მხოლოდ ვერცხლისწყლის შემთხვევაში. ვერცხლისწყლის აორთქლებისა და ადსორბციით გამოწვეული დანაკარგის გამო სრული ანალიზის მსვლელობისას აუცილებელია განსაკუთრებული ყურადღება. თავიდან უნდა იქნეს აცილებული გარემოსა და რეაქტივების დაბინძურება.

2. ორგანული ნივთიერებები, რომლებიც ვერცხლისწყალს შეიცავენ, ვერცხლისწყლის საერთო

შემცველობის განსაზღვრისათვის, საჭიროებენ ჟანგვით დაშლას. დაშლისათვის გამოყენებულ უნდა იქნეს მიკროტალღური გამოსხივების ან მაღალი წნევის დახურული სისტემები. განსაკუთრებული სიფრთხილეა საჭირო იმ მოწყობილობების გარეცხვისას, რომლებიც შეხებაშია ვერცხლისწყალთან.

3. უპირატესი ნაკადის შეფრქვევის მეთოდის გამოყენებისას, უფრო დაბალი ზღვრების მნიშვნელობისათვის რეკომენდებულია ელემენტარული ვერცხლისწყლის ადსორბცია ოქროს/პლატინის ადსორბენტზე, შემდგომი თერმული დესორბციით. თავიდან უნდა იქნეს აცილებული ადსორბენტის ან ელემენტის კონტაქტი სინესტესთან, რამდენადაც ეს მოქმედებს გაზომვის მაჩვენებელზე.

მუხლი 25. განსაკუთრებული მოთხოვნები ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმური ატომურ-ემისიური სპექტრომეტრის (ICP-AES) მიმართ

1. ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმური ატომურ-ემისიური სპექტრომეტრია (ICP-AES) (Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, A. Montaser, D. W. Golighty (Eds.), VCH Publishers, Inc. (New York), 1992;) წარმოადგენს მრავალ-ელემენტურ მეთოდს, რომელიც სხვადასხვა ელემენტების ერთდროულ გაზომვის საშუალებას იძლევა. ICP-AES გამოყენებისათვის თავდაპირველად უნდა მოხდეს ნიმუშების დაშლა, რათა განხორციელდეს ორგანული მატრიცების შემადგენელ ნაწილებად დაშლა. მიკროტალღური გამოსხივების ან მაღალი წნევის დროს გამოიყენება ჰერმეტიზირებული სისტემები.

2. ICP-AES ანალიზისათვის მნიშვნელოვან როლს ასრულებს ინსტრუმენტის და ელემენტის დაკალიბრება ან ტალღის სიგრძის შერჩევა. ხელსაწყოს დაკალიბრებისათვის, დაკალიბრების ხაზოვანი მრუდის შემთხვევაში, აუცილებელია დაკალიბრების ხსნარის ოთხი კონცენტრაციის გაზომვა, რამდენადაც ICP-AES საკალიბრო მრუდი, როგორც წესი, ოთხი-ექვსი კონცენტრაციისათვის სწორხაზოვანია. ICP-AES სისტემის დაკალიბრება ხდება მრავალელემენტიანი სტანდარტის გამოყენებით, რომელიც მზადდება ხსნარში, რომელსაც იგივე მჟავური კონცენტრაცია აქვს, როგორიც საკვლევ ხსნარს. ხაზოვანი მრუდისათვის მოწმდება ელემენტების კონცენტრაცია.

3. საანალიზო კომპონენტის ემისიის გაზომვისათვის მიზანშეწონილია მოხდეს ტალღის სიგრძის შერჩევა. იმ შემთხვევაში, როდესაც საანალიზო კომპონენტის კონცენტრაცია სცილდება ემისიის ხაზის სამუშაო დიაპაზონს, გამოიყენება ემისიის სხვა ხაზი. თავდაპირველად შერჩეულ უნდა იქნეს ყველაზე მგრძნობიარე ემისიის ხაზი (არა ინტერფერირებული), შემდეგ ნაკლებად მგრძნობიარე ხაზი. გამოვლენის ზღვართან ან მასთან ახლოს მყოფ ზღვართან მუშაობისას, საანალიზო კომპონენტისათვის საუკეთესოა ყველაზე მგრძნობიარე ხაზი.

4. სპექტრალური და ფონური ინტერფერენციები იწვევენ ICP-AES გამოყენებისას სირთულეებს. ინტერფერენცია შესაძლებელია იყოს ფონური გადაადგილება, ფონის დახრის გადანაცვლება, პირდაპირი სპექტრალური დაფარვა და კომპლექსური ფონური გადაადგილება. თითოეულ ამ ინტერფერენციას აქვს თავისი მიზეზები და თავიდან აცილების გზები. მატრიცის მიხედვით ხდება გადახრების კორექცია და სამუშაო პარამეტრების ოპტიმიზაცია. ზოგიერთი ინტერფერენცია შესაძლებელია თავიდან იქნეს აცილებული მატრიცის გაზავებით ან ადაპტაციის გზით.

5. საკვლევი ნიმუშების თითოეული პარტიისათვის აუცილებელია ეტალონური და გამდიდრებული მასალის დამუშავება, რომელიც შეიცავს საანალიზო კომპონენტის ცნობილ რაოდენობას, სუფთა მასალაც უნდა დამუშავდეს საკვლევი ნიმუშის მსგავსად. ცდომილების გამოკლევისათვის უნდა მოხდეს სტანდარტის შემოწმება. მაგ. 10 სინჯის შემდეგ. ყველა რეაქტივი და პლაზმური აირი უნდა იყოს ყველაზე უფრო მაღალი სისუფთავის.

მუხლი 26. განსაკუთრებული მოთხოვნები ინდუქციურად შეკავშირებული მასსპექტრომეტრის

1. საშუალო ატომური მასის მქონე მიკროელემენტების, როგორიცაა ქრომი, სპილენძი და ნიკელი, გამოვლენა შესაძლოა დაექვემდებაროს სხვა იზობარული ან მრავალატომური იონების ძლიერ ზემოქმედებას. მისი აცილება შესაძლებელია მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ შეკავების უნარის სიმძლავრე არანაკლებ 7 000-8 000-ია. MS მეთოდთან დაკავშირებული სირთულეები მოიცავს ხელსაწყოების მონაცემების ინტერფერენციას, მატრიცის ზემოქმედებას და მოლეკულური იონის ჩართვას (m/z<80). მონაცემების ინტერფერენციის და მატრიცის ზემოქმედების კორექციისათვის

სავალდებულოა მრავლობითი შიდა სტანდარტიზაცია, რომელიც მოიცავს გამოსავლენი ელემენტების მასის იდენტური მასის დიაპაზონებს.

2. ICP-MS გაზომვამდე საჭიროა ორგანული ნივთიერებების სრული დაშლა. AAS-ის მეთოდის ანალოგიურად, ჰერმეტულ ჭურჭელში დაშლის შემდეგ აქროლადი ელემენტები, მაგ. იოდი, სტაბილიზირებულ უნდა იქნეს დაჟანგვით. ყველაზე ძლიერია არგონის (პლაზმური აირი), წყალბადის, ნახშირბადის, აზოტის და ჟანგბადის მოლეკულური იონების (ძლიერი მჟავები, პლაზმური აირებისა და ატმოსფერული აირების ნარევი) და ნიმუში მატრიცის კომბინაციის შედეგად წარმოქმნილი ზემოქმედება. ინტერფერენციის თავიდან აცილებისათვის აუცილებელია სრული დაშლა, ფონური ცვლილებები, შესაბამისი საანალიზო მასის შერჩევა, რომელიც ზოგჯერ დაკავშირებულია ნაკლებ რაოდენობასთან (აღმოჩენის დაბალი ზღარი) და ძლიერი მჟავები, მაგ. აზოტმჟავა.

3. განსასაზღვრულ ელემენტებთან დაკავშირებით გამორიცხული უნდა იქნეს ინტერფერენციები, რომლებიც წარმოიქმნება სპეციალური ანალიზური მასის შერჩევისას, მათ შორის, იზოტოპების დონის დადასტურებისას. თითოეული გაზომვისათვის და შიდა სტანდარტების გამოყენებით ხდება ხელსაწყოების სამუშაო მახასიათებლების განსაზღვრა Fano - ფაქტორის გათვალისწინებით.

თავი III. ვალიდაცია/დადასტურება

მუხლი 27. ვალიდაცია/დადასტურება

1. ვალიდაცია/დადასტურება აჩვენებს, რომ ანალიზის მეთოდი შეესაბამება შესაბამისი სამუშაო მახასიათებლების კრიტერიუმებს.

2. კონტროლის განსხვავებული მიზნები სხვადასხვა მეთოდებს საჭიროებენ. დანართი №9 – „ანალიზის მეთოდების კლასიფიკაცია იმ სამუშაო მახასიათებლების მიხედვით, რომლებიც უნდა განისაზღვროს“ ადგენს სამუშაო მახასიათებლებს, რომლებიც უნდა დადასტურდეს და იმ მეთოდებს, რომლისთვისაც ხდება დადასტურება.

მუხლი 28. ვალიდაციის/დადასტურების პროცედურები

1. ანალიზის მეთოდების ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურებისათვის გამოიყენება ამ მუხლით განსაზღვრული მოთხოვნები. შესაძლებელია სხვა მეთოდების გამოყენებაც, რომლებიც მოახდენენ ანალიზის მეთოდის სამუშაო კრიტერიუმების სამუშაო მახასიათებლებთან შესაბამისობის დემონსტრირებას, იმ პირობით, რომ მიღწეული იქნება ინფორმაციის იგივე დონე და ხარისხი.

2. ვალიდაცია/დადასტურება აგრეთვე შესაძლებელია განხორციელდეს კოდექს ალიმენტარიუსის, ISO ან IUPAC (IUPAC (1995), Protocol for the design, conduct and interpretation of methodperformance studies, Pure & Applied Chem, 67, 331;) მიხედვით დადგენილი ლაბორატორიათაშორისი გამოკვლევის ჩატარების გზით, ან ალტერნატიული მეთოდით, როგორიცაა ცალკეული ლაბორატორიული გამოკვლევა ან შიდა ვალიდაცია/დადასტურება (Jülicher, B., Gowik, P. and Uhlig, S. (1998) Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept. Analyst, 120, 173; Gowik, P., Jülicher, B. and Uhlig, S. (1998) Multi-residue method for non-steroidal anti-inflammatory drugs in plasma using high performance liquid chromatographyphotodiode-array detection. Method description and comprehensive in-house validation. J. Chromatogr.716, 221;) ამ შემთხვევაში გამოიყენება მოდულის პრინციპი, რომელიც მოიცავს:

ა) ვალიდაციის/დადასტურების მოდელისგან დამოუკიდებლად გამოყენებულ საერთო სამუშაო მახასიათებლების ნაკრებს;

ბ) მოდელზე დამოკიდებულ განსაკუთრებულ, უფრო სპეციფიკურ პროცედურებს დანართი N10-ით „მოდელზე დამოკიდებული და მოდელისგან დამოუკიდებული სამუშაო პარამეტრები“ განსაზღვრული მოთხოვნების შესაბამისად.

მუხლი 29. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლები

1. დადასტურებისათვის შერჩეული მეთოდის მიუხედავად, საჭიროა დადგენილ იქნეს ამ მუხლით განსაზღვრული სამუშაო მახასიათებლები.

2. სამუშაოს მოცულობის შესამცირებლად, შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს ზუსტად შემუშავებული და სტატისტიკურად სანდო მეთოდი, რათა შესაძლებელი გახდეს სხვადასხვა პარამეტრების დასადგენად ჩატარებული ექსპერიმენტების გაერთიანება.

3. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლების სპეციფიკურობისათვის (თავისებურებისთვის):

ა) მნიშვნელოვანია ანალიზის მეთოდებისთვის საანალიზო კომპონენტსა და მასთან მჭიდროდ დაკავშირებულ ნივთიერებებს (იზომერები, მეტაბოლიტები, დაშლის პროდუქტები, ენდოგენური ნივთიერებები, მატრიცის შემადგენლები და ა.შ) შორის განსხვავებულობა. ინტერფერენციის შემოწმებისათვის აუცილებელია ორი მეთოდი;

ბ) უნდა მოხდეს პოტენციური ხელშემშლელი ნივთიერებების შერჩევა და განხორციელდეს შესაბამისი სუფთა ნიმუშების ანალიზი, რათა გამოვლენილ იქნეს შესაძლო ინტერფერენციები და შეფასდეს მათი ზემოქმედება;

ბ.ა) ამორჩეულ იქნეს ქიმიურად დაკავშირებული ნივთიერებები (მეტაბოლიტები, დერივატივები-დაშლის პროდუქტები, სხვ.) ან სხვა ნივთიერებები, რომლებიც გვხვდება ნიმუშთან ერთად და ზეგავლენას ახდენს კვლევაზე;

ბ.ბ) უნდა გაანალიზდეს შესაბამისი რეპრეზენტატიული სუფთა ნიმუშების რაოდენობა ($n \geq 20$) და შემოწმებულ იქნეს კვლევის ფარგლებში შესაძლო ინტერფერენციები (სიგნალები, პიკები, იონების კვალი), სადაც მოსალოდნელია შესაბამისი საანალიზო კომპონენტის ელუცია;

ბ.გ) დამატებით, შესაბამისი რეპრეზენტატიული სუფთა ნიმუშები გამდიდრებულ უნდა იქნეს შესაბამისი ნივთიერების კონცენტრაციით, რომელიც სავარაუდოდ ხელს უშლის საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიცირებას და/ან რაოდენობის განსაზღვრას;

ბ.დ) ანალიზის შემდგომ გამოკვლეულ უნდა იქნეს:

ბ.დ.ა) არასწორი იდენტიფიცირების შესაძლებლობა;

ბ.დ.ბ) შესაბამისი საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიცირების სირთულე ერთი თუ მეტი ინტერფერენციის მიზეზით ან რაოდენობის განსაზღვრაზე ზეგავლენის სიდიდე.

4. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლების სანდოობის/ სარწმუნოობისათვის:

ა) სანდოობის/სარწმუნოობის (სისწორის ერთ-ერთი კომპონენტის) დადგენა შესაძლებელია მხოლოდ ატესტირებული (დაშვებული) ეტალონური მასალის (CRM) მეშვეობით. CRM გამოყენებულ უნდა იქნეს შეძლებისდაგვარად. პროცედურა დეტალურად განისაზღვრება ISO 5725-4 (ISO 5725: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions; ISO 5725-2 Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method; Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method;);

ბ) მაგალითი:

ბ.ა) უნდა განხორციელდეს CRM-ს ექვსი ასლის ანალიზი აღნიშნული მეთოდის ტესტირების ინსტრუქციების შესაბამისად;

ბ.ბ) უნდა განისაზღვროს საანალიზო კომპონენტის კონცენტრაცია ყოველი ასლის ნიმუშში;

ბ.გ) გამოთვლილ უნდა იქნეს აღნიშნული კონცენტრაციების საშუალო, სტანდარტული გადახრა და ვარიაციის კოეფიციენტი (%);

ბ.დ) სანდოობა/სარწმუნოობა გამოთვლილ უნდა იქნეს გამოვლენილი საშუალო კონცენტრაციის ატესტირებულ მნიშვნელობაზე გაყოფით (გაზომილია როგორც კონცენტრაცია) და 100-ზე გამრავლებით, რათა შედეგი გამოხატულ იქნეს პროცენტული მაჩვენებლით;

გ) სანდოობა/სარწმუნოობა (%)=აღდგენით-კორექტირებული გამოვლენილი საშუალო კონცენტრაცია × 100/ ეტალონური მნიშვნელობა;

დ) CRM მიუწვდომლობის შემთხვევაში, სანდოობის/სარწმუნოობის ნაცვლად აღდგენა შესაძლოა განისაზღვროს ISO 5725-4.1.2.1-ით დადგენილი წესით.

5. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლების მიახლოებითობისათვის (უმნიშვნელო ცვლილება):

ა) მსგავს კვლევებში გამოიყენება ლაბორატორიის მიერ უმნიშვნელო დასაბუთებული ცვლილებები და მათ შედეგებზე დაკვირვება;

ბ) გამოკვლევის დაწყებამდე უნდა განოხრციელდეს ნიმუშების შესწავლა წინასწარი დამუშავების ფაქტორების, გასუფთავების და ანალიზის მეშვეობით, რამაც შესაძლოა ზეგავლენა იქონიოს გაზომვის შედეგებზე. ამგვარი ფაქტორები შესაძლოა შეიცავდეს საანალიზო კომპონენტს, რეაქტივების წყაროსა და ვარგისიანობას, გამხსნელებს, სტანდარტებს და ნიმუშების ექსტრაქტებს, გაცხელების რეჟიმს, ტემპერატურას, PH მნიშვნელობას და მრავალ სხვა ფაქტორს, რომლებსაც შესაძლოა ადგილი ჰქონდეს ლაბორატორიაში. აღნიშნული ფაქტორების მოდიფიკაცია უნდა განხორციელდეს იმ სიდიდით, რომელიც ემთხვევა ლაბორატორიაში ჩვეულებრივ გამოვლენილ გადახრებს. მათ შორის:

ბ.ა) უნდა განხორციელდეს იმ შესაძლო ფაქტორთა იდენტიფიცირება, რომლებმაც შესაძლოა ზეგავლენა იქონიონ შედეგებზე;

ბ.ბ) ყოველი ფაქტორის ცვლილება უნდა განხორციელდეს სიფრთხილით;

ბ.გ) მიახლოებითობის ანალიზი უნდა ჩატარდეს Youden მეთოდის გამოყენებით (OAC-I Peer Verified Methods, Policies and Procedures, 1993, AOAC International, 2200 Wilson Blvd., Suite 400, Arlington, Virginia 22201-3301, USA; W.J. Youden; Steiner, E.H.; 'Statistical Manual of the AOAC–Association of Official Analytical Chemists', AOAC-I, Washington DC: 1975, p. 35 ff). აღნიშნულ შემთხვევაში შესაძლებელია სხვა აღიარებული მეთოდების გამოყენებაც. თუმცა, Youden მეთოდი საჭიროებს მინიმალურ ძალისხმევას). Youden-ის მეთოდი წარმოადგენს ფაქტორულ ექსპერიმენტს. სხვადასხვა ფაქტორებს შორის ურთიერთქმედება არ არის დადგენილი;

ბ.დ) იმ შემთხვევაში, თუ ფაქტორი მნიშვნელოვან ზეგავლენას ახდენს გაზომვის შედეგებზე, აღნიშნული ფაქტორის მისაღებობის ზღვარის გადაწყვეტის მიზნით უნდა ჩატარდეს ახალი ექსპერიმენტი;

ბ.ე) ფაქტორები, რომლებიც მნიშვნელოვან ზეგავლენას ახდენენ შედეგებზე, მკაფიოდ უნდა იქნენ იდენტიფიცირებულნი მეთოდის ოქმში;

გ) მიზანი მდგომარეობს არა ცვლილების შესწავლაში, არამედ ერთდროულად რამდენიმე ვარიაციის წარმოდგენაში. მაგალითი: შვიდი სხვადასხვა ფაქტორი, რომლებმაც შესაძლოა ზეგავლენა იქონიონ შედეგებზე, გამოხატულია A, B, C, D, E, F, G ნომინალური მნიშვნელობებით, იმ შემთხვევაში, თუ მათი ნომინალური ცვლილებები იცვლება უმნიშვნელოდ. აღნიშნული მნიშვნელობების ალტერნატიული მნიშვნელობები აღნიშნულ უნდა იქნეს შესაბამისი ლათინური პატარა ასოებით - a, b, c, d, e, f, g აღნიშნული შედეგად გამოიღებს 2^7 ან 128 შესაძლო კომბინაციას;

დ) შესაძლებელია შერჩეულ იქნეს რვა კომბინაცია, რომელთაც აქვთ ბალანსი ლათინურ დიდ და პატარა ასოებს შორის (დანართი №11). უნდა განხორციელდეს რვა განსაზღვრა, რომლებშიც გამოყენებული იქნება შერჩეული ფაქტორების (A-G) კომბინაციები. შედეგები მოცემულია დანართ №11-ში „მიახლოებითობის (უმნიშვნელო ცვლილების) შესწავლის ექსპერიმენტული მეთოდი".

6. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლების სტაბილურობისათვის:

ა) შენახვისას ან ანალიზის დროს ნიმუშში საანალიზო კომპონენტის ან მატრიცის კომპონენტების შეუსაბამო სტაბილურობამ შესაძლოა ანალიზის შედეგებში გამოიწვიოს მნიშვნელოვანი გადახრა. ამასთანავე, ხსნარში შემოწმებულ უნდა იქნეს დაკალიბრების სტანდარტი. ჩვეულებრივ საანალიზო კომპონენტის სტაბილურობა კარგად განისაზღვრება შენახვის სხვადასხვა პირობებში. შენახვის პირობების მონიტორინგი წარმოადგენს ლაბორატორიის აკრედიტაციის ნაწილს. როდესაც სტაბილურობა არ არის ცნობილი;

ბ) საანალიზო კომპონენტის სტაბილურობის განსაზღვრა ხსნარში ხდება შემდეგნაირად:

ბ.ა) უნდა მომზადდეს საანალიზო კომპონენტის ახალი ხსნარი და ტესტირების ინსტრუქციების შესაბამისად მოხდეს მისი განზავება თითოეული შერჩეული კონცენტრაციის შესაბამისი ჯერადობით (მაგ.: 40) (იმ ნივთიერებებისათვის, რომელთა დასაშვები ზღვარი არ არის დადგენილი - მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი, ან სხვა ნივთიერებებისათვის - დასაშვებ ზღვართან ახლოს). უნდა მომზადდეს საანალიზო კომპონენტის ორივე ხსნარი, რომელიც გამოიყენება გამდიდრებისა და ხსნარის საბოლოო ანალიზისათვის ან ნებისმიერი სხვა საკვლევი ხსნარი (მაგ.: წარმოებული სტანდარტები);

ბ.ბ) ახლად მომზადებულ ხსნარში საანალიზო კომპონენტის შემადგენლობა უნდა შემოწმდეს ტესტირების ინსტრუქციების შესაბამისად;

ბ.გ) შესაბამისი მოცულობები უნდა გადანაწილდეს შესაბამის კონტეინერებში, გაუკეთდეს მარკირება და შენახულ იქნეს დანართი N12-ით „ხსნარში საანალიზო კომპონენტის სტაბილურობის განსაზღვრის სქემა“ შესაბამისად;

გ) შენახვის ვადად შესაძლოა შერჩეულ იქნეს ერთი, ორი, სამი ან ოთხი კვირა ან აღნიშნულზე ხანგრძლივი ვადა საჭიროებისამებრ, მაგ.: იდენტიფიკაციის ან/და რაოდენობის განსაზღვრის დროს პირველი დეგრადაცის ნიშნები. რეგისტრირებულ უნდა იქნეს შენახვის მაქსიმალური ვადა და შენახვის ოპტიმალური პირობები;

დ) ყოველ ჯერადში საანალიზო კომპონენტების კონცენტრაციის გამოთვლა უნდა განხორციელდეს ანალიზის დროს მომზადებული საანალიზო კომპონენტის ახალი ხსნარის გამოყენებით 100%-ში. სადაც:

დ.ა) დარჩენილი საანალიზო კომპონენტი (%) = $C_i \times 100/C_{\text{ახალი}}$;

დ.ბ) C_i =კონცენტრაციას დროის მოცემული მომენტისათვის;

დ.გ) C_{fresh} = ახალი ხსნარის კონცენტრაცია;

ე) მატრიცაში საანალიზო კომპონენტის სტაბილურობასთან დაკავშირებით:

ე.ა) როდესაც შესაძლებელია, კვლევისას გამოყენებულ უნდა იქნეს არასტაბილური ნიმუშები. როდესაც ასეთი ნიმუშები არ არის ხელმისაწვდომი, გამოყენებულ უნდა იქნეს საანალიზო კომპონენტით გამდიდრებული მატრიცა;

ე.ბ) არასტაბილური მასალის შემთხვევაში, კონცენტრაცია განსაზღვრულ უნდა იქნეს მანამ, სანამ მასალა ახალია. მასალის შემდგომი ჯერადების აღება შესაძლებელია კონცენტრაციის განსაზღვრიდან ერთი, ორი, ოთხი და 20 კვირის შემდგომ. ქსოვილის შენახვა უნდა განხორციელდეს, სულ მცირე, -20ºC ან უფრო დაბალ ტემპერატურაზე;

ე.გ) თუ არასტაბილური მასალა არ არის ხელმისაწვდომი, აღებულ უნდა იქნეს სუფთა მასალა, უნდა მოხდეს მისი ჰომოგენიზაცია. მასალა გაყოფილ უნდა იქნეს ხუთ ნაწილად. თითოეული ნაწილი გამდიდრებულ უნდა იქნეს საანალიზო კომპონენტით, რომელიც სასურველია მომზადებულ იქნეს მცირე რაოდენობით წყალხსნარის სახით. ერთი ნაწილის ანალიზი უნდა განხორციელდეს დაუყოვნებლივ. დარჩენილი ნაწილი შენახულ უნდა იქნეს, სულ მცირე, -20ºC-ზე ან თუ საჭიროა, უფრო დაბალ ტემპერატურაზე და ჩატარდეს მისი ანალიზი ერთი, ორი, ოთხი ან ოცი კვირის შემდეგ.

7. მოდელისგან დამოუკიდებელი სამუშაო მახასიათებლების საკალიბრო მრუდისათვის:

ა) როდესაც საკალიბრო მრუდის გამოყენება ხდება რაოდენობრივი განსაზღვრისათვის:

ა.ა) მრუდის ასაგებად გამოყენებულ უნდა იქნეს, სულ მცირე, ხუთი დონე (ნულის ჩათვლით) კალიბრაციის მრუდის გამოყენება კვანტიფიკაციისათვის;

ა.ბ) აუცილებლად აღწერილ უნდა იქნეს საკალიბრო მრუდის სამუშაო დიაპაზონი;

ა.გ) აუცილებლად აღწერილ უნდა იქნეს მრუდის მათემატიკური ფორმულა და მისი უტყუარობა;

ა.დ) აუცილებლად აღწერილ უნდა იქნეს საკალიბრო მრუდის მისაღები დიაპაზონი;

ბ) როდესაც აუცილებელია სერიული კალიბრაციის სტანდარტულ ხსნარზე დაფუძნება, მითითებულ უნდა იქნეს კალიბრაციის მრუდის მისაღები დიაპაზონი, რომელიც შესაძლოა განსხვავდებოდეს სერიების შესაბამისად.

მუხლი 30. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურები

1. პირობითი მეთოდებით პარამეტრების გამოთვლა საჭიროებს რამდენიმე ინდივიდუალური ექსპერიმენტის ჩატარებას. ყოველ მნიშვნელოვან ცვლილებასთან დაკავშირებით განსაზღვრულ უნდა იქნეს სამუშაო მახასიათებლები. მულტი-ანალიზური მეთოდებისათვის უნდა განხორციელდეს რამდენიმე საანალიზო კომპონენტის ერთდროული ანალიზი, შესაძლებლობის მიხედვით შესაბამისი ინტერფერენციის თავიდან აცილებით.

2. რამდენიმე სამუშაო მახასიათებელი შესაძლებელია განსაზღვრულ იქნეს იდენტური მეთოდებით. სამუშაოს მოცულობის მინიმუმამდე შესამცირებლად რეკომენდებულია შეძლებისდაგვარად, რაც შეიძლება მეტი ექსპერიმენტების გაერთიანება (მაგ.: განმეორებადობა და შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოება სპეციფიკურობასთან (თავისებურებასთან), სუფთა ნიმუშების ანალიზი ზღვრული მნიშვნელობისა და სპეციფიკურობის (თავისებურების) განსაზღვრისათვის.

3. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების აღდგენისათვის:

ა) CRM-ის მიუწვდომლობის შემთხვევაში, აღდგენა განსაზღვრულ უნდა იქნეს ექსპერიმენტის მეშვეობით, რომლის დროსაც გამოყენებული იქნება გამდიდრებული სუფთა მატრიცა შემდეგი სქემის მიხედვით:

ა.ა) შეირჩეს სუფთა მასალის 18-ჯერადი ნაწილი და გამდიდრდეს ექვსის ჯერადი 1, 1.5 და 2-ჯერ, მინიმალურ აუცილებელ სამუშაო ზღვარზე ან დასაშვებ ზღვარზე 0,5, 1 და 1.5- ჯერ;

ა.ბ) განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი და ყოველ ნიმუშში განისაზღვროს კონცენტრაცია;

ა.გ) თითოეული ნიმუშისათვის განისაზღვროს აღდგენა „ე“ ქვეპუნქტით განსაზღვრული განტოლების შესაბამისად;

ა.დ) უნდა გამოითვალოს აღდგენის საშუალო მაჩვენებელი და CV თითოეული დონის ექვსი შედეგიდან;

ა.ე) აღდგენა % = 100x გაზომილი შემცველობა/გამდიდრების დონე;

ბ) ამ მუხლის მე-3 პუნქტის „ა“ ქვეპუნქტით დადგენილი მეთოდი აღდგენის განსაზღვრებასთან დაკავშირებით წარმოადგენს ამ ტექნიკური რეგლამენტის 34-ე მუხლით განსაზღვრულ სტანდარტული ნივთიერების დამატების მეთოდის ვარიანტს, როდესაც:

ბ.ა) ნიმუში საანალიზო ნიმუშის ნაცვლად განიხილება სუფთა ნიმუშად;

ბ.ბ) ითვლება, რომ შედეგი (ISO 17025: 1999 General requirement for the competence of calibration and

testing laboratories;) და აღდგენა (ISO 3534-1: 1993 Statistical Methods for quality control — Vol. 1 vocabulary and symbols;) ორ საკვლევ ნიმუშში იდენტურია;

ბ.გ) საკვლევ ნიმუშებს აქვთ ერთნაირი მასა და მათგან ხდება ერთნაირი მოცულობის ექსტრაქცია;

ბ.დ) ყოველ მეორე ანუ ყოველ მომდევნო საკვლევ ნიმუშზე დამატებული დაკალიბრების სტანდარტის რაოდენობა აღინიშნება როგორც X_{ADD} . ($X_{ADD}=\rho_A.V_A$);

ბ.ე) X1 წარმოადგენს სუფთა ნაწილის გაზომილ მნიშვნელობას, ხოლო X2 - მეორე საკვლევი ნაწილის (მომდევნო) გაზომილ მნიშვნელობას;

ბ.ვ) მაშინ, აღდგენა % =100 $(X_2 - X_1) / X_{ADD.}$

გ) როდესაც ერთ ერთი ზემოაღნიშნული პირობა არ მიიღწევა (ან მიჩნეულია, რომ არ უნდა იქნეს მიღწეული), განხორციელებულ უნდა იქნეს ამ ტექნიკური რეგლამენტის 34-ე მუხლით განსაზღვრული სტანდარტული ნივთიერების დამატების მეთოდით.

4. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების განმეორებადობისათვის:

ა) უნდა მომზადდეს საანალიზო კომპონენტით გამდიდრებული იდენტური მატრიცების ნიმუშების ნაკრები, რათა მიღებულ იქნეს შესაბამისი ეკვივალენტური კონცენტრაციები - 1, 1.5 და 2-ჯერ, მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარით ან დასაშვებ ზღვართან მიმართებაში - 0,5, 1 და 1.5-ჯერ. ამასთანავე:

ა.ა) ყოველ დონეზე ანალიზი უნდა ჩატარდეს, სულ მცირე , 6-ჯერ;

ა.ბ) უნდა განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი და გამოთვლილ იქნეს თითოეულ ნიმუშში გამოვლენილი კონცენტრაცია;

ა.გ) უნდა დადგინდეს გამდიდებული ნიმუშების საშუალო კონცენტრაცია, სტანდარტული გადახრა და ვარიაციის კოეფიციენტი (%);

ა.დ) ამ მუხლის მე-4 პუნქტის „ა.ბ-ა.დ“ ქვეპუნქტებით განსაზღვრული ქმედებები უნდა განმეორდეს, სულ მცირე, 2-ჯერ;

ა.ე) უნდა გამოითვალოს საერთო საშუალო კონცენტრაცია და CV გამდიდრებულ ნიმუშებთან მიმართებაში.

5. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების შიდალაბორატორიული შედეგების დაახლოებისათვის:

ა) უნდა მომზადდეს საანალიზო კომპონენტით გამდიდრებული იდენტური ან განსხვავებული მატრიცების ნიმუშების ნაკრები, რათა მიღებულ იქნეს ეკვივალენტური კონცენტრაციით - 1.5 და 2-ჯერ მინიმალური აუცილებელი სამუშო ზღვარი და 0.5, 1 და 1.5-ჯერ დასაშვები ზღვარი;

ბ) ყოველ დონეზე ანალიზი უნდა ჩატარდეს, სულ მცირე, 6-ჯერ;

გ) ამ მუხლის პირველი და მე-2 პუნქტებით განსაზღვრული მოქმედება უნდა განმეორდეს, სულ მცირე, ორჯერ, სხვადასხვა ოპერატორებთან და განსხვავებულ გარემო პირობებში, მაგ.: რეაქტივების სხვადასხვა პარტია, გამხსნელები და სხვ. ოთახის სხვადასხვა ტემპერატურა, სხვადასხვა ინსტრუმენტები და ა.შ. თუ შესაძლებელია;

დ) უნდა განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი;

ე) გამოთვლილ იქნეს თითოეულ ნიმუშში გამოვლენილი კონცენტრაცია;

ვ) უნდა დადგინდეს გამდიდრებული ნიმუშების საშუალო კონცენტრაცია, სტანდარტული გადახრა და

ვარიაციის კოეფიციენტი (%).

6. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების შედეგების დაახლოების შემოწმების მიზნით, ლაბორატორიებმა მონაწილეობა უნდა მიიღონ გაერთიანებულ კვლევებში ISO 5725-2 (ISO 5725: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions; ISO 5725-2 Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method; Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method) შესაბამისად.

7. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების ზღვრული მნიშვნელობისათვის (CCα):

ა) ზღვრული მნიშვნელობა ანალიზის მეთოდებისათვის დადგენილ უნდა იქნეს დადგენილი იდენტიფიკაციის მოთხოვნების ან იდენტიფიკაციას დამატებული რაოდენობის განსაზღვრის შესაბამისად, როგორც მოცემულია თავი II-ში „სამუშაო კრიტერიუმები და სხვა მოთხოვნები ანალიზის მეთოდებისადმი“;

ბ) იმ ნივთიერებებთან მიმართებაში, რომლებთან დაკავშირებითაც არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი, **CCα-ს** დადგენა ხდება ერთ-ერთი პროცედურით:

ბ.ა) ISO 11843 (ISO 11843: 1997 Capability of detection — Part 1: Terms and definitions, Part 2: Methodology in the linear calibration case Part 2: Methodology in the linear calibration case)-ით გათვალისწინებული საკალიბრო მრუდის პროცედურის შესაბამისად (აღნიშნული შეეხება მდგომარეობის ცვლად პარამეტრებს). აღნიშნულ შემთხვევაში გამოიყენება სუფთა მასალა, რომელიც გამდიდრებულ უნდა იქნეს მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვრების ფარგლებში ექვიდისტანციურ საფეხურზე. უნდა ჩატარდეს ნიმუშების ანალიზი. იდენტიფიკაციის შემდგომ უნდა მოხდეს განსაზღვრული კონცენტრაციის აღნიშვნა. შესაბამისი კონცენტრაცია კოორდინატთა y ღერძზე პლიუს შიდა ლაბორატორიული დაახლოების 2,33-ჯერ სტანდარტული გადახრა, ტოლია ზღვრული მნიშვნელობის. ეს გამოიყენება მხოლოდ რაოდენობრივი ანალიზის ჩატარებისას (α = 1%);

ბ.ბ) თითოეულ მატრიცაზე, სულ მცირე, 20 სუფთა მასალის ანალიზით, რათა შესაძლებელი იყოს ხმაურის კოეფიციენტის სიგნალის გამოთვლა დროის იმ მონაკვეთის ფარგლებში, რომელშიც მოსალოდნელია საანალიზო კომპონენტის დაყოვნება. ხმაურისა და სიგნალის მნიშვნელობის თანაფარდობა შესაძლებელია 3-ჯერ იქნეს გამოყენებული ზღვრულ მნიშვნელობად. აღნიშნული გამოიყენება რაოდენობრივი და თვისობრივი ანალიზის დროს;

გ) იმ ნივთიერებებთან მიმართებაში, რომლებთან დაკავშირებითაც დადგენილია დასაშვები ზღვარი, CCα-ს დადგენა ხდება ერთ-ერთი პროცედურით:

გ.ა) ISO 11843-ით გათვალისწინებული საკალიბრო მრუდის პროცედურების შესაბამისად. აღნიშნულ შემთხვევაში გამოიყენება რეპრეზენტატიული სუფთა მასალა, რომელიც გამდიდრებულ უნდა იქნეს ეკვიდისტანციურ საფეხურზე მიახლოებით დაშვებული სამუშაო ზღვარის ფარგლებში. უნდა განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი, იდენტიფიკაციის შემდგომ უნდა მოხდეს განსაზღვრული კონცენტრაციის აღნიშვნა. შესაბამისი კონცენტრაცია, დასაშვებ ზღვართან მიმართებაში, პლიუს შიდა ლაბორატორიული დაახლოების 1,64-ჯერ სტანდარტული გადახრა, ტოლია ზღვრული მნიშვნელობის. ეს გამოიყენება მხოლოდ რაოდენობრივი ანალიზის ჩატარებისას (α = 5 %);

გ.ბ) თითოეულ მატრიცაზე, სულ მცირე, 20 სუფთა მასალის ანალიზით, რომლებიც გამდიდრებულია საანალიზო კომპონენტით დასაშვებ ზღვრამდე. კონცენტრაცია დასაშვებ ზღვარზე პლიუს 1,64-ჯერ შესაბამისი სტანდარტული გადახრა ტოლია ზღვრული მნიშვნელობის (α = 5 %).

8. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების მნიშვნელობისათვის, გამოვლენის შესაძლებლობისათვის (CCβ):

ა) გამოვლენის შესაძლებლობა განსაზღვრულ უნდა იქნეს სკრინინგის, იდენტიფიკაციის ან იდენტიფიკაციას დამატებული რაოდენობრივი მაჩვენებელის შესაბამისად;

ბ) იმ ნივთიერებების შემთხვევაში, რომლებთან მიმართებაშიც არ არის დადგენილი დასაშვები

ზღვარი, CCβ შესაძლებელია დადგინდეს ერთ-ერთი პროცედურით:

ბ.ა) ISO 11843-ით გათვალისწინებული საკალიბრო მრუდის პროცედურების შესაბამისად. აღნიშნულ შემთხვევაში გამოიყენება რეპრეზენტატიული სუფთა მასალა, რომელიც გამდიდრებულ უნდა იქნეს ეკვიდისტანციურ საფეხურზე მიახლოებით დასაშვებ სამუშაო ზღვარზე დაბლა. უნდა განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი, იდენტიფიკაციის შემდგომ უნდა მოხდეს განსაზღვრული კონცენტრაციის აღნიშვნა. შესაბამისი კონცენტრაცია განსაზღვრულ მაჩვენებელზე, დამატებული 1,64-ჯერ შიდა ლაბორატორიული დაახლოების საშუალოდ გაზომილი შემცველობის სტანდარტული გადახრა, დასაშვებ ზღვართან მიმართებაში, ტოლია გამოვლენის შესაძლებლობის (β = 5 %);

ბ.ბ) თითოეულ მატრიცაზე, სულ მცირე, 20 სუფთა მასალის ანალიზით, რომლებიც გამდიდრებულია საანალიზო კომპონენტით დაშვებულ ზღვრამდე. მოხდეს ნიმუშის ანალიზი და საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიცირება. ზღვრული მნიშვნელობის სიდიდეს დამატებული 1,64-ჯერ სტანდარტული გადახრის შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოების გაზომილი შემცველობა ტოლია გამოვლენის შესაძლებლობის (β = 5 %);

ბ.გ) თუ არ არსებობს რაოდენობრივი შედეგი, გამოვლენის შესაძლებლობა შესაძლებელია განისაზღვროს გამდიდრებული სუფთა მასალის გამოკვლევით, ზემოაღნიშნულ ზღვრულ მნიშვნელობაზე ან ამ მაჩვენებელზე ზემოთ. აღნიშნულ შემთხვევაში კონცენტრაციის დონე, რომლის მხოლოდ ≤5% შესაძლოა იყოს არაზუსტი, ტოლია მეთოდის გამოვლენის შესაძლებლობის. შესაბამისად, ჩატარებულ უნდა იქნეს, სულ მცირე, 20 კვლევა კონცენტრაციის, სულ მცირე, ერთ დონესთან მიმართებაში, რათა უზრუნველყოფილ იქნეს აღნიშნული შერჩევის საიმედო საფუძველი;

გ) იმ ნივთიერების შემთხვევაში, როდესაც დადგენილია დასაშვები ზღვარი, CCβ შესაძლოა დადგინდეს ერთ-ერთი პროცედურით:

გ.ა) ISO 11843-ით გათვალისწინებული საკალიბრო მრუდის პროცედურების შესაბამისად. აღნიშნულ შემთხვევაში გამოიყენება რეპრეზენტატიული სუფთა მასალა, რომელიც გამდიდრებული უნდა იყოს ეკვიდისტანციურ საფეხურზე მიახლოებით დასაშვები სამუშაო ზღვარის ფარგლებში. უნდა განხორციელდეს ნიმუშების ანალიზი და საანალიზო კომპონენტის იდენტიფიცირება. გამოანგარიშებულ უნდა იქნეს ზღვრულ მნიშვნელობაზე გაზომილი შედეგების საშუალო შემცველობის სტანდარტული გადახრა. შესაბამისი კონცენტრაცია დასაშვებ ზღვართან მიმართებაში დამატებული 1,64-ჯერ შიდა ლაბორატორიული შედეგების განმეორებადობის სტანდარტული გადახრა ტოლია გამოვლენის შესაძლებლობის (β = 5%);

გ.ბ) თითოეულ მატრიცაზე, სულ მცირე, 20 სუფთა მასალის ანალიზით, რომლებიც გამდიდრებულია საანალიზო კომპონენტით დაშვებულ ზღვრამდე. ზღვრული მნიშვნელობის სიდიდეს დამატებული 1,64-ჯერ შესაბამისი სტანდარტული გადახრა ტოლია გამოვლენის შესაძლებლობის (β = 5%).

9. პირობითი ვალიდაციის/დამტკიცების პროცედურების მიახლოებითობისათვის (მნიშვნელოვანი ცვლილებები):

ა) ანალიზის მეთოდის ტესტირება უნდა განხორციელდეს სხვადასხვა ექსპერიმენტულ პირობებში, რომელიც თავის მხრივ მოიცავს სხვადასხვა სახეობებს, სხვადასხვა მატრიცებს ან ნიმუშის აღების პირობებს;

ბ) წარმოდგენილი ცვლილებები უნდა იყოს შეფასებული. აღნიშნული ცვლილებების მნიშვნელობა შესაძლებელია შეფასდეს Youden-ის მეთოდის გამოყენებით (OAC-I Peer Verified Methods, Policies and Procedures, 1993, AOAC International, 2200 Wilson Blvd., Suite 400, Arlington, Virginia 22201-3301, USA; W.J. Youden; Steiner, E.H.; 'Statistical Manual of the AOAC–Association of Official Analytical Chemists', AOAC-I, Washington DC: 1975, p. 35 ff.) თითოეული სამუშო მახასიათებელი განსაზღვრულ უნდა იქნეს ყველა იმ მნიშვნელოვან ცვლილებეთან მიმართებაში, რომელმაც მნიშვნელოვანი გავლენა მოახდინა ანალიზის შესრულებაზე.

მუხლი 31. ვალიდაცია/დადასტურება ალტერნატიული მოდელის შესაბამისად

1. ალტერნატიული ვალიდაციის/დადასტურების პროცედურების გამოყენებისას, დადასტურების

ოქმში შეტანილ უნდა იქნეს საბაზისო მოდელი და სტრატეგია შესაბამის მოთხოვნებთან ერთად, ვარაუდები და ფორმულები ან, სულ მცირე, მითითებულ უნდა იქნეს მინიშნება მათ ხელმისაწვდომობაზე. მაგალითად, შიდა დადასტურების მოდელი, რომელშიც სამუშაო მახასიათებლები განისაზღვრება ისე, რომ შესაძლებელია მნიშვნელოვანი ცვლილებების დადასტურება დადასტურების იგივე პროცედურით. ეს მოითხოვს დადასტურების ექსპერიმენტული გეგმის შემუშავებას.

2. ფაქტორების მაგალითები, რომელიც მნიშვნელოვანია ვალიდაციის/დადასტურების პროცედურებისათვის, მოცემულია დანართ №13-ში, ხოლო შესაძლო ექსპერიმენტული გეგმა - დანართ №14-ში.

3. ვალიდაციის/დადასტურების ალტერნატიული მოდელის შესაბამისად:

ა) ექსპერიმენტული გეგმა შემუშავებულ უნდა იქნეს სხვადასხვა სახეობის და განსხვავებული ფაქტორების გამოკვლევებზე დაყრდნობით. შესაბამისად, დადასტურების მთლიანი პროცედურის პირველ ეტაპზე განისაზღვრება საკვლევი პოპულაციები, რომელთა ანალიზი უნდა განხორციელდეს შემდგომში ლაბორატორიაში, იმისათვის, რომ შერჩეულ იქნეს ყველაზე მნიშვნელოვანი სახეობები და ის ფაქტორები, რომლებმაც შესაძლებელია გავლენა იქონიოს გაზომვის შედეგებზე. შესაბამისად, კონცენტრაციის დიაპაზონი შერჩეულ უნდა იქნეს მნიშვნელობის (სიდიდის) დონის შესაბამისად;

ბ) ექსპერიმენტული გეგმის მაგალითია:

ბ.ა) რამდენიმე საანალიზო კომპონენტის ერთდროული გამოკვლევა შესაძლებელია დამადასტურებელი ანალიზის მეთოდის გამოყენებით;

ბ.ბ) განისაზღვრება წამყვანი ფაქტორის ორ ვარიანტი (A და B). მთავარი ფაქტორები წარმოქმნიან საფუძველს, რომლის მიხედვითაც ერთიანდება ფაქტორის დონეები. აღნიშნული მთავარი ფაქტორები შესაძლოა მოიცავდნენ ისეთ ფაქტორებს, როგორიცაა სახეობები ან მატრიცა. აღნიშნულ მაგალითში მთავარი ფაქტორი მერყეობდა ორ დონეზე (A და B). შესაბამისად შესაძლებელია რომ მთავარი ფაქტორები მერყეობდნენ ორ ან მეტ დონეზე, რომელიც მხოლოდ ზრდის ჩასატარებელი ანალიზის რაოდენობას;

ბ.გ) შერჩეული ფაქტორები უნდა ვარირებდნენ ორ დონეზე (აღნიშნულია როგორც “+„ ან „–);

გ) ვალიდაციის/დადასტურების სრული ექსპერიმენტის განხორციელებისათვის უნდა ჩატარდეს 5x16=80 ანალიზი, რამდენადაც თითოეული ნიმუში (თითოეული ფაქტორის დონის კომბინაცია) დაკავშირებულ უნდა იქნეს ოთხ სხვადასხვა კონცენტრაციასთან, მნიშვნელობის (სიდიდის) დონის შესაბამისად და თითოეული დონისათვის ანალიზი უნდა ჩაუტარდეს ერთ სუფთა ნიმუშს;

დ) აღნიშნული 80 მაჩვენებლიდან შესაძლებელია განსაზღვრულ იქნეს (Jülicher, B., Gowik, P. and Uhlig, S. (1998) Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept. Analyst, 120, 173; Gowik, P., Jülicher, B. and Uhlig, S. (1998) Multi-residue method for non-steroidal anti-inflammatory drugs in plasma using high performance liquid chromatographyphotodiode-array detection. Method description and comprehensive in-house validation. J. Chromatogr), 716, 221; აღდგენა, კერძოდ:

დ.ა) კონცენტრაციის თითოეული დონის განმეორებადობა (S_{ir});

დ.ბ) კონცენტრაციის თითოეული დონის შიდა ლაბორატორიული დაახლოება (S_{ir});

დ.გ) ზღვრული მნიშვნელობა (CCα);

დ.დ) გამოვლენის შესაძლებლობა (CCβ);

დ.ე) სიმძლავრის (ენერგეტიკული) მრუდი (კონცენტრაციის საწინააღმდეგო β ცდომილების კოეფიციენტი უნდა განისაზღვროს ამ ტექნიკური რეგლამენტის 31-ე მუხლის მე-4 პუნქტის შესაბამისად;

დ.ვ) მნიშვნელოვანი ცვლილებების მიახლოებითობა და უმნიშვნელო ცვლილებების სტაბილურობა განსაზღვრულ უნდა იქნეს ამ ტექნიკური რეგლამენტის 29-ე მუხლის მე-5 პუნქტის შესაბამისად;

დ.ზ) 16 ნიმუშთან დაკავშირებული საკალიბრო მრუდი;

დ.თ) ერთი სრული საკალიბრო მრუდი;

დ.ი) სრული საკალიბრო მრუდის წინასწარ განსაზღვრული ინტერვალი;

დ.კ) მატრიცით გამოწვეული გადახრები (S_{mat});

დ.ლ) ექსპლუატაციით გამოწვეული გადახრები (S_{run});

დ.მ) ინდივიდუალური ფაქტორების ზეგავლენა გაზომვის შედეგებზე;

ე) სამუშაო მახასიათებლები მეთოდის სრულყოფილად შეფასების შესაძლებლობას იძლევა, რამდენადაც შესაძლებელია, არა მარტო ცალკეული ინდივიდუალური ფაქტორის ზეგავლენის გამოკვლევა, არამედ მათი კომბინაციით გამოწვეული ზეგავლენის გამოკვლევა;

ვ) ექსპერიმენტული გეგმის დახმარებით შესაძლებელია მიღებულ იქნეს გადაწყვეტილება ამა თუ იმ შერჩეული ფაქტორის სრული საკალიბრო მრუდიდან გამორიცხვის შესახებ, ვინაიდან აღნიშნული მნიშვნელოვნად განსხვავდება სხვა ფაქტორების სტანდარტული გადახრიდან.

4. ვალიდაციის/დადასტურების ალტერნატიული მოდელის შესაბამისად, სიმძლავრის (ენერგეტიკული) მრუდი:

ა) იძლევა ინფორმაციას შერჩეული კონცენტრაციის დიაპაზონის ფარგლებში მეთოდის გამოვლენის შესაძლებლობის შესახებ. აღნიშნული შეეხება საკვლევი მეთოდის გამოყენებისას β–ცდომილების რისკს;

ბ) იძლევა შესაბამისი კატეგორიების (სკრინინგი, დადასტურება), ან სახეობების (ხარისხობრივი თუ რაოდენობრივი) გამოვლენის შესაძლებლობის გამოთვლის საშუალებას ცალკეულ β–ცდომილებასთან მიმართებაში (მაგ.: 5%).

5. ანალიზის მეთოდის CCβ-ის გამოვლენის შესაძლებლობის გრაფიკული გამოსახულება განსაზღვრულია დანართი №15-ის „სიმძლავრის (ენერგეტიკული) მრუდის“ მაგალითის შესაბამისად. აღნიშნულ მეთოდს 0.50 მკგ/კგ კონცენტრაციაზე გააჩნია 5%-იანი ცდომილების რისკი, 0.55 მკგ/კგ კონცენტრაციაზე კი შესაბამისი შერჩევის ცდომილება მცირდება 1%-მდე.

6. ვალიდაციის/დადასტურების ალტერნატიული მოდელის შესაბამისად, მეთოდის შედეგების დაახლოების განსაზღვრა, ცალკეული ლაბორატორიული კვლევებით (შიდალაბორატორიული ვალიდაცია/დადასტურება) საჭიროებს ISO 43-1 და 43-2 (ISO Guide 43-1: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons — Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes; ISO Guide 43-2: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons — Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies;) ინსტრუქციით გათვალისწინებულ პროფესიულ სწავლებებში განმეორებით მონაწილეობას. ლაბორატორიებს ეძლევათ საკუთარი მეთოდების შერჩევის შესაძლებლობა იმ პირობით, რომ აღნიშნული მეთოდები გამოყენებული იქნება ჩვეულ პირობებში. ლაბორატორიის სტანდარტული გადახრა შესაძლოა გამოყენებულ იქნეს მეთოდის შედეგების დაახლოების შეფასებისათვის.

მუხლი 32. სხვადასხვა ანალიზური კვლევების შედეგად მიღებული ზღვრების გრაფიკული გამოსახულებები

სხვადასხვა ანალიტიკური ზღვრების გრაფიკული გამოსახულებები მოცემულია დანართ N16-ში „ნივთიერებები, რომელთათვისაც არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი“ და დანართ N17-ში „ნივთიერებები, რომელთათვისაც დადგენილია დასაშვები ზღვარი“.

მუხლი 33. უმნიშვნელო ცვლილებების მიახლოებითობის კვლევის გამოთვლა

უმნიშვნელო ცვლილებების მიახლოებითობის კვლევის გამოთვლა YOUDEN-ის მეთოდის შესაბამისად მოცემულია დანართ №18-ში „გამოთვლის მეთოდები, იოუდენის მიდგომით მიახლოებითობა (უმნიშვნელო ცვლილებები) შემოწმებისათვის“.

მუხლი 34. მაგალითი სტანდარტული ნივთიერების დამატების მეთოდისათვის

საკვლევი ნიმუში, რომელიც შეიცავს T საანალიზო კომპონენტს, იყოფა ორ საკვლევ ნაწილად – 1 და 2, შესაბამისად m_1 და m_2 მასისა. საკვლევი ნაწილი 2 უკავშირდება საანალიზო კომპონენტის ρ_A კონცენტრაციის ხსნარის V_A მოცულობას. საკვლევი ნიმუში, V_1 და V_2 შესაბამისი მოცულობით, მიიღება ექსტრაქციითა და გასუფთავებით. სავარაუდოდ საანალიზო კომპონენტის აღდგენა ტოლია rc. ორივე ექსტრაქტის ანალიზი ხორციელდება b მგრძნობელობის გაზომვის მეთოდით და აღნიშნული იძლევა X_1 და X_2 -ის ტოლ ანალიზურ მახასიათებელს.

თუ დაშვებულია, რომ საანალიზო კომპონენტის საწყისი და გაერთიანებული ნიმუშისათვის rc და b იდენტურია, შესაძლებელი იქნება T-ს შემცველობა გამოანგარიშებულ იქნეს შემდეგნაირად:

$$T = X_1.V_1.\rho_A.V_A/(X_2.V_2.m_1 - X_1.V_1.m_2)$$

მეთოდი იძლევა rc-ის აღდგენის განსაზღვრის შესაძლებლობას. ზემოაღწერილ ანალიზზე დამატებით 1 საკვლევი ნიმუშის ექსტრაქტის ნაწილი (მოცულობა V_3) ემატება საანალიზო კომპონენტის ρB .VB ცნობილ რაოდენობას და ხდება მისი ანალიზი. ანალიზის პასუხი ტოლია X_3 -ის და აღდგენა ტოლია

$$rc = x_2.V_1.V_2.\rho_B.V_B/[x_3.V_1.V_3(T.m_2+\rho_A.V_A) - x_2.V_2.T.m_1(V_3-V_B)]$$

გარდა ამისა, შესაძლებელია b მგრძნობელობის გამოანგარიშებაც:

$$b = x_1.V_1/rc.T.m_1$$

გამოყენების პირობები და დეტალური ინფორმაცია (R.W. Stephany & L.A. van Ginkel: ‘Yield or recovery: a world of difference’. Proceedings Eight Euro Food Chem, Vienna, Austria September 18-20 (1995) Federation of European Chemical Societies, Event 206. ISBN 3-900554-17X, page 2 to 9;) შესაბამისად.

მუხლი 35. მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი

მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი სხვადასხვა ნივთიერებებისათვის მოცემულია დანართ №19-ში.

დანართი №1

შესაბამისი დამადასტურებელი მეთოდები ორგანული ნარჩენებისა და დამაბინძურებლებისათვის

გაზომვის მეთოდი	**ნივთიერებები** (საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვრის №22 დადგენილების დანართი №1-ით განსაზღვრული)	**შეზღუდვა**
LC ან GC მას –		მხოლოდ on-line ან off-line ქრომატოგრაფიული დაყოფის შემდეგ, მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ გამოიყენება სრული სკანირების მეთოდი ან, თუ გამოიყენება სულ მცირე 3 (ჯგუფი „ბ“) ან 4 (ჯგუფი „ა“)

სპექტრომეტრული გამოვლენით	„ა“ და „ბ“ ჯგუფები	საიდენტიფიკაციო წერტილი მეთოდისათვის, რომლის საშუალებითაც ვერ ხდება სრული მასსპექტრის რეგისტრაცია
LC ან GC, IR სპექტრომეტრულ გამოვლენასთან ერთად	„ა“ და „ბ“ ჯგუფები	აუცილებლად დაკმაყოფილებულ უნდა იქნეს შთანთქმის სპეციალური მოთხოვნები IR სპექტრომეტრიაში
LC- DAD სრული სკანირება	„ბ“ ჯგუფი	აუცილებლად დაკმაყოფილებულ უნდა იქნეს შთანთქმის სპეციალური მოთხოვნები UV სპექტრომეტრიაში
LC - ფლუორესცენცია	„ბ“ ჯგუფი	მხოლოდ იმ მოლეკულებისათვის, რომლებიც ავლენენ ბუნებრივ ფლურესცენციას და მოლეკულებისათვის, რომლებიც ავლენენ ფლურესცენციას ტრანსფორმაციის ან დერივატიზაციის შემდეგ.
2-D TLC - სრული სკანირება UV/VIS	„ბ“ ჯგუფი	სავალდებულოა ორგანზომილებიანი HPTLC და კომბინირებული ანუ თანა-ქრომატოგრაფია
GC- ელექტრონების შთანთქმის გამოვლენა	„ბ“ ჯგუფი	მხოლოდ იმ შემთხვევაში თუ გამოიყენება განსხვავებული პოლარობის ორი სვეტი.
LC - იმუნოგრამა	„ბ“ ჯგუფი	მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ გამოიყენება სულ მცირე ორი განსახვავებული ქრომატოგრაფიული სისტემა ან გამოიყენება სხვა, გამოვლენის დამოუკიდებელი მეთოდი.
LC – UV/VIS (ერთი ტალღის სიგრძე)	„ბ“ ჯგუფი	მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ გამოიყენება სულ მცირე ორი განსახვავებული ქრომატოგრაფიული სისტემა ან გამოიყენება სხვა, გამოვლენის დამოუკიდებელი მეთოდი.

დანართი №2

რაოდენობრივი მეთოდების მინიმალური სანდოობა (სარწმუნოობა)

მასური წილი	**დიაპაზონი**
≤ 1 მკგ/კგ	- 50 %-დან + 20%-მდე
> 1 მკგ/კგ - დან 10 მკგ/კგ-მდე	- 30%-დან +10%-მდე
≥ 10 მკგ/კგ	- 20%-დან +10%-მდე

დანართი №3

რაოდენობრივი მეთოდებისათვის ვარიაციის კოეფიციენტის (CV) შედეგების დაახლოების მაგალითები

საანალიზო კომპონენტის მასური წილის დიაპაზონის მიხედვით

მასური წილი	დაახლოება CV %
1 მკგ/კგ	(*)
10 მკგ/კგ	(*)
100 მკგ/კგ	23
1000 მკგ/კგ (1 მგ/კგ)	16
(*) 100 მკგ/კგ-ზე დაბალი მასური წილის შემთხვევაში ჰორვიცის განტოლების გამოყენება იძლევა მაღალ მნიშვნელობას. შესაბამისად, ვარიაციის კოეფიციენტი 100 მკგ/კგ-ზე დაბალი კონცენტრაციის დროს უნდა იყოს შეძლებისდაგვარად დაბალი	

დანართი №4

მაქსიმალური დასაშვები ცდომილება იონების ფარდობითი ინტენსიობისათვის

მასსპექტრომეტრული მეთოდების გამოყენების დროს

ფარდობითი ინტენსიობა		EI_GC_MS	CI-GC-MS, GC-MS^n
			LC-MS, LC-MS^n
(საბაზისო პიკის %)		(ფარდობითი)	(ფარდობითი)
> 50 %	± 10 %	±10%	± 20 %
> 20 % -დან 50 % - მდე	± 15 %	±15%	± 25 %
> 10 % -დან 20 % - მდე	± 20 %	±20%	± 30 %
≤ 10 %	± 50 %	±50%	± 50 %

დანართი №5

მას-ფრაგმენტის კლასების ჯგუფებისა და იონისთვის მიღებული მაიდენტიფიცირებელი წერტილების ურთიერთდამოკიდებულება

	იონისთვის მიღებული მაიდენტიფიცირებელი

MS მეთოდი	წერტილები
დაბალი გარჩევადობის მასსპექტრომეტრია (LR)	1,0
LR – MS ^{n} - პრეკურსორის იონი	1,0
LR – MS ^{n} - გარდამავალი პროდუქტები	1,5
HRMS - მაღალი გარჩევადობის მასსპექტრომეტრია	2,0
HR-MS^{n} - პრეკურსორის იონი	2,0
HR-MS^{n} - გარდამავალი პროდუქტები	2,5

მითითებები:

1. თითოეული იონი დათვლილი უნდა იქნეს მხოლოდ ერთხელ.

2. GC-MS, რომლის დროსაც გამოიყენება ელექტრონების დარტყმის იონიზაცია, განსხვავდება GC-MS მეთოდისაგან, როდესაც ხდება ქიმიური იონიზაციის გამოყენება.

3. მაიდენტიფიცირებელი წერტილების გაზრდისათვის, შესაძლებელია გამოყენებულ იქნეს სხვადასხვა საანალიზო კომპონენტი, მხოლოდ იმ შემთხვევაში, თუ მათი მიღება სხვადასხვა ქიმიური რეაქციებით ხდება.

4. „ტექნიკური რეგლამენტის - ცოცხალ ცხოველებსა და ცხოველური წარმოშობის სურსათში ზოგიერთი ნივთიერებისა (სუბსტანციის) და მათი ნარჩენების მონიტორინგის წესის დამტკიცების შესახებ“ საქართველოს მთავრობის 2016 წლის 18 იანვრის №22 დადგენილების დანართი №1-ის „ა“ ჯგუფით განსაზღვრულ ნივთიერებებთან დაკავშირებით, დასაშვებია არა უმეტეს ერთი მაიდენტიფიცირებელი წერტილის დამატება იმ პირობით, რომ გამოყენებული იქნება ერთ-ერთი მეთოდი და დაკმაყოფილებული იქნება აღნიშნული მეთოდისათვის შესაბამისი კრიტერიუმები. ეს მეთოდებია:

ა) HPLC, დაწყვილებული დიოდური მატრიცის (DAD) სრული სკანირების სპექტრომეტრიასთან;

ბ) HPLC, დაწყვილებული ფლუორესცენციის გამოვლენასთან;

გ) HPLC, დაწყვილებული იმუნოგრამასთან;

დ) ორგანზომილებიანი TLC, დაწყვილებული სპქტრომეტრულ გამოვლენასთან;

5. გარდამავალი პროდუქტები მოიცავს დაშლის როგორც მეორე, ასევე მესამე თაობის პროდუქციას.

დანართი №6

ცალკეული მეთოდებისა და ერთობლიობისათვის მაიდენტიფიცირებელი წერტილების რაოდენობის მაგალითები (n = მთელი რიცხვი)

მეთოდი	იონების რიცხვი	მაიდენტიფიცირებელი წერტილი
GC-MS (EI ან CI)	N	N
GC-MS (EI და CI)	2 (EI) + 2 (CI)	4
GC-MS (EI ან CI)	2 (დერივატივი A) + 2 (დერივატივი B)	4

2 დერივატივი		
LC-MS	N	**n**
GC-MS-MS	1 პრეკურსორი და 2 მეორე თაობა	**4**
LC-MS-MS	1 პრეკურსორი და 2 მეორე თაობა	**4**
GC-MS-MS	2 პრეკურსორის იონი, თითოეული 1 მეორე თაობით	**5**
LC-MS-MS	2 პრეკურსორის იონი, თითოეული 1 მეორე თაობით	**5**
LC-MS-MS-MS	ერთი პრეკურსორი, ერთი მეორე თაობა და 2 მესამე თაობა	**5,5**
HRMS	N	**2n**
GC-MS და LC-MS	**2+2**	**4**
GC-MS და HRMS	**2+1**	**4**

დანართი №7

შესაბამისი დამადასტურებელი მეთოდები ქიმიური ელემენტებისათვის

მეთოდი	**გასაზომი მაჩვენებელი**
ანოდური ვოლტმეტრია დიფერენცირებული იმპულსით (DPASV)	ელექტრონული სიგნალი
ატომურ-ადსორბციული სპექტრომეტრია (AAS)	
ალი	შთანთქმის ტალღის სიგრძე
ჰიდრიდის წარმოქმნა	შთანთქმის ტალღის სიგრძე
ცივი ორთქლი	შთანთქმის ტალღის სიგრძე
ელექტროთერმული ატომიზაცია	

(გრაფიტის ღუმელი)	შთანთქმის ტალღის სიგრძე
ატომურ-ემისიური სპექტრომეტრია (AES)	
ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმა	გამოსხივების ტალღის სიგრძე
მასსპექტრომეტრია	
ინდუქციურად შეკავშირებული პლაზმა	მასისა და მუხტის კავშირი

დანართი №8

რაოდენობრივი მეთოდებისათვის ვარიაციის კოეფიციენტი (CV) ელემენტების მასური წილის დიაპაზონში

Mმასური წილი	CV (%)
≥ 10 μმკგ/კგ - დან 100 μმკგ/კგ-მდე	20
≥ 100 μმკგ/კგ - დან 1 000 μმკგ/კგ-მდე	15
≥ ≥ 1 000 μმკგ/კგ	10

დანართი №9

ანალიზური მეთოდების კლასიფიკაცია

იმ სამუშაო მახასიათებლების მიხედვით,

რომლებიც უნდა განისაზღვროს

მეთოდი		**გამოვლენის ზღვარი CCβ**	**ზღვრული მნიშვნელობა CCα**	**სანდოობა/ აღდგენა**	**სიზუსტე**	**ამორჩევითობა /სპეციფიკურობა**	**გამოსაყენებლობა /მიახლოებითობა /სტაბილურობა**
თვისობრივი მეთოდი	S	(+)	(-)	(-)	(-)	(+)	(+)
	C	(+)	(+)	(-)	(-)	(+)	(+)
რაოდენობრივი მეთოდი	S	(+)	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)
	C	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)

S - სკრინინგის მეთოდი

C - დამადასტურებელი მეთოდი

(+) - განსაზღვრა სავალდებულოა

დანართი №10

მოდელზე დამოკიდებული და მოდელისგან დამოუკიდებული სამუშაო მახასიათებლები

ვალიდაცია/დადასტურება		
მოდელისგან დამოუკიდებული სამუშაო მახასიათებლები	**მოდელზე დამოკიდებული სამუშაო** **მახასიათებლები**	
საერთო სამუშაო მახასიათებლები (მუხლი 29)	პირობითი დადასტურება (მუხლი 30)	ალტერნატიული მოდელის შესაბამისად (მუხლი 31)
სპეციფიკურობა (თავისებურება)	აღდგენა	აღდგენა
სანდოობა	განმეორებადობა	განმეორებადობა
	შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოება	შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოება
მიახლოებითობა: უმნიშვნელო ცვლილებები სტაბილურობა	დაახლოება ზღვრული მნიშვნელობა (CCα) გამოვლენის შესაძლებლობა (CCβ) საკალიბრო მრუდები მიახლოებითობა: ძირითადი ცვლილებები	დაახლოება ზღვრული მნიშვნელობა (CCα) გამოვლენის შესაძლებლობა (CCβ) საკალიბრო მრუდი მიახლოებითობა

დანართი №11

მიახლოებითობის (უმნიშვნელო ცვლილების) შესწავლის

ექსპერიმენტული მეთოდი

ფაქტორის მნიშვნელობა (F)	განსასაზღვრი რიცხვების კომბინაცია							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A/a B/b C/c D/d E/e F/f G/g	A B C D E F G	A B c D e f g	A b C d E f g	A b c d e F G	a B C d e F G	a B c d E f G	a b C D e f G	a b c D E F g
მიღებული შედეგი R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
გამოანგარიშება 33-ე მუხლის შესაბამისად (3.3)								

დანართი №12

ხსნარში საანალიზო კომპონენტის სტაბილურობის განსაზღვრის სქემა

	-20 °C	+4 °C	+20 °C
სიბნელეში შენახვა	10-ის ჯერადი	10-ის ჯერადი	10-ის ჯერადი
სინათლეში შენახვა			10-ის ჯერადი

დანართი №13

ფაქტორების მაგალითები, რომელიც მნიშვნელოვანია ვალიდაციის / დადასტურების პროცედურებისათვის

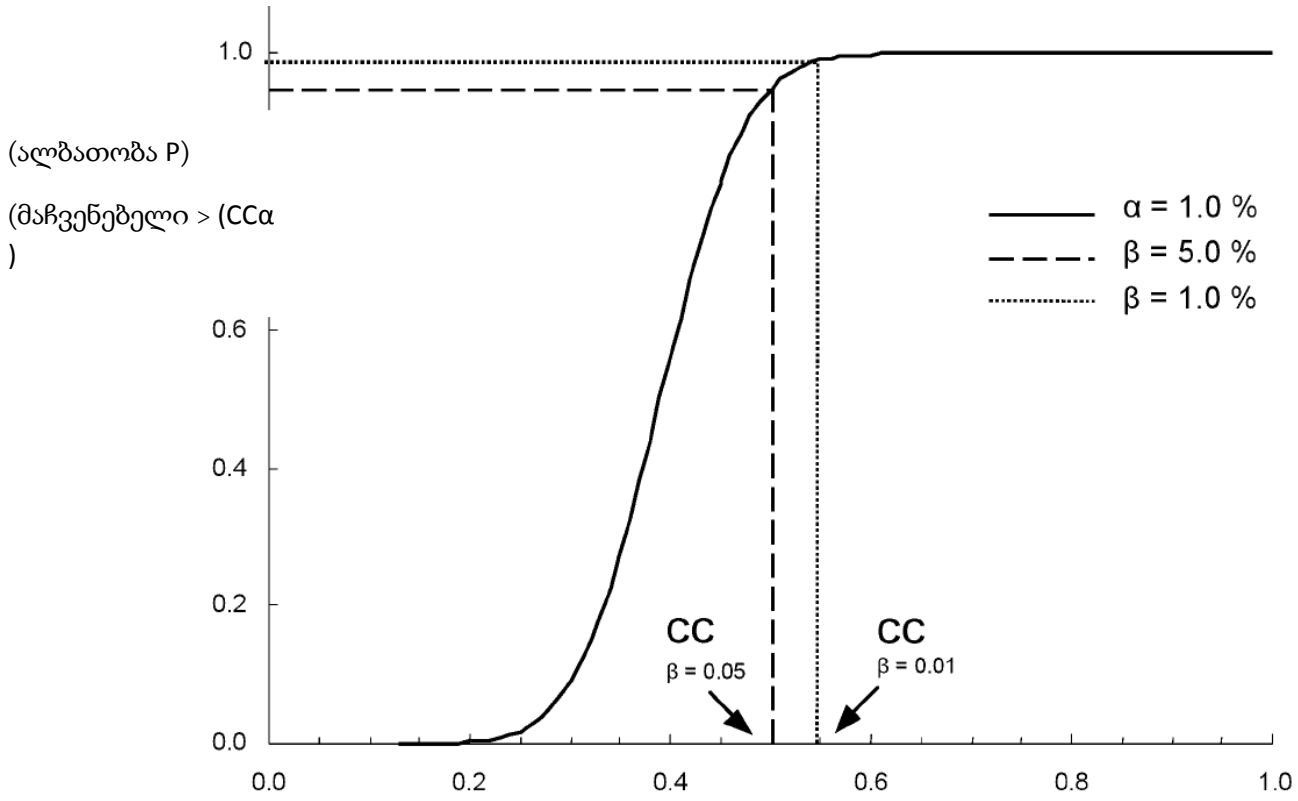
ცხოველის სქესი	(ფაქტორი 1)
ჯიში	(ფაქტორი 2)
ტრანსპორტირების პირობები	(ფაქტორი 3)
შენახვის პირობები	(ფაქტორი 4)
ნიმუშის სიახლე	(ფაქტორი 5)
გამოკვების პირობები	(ფაქტორი 6)
განსხვავებული გამოცდილების განსხვავებული ოპერატორები	(ფაქტორი 7)

შესაძლო ექსპერიმენტული გეგმა

სახეობა	ფაქტორი 1	ფაქტორი 2	ფაქტორი 3	ფაქტორი 4	ფაქტორი 5	ფაქტორი 6	ფაქტორი 7	ნიმუშის ნომერი
A	+	+	+	+	-	+	-	1
A	+	+	-	-	+	-	-	2
A	+	-	+	-	-	-	+	3
A	+	-	-	+	+	+	+	4
A	-	+	+	-	+	+	+	5
A	-	+	-	+	-	-	+	6
A	-	-	+	+	+	-	-	7
A	-	-	-	-	-	+	-	8
B	+	+	+	+	+	-	+	9
B	+	+	-	-	-	+	+	10
B	+	-	+	-	+	+	-	11
B	+	-	-	+	-	-	-	12
B	-	+	+	-	-	-	-	13
B	-	+	-	+	+	+	-	14
B	-	-	+	+	-	+	+	15
B	-	-	-	-	+	-	+	16

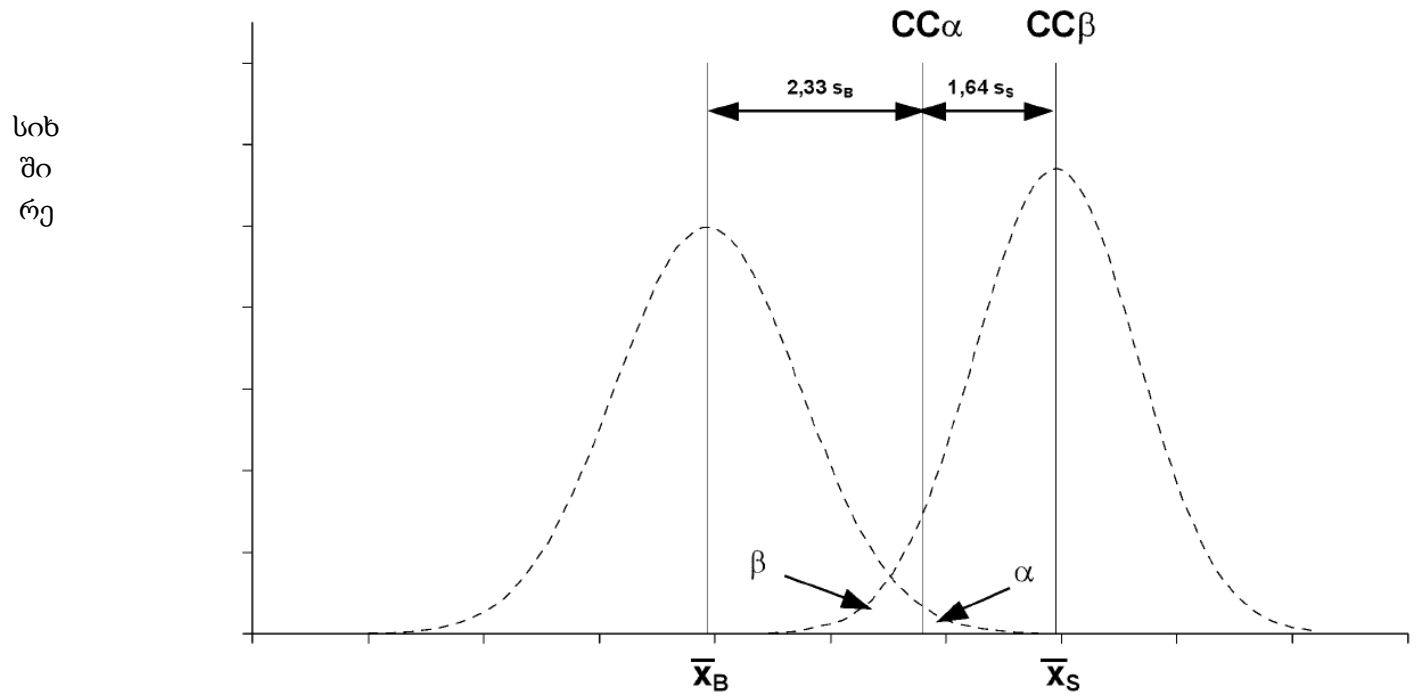
დანართი №15

სიმძლავრის (ენერგეტიკული) მრუდი



დანართი №16

ნივთიერებები, რომელთათვისაც არ არის დადგენილი დასაშვები ზღვარი



პასუხი

X_S - დაბინძურებული ნიმუშის პასუხის საშუალო მნიშვნელობა;

S_B - სუფთა ნიმუშის სტანდარტული გადახრა (განსაზღვრული შიდალაბორატორიული განმეორებადობის პირობებში);

S_S - დაბინძურებული ნიმუშის სტანდარტული გადახრა (განსაზღვრული შიდალაბორატორიული განმეორებადობის პირობებში);

α - მცდარი, შეუსაბამო შედეგების კოეფიციენტი ;

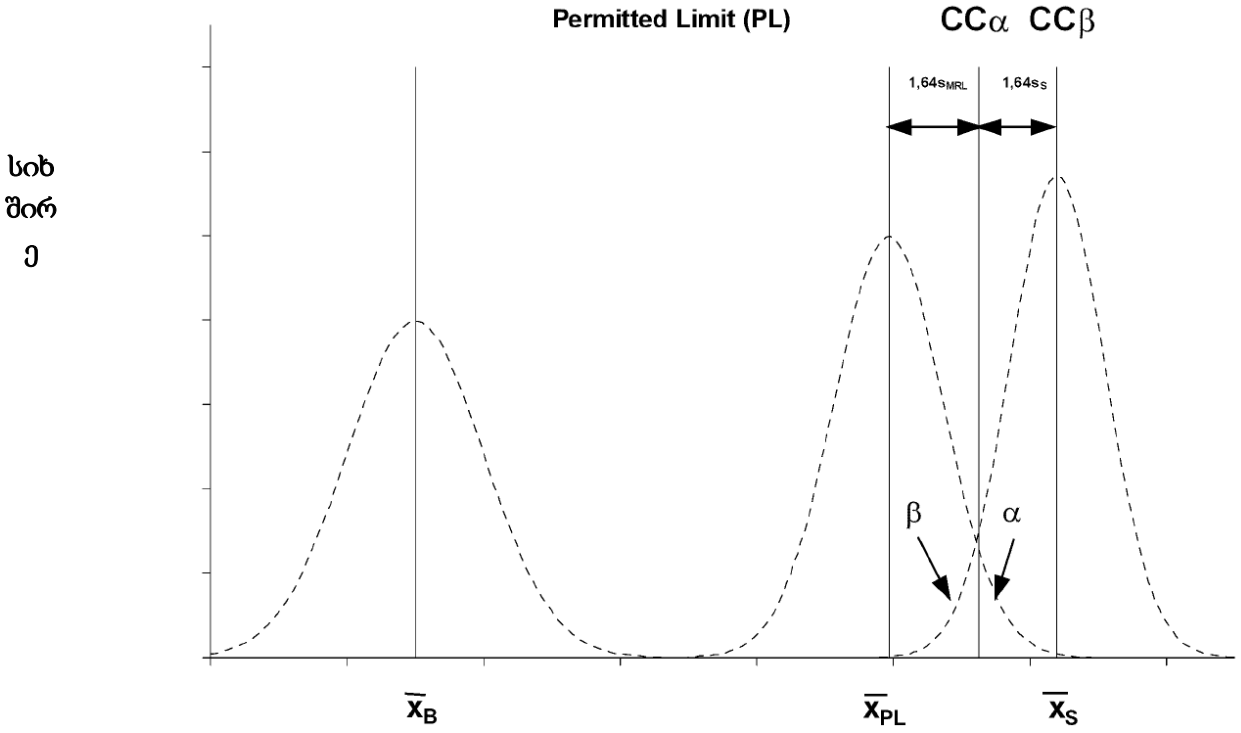
β - მცდარი შესაბამისი შედეგების კოეფიციენტი;

Ccα - პასუხი მოცემულ - α ცდომილებასა და 50% β ცდომილებაზე;

CCβ - პასუხი უმნიშვნელო - α ცდომილებასა და β ცდომილებაზე ;

დანართი №17

ნივთიერებები, რომელთათვისაც დადგენილია დასაშვები ზღვარი



კონცენტრაცია

X_B - სუფთა ნიმუშის საშუალო კონცენტრაცია;

X_{PL} - ნიმუშის საშუალო კონცენტრაცია, რომელიც დასაშვებ ზღვარში შეიცავს საანალიზო კომპონენტს;

X_S - დაბინძურებული ნიმუშის საშუალო კონცენტრაცია;

S_{PL} - ნიმუშის სტანდარტული გადახრა, რომელიც დასაშვებ ზღვარში შეიცავს საანალიზო კომპონენტს (განისაზღვრება შიდა ლაბორატორიული განმეორებადობის პირობებში);

S_S - შემცველი ნიმუშის სტანდარტული გადახრა;

α - მცდარი, შეუსაბამო შედეგების კოეფიციენტი;

β - მცდარი შესაბამისი შედეგების კოეფიციენტი;

Ccα - პასუხი მოცემულ - α ცდომილებასა და 50% β ცდომილებაზე;

CCβ - პასუხი უმნიშვნელო - α ცდომილებასა და β ცდომილებაზე.

დანართი №18

გამოთვლის მეთოდები, იოუდენის მიდგომით მიახლოებითობა (უმნიშვნელო ცვლილებები) შემოწმებისათვის

$A_A = \sum (A_i)/4$

$A_B = \sum (B_i)/4$

$A_C = \sum (C_i)/4$

$A_D = \sum (D_i)/4$

$A_E = \sum (E_i)/4$

$A_F = \sum (F_i)/4$

$A_G = \sum (G_i)/4$

$A_a = \sum (a_i)/4$

$A_b = \sum (b_i)/4$

$A_c = \sum (c_i)/4$

$A_d = \sum (d_i)/4$

$A_e = \sum (e_i)/4$

$A_f = \sum (f_i)/4$

$A_g = \sum (g_i)/4$

ლათინური დიდი ასოებით გამოსახული საშუალო მაჩვენებელი(A_A დან A_G); შეადარეთ ლათინური პატარა ასოებით გამოსახულ მათ შესაბამის მაჩვენებლებს (Aa დან Ag მდე). თუ ფაქტორი ახდენს ზეგავლენას, განსხვავება გაცილებით დიდი იქნება სხვა ფაქტორებს შორის არსებულ განსხვავებასთან შედარებით.

სანდო მეთოდზე გავლენას არ უნდა ახდენდეს ლაბორატორიებს შორის არსებული სხვაობები.

თუ არ არსებობს სხვაობა, შემთხვევითი ცდომილების შედარებით რეალური გაზომვა წარმოდგენილია შვიდი განსხვავებით.

განსხვავებები (D_i) **განსხვავებები კვადრატში (D_i^2)**

$D_a = A-a = \sum (A_i) - \sum (a_i)$ $D_a^2 =$ value a

$D_b = B-b = \sum (B_i) - \sum (b_i)$ $D_b^2 =$ value b

$D_c = C-c = \sum (C_i) - \sum (c_i)$ $D_c^2 =$ value c

$D_d = D-d = \sum (D_i) - \sum (d_i)$ $D_d^2 =$ value d

$D_e = E-e = \sum (E_i) - \sum (e_i)$ $D_e^2 =$ value e

$D_f = F-f = \sum (F_i) - \sum (f_i)$ $D_f^2 =$ value f

$D_g = G-g = \sum (G_i) - \sum (g_i)$ $D_g^2 =$ value g

D_i (S_{Di}) განსხვავებების სტანდარტული გადახრები

$S_{Di} = \sqrt{2 * \sum (D_1^2/7)}$

როდესაც S_{Di} მნიშვნელოვნად აღემატება შიდა ლაბორატორიული შედეგების დაახლოების პირობებში ჩატარებული მეთოდის სტანდარტულ გადახრას (იხილეთ ზემოთ), მიიღება წინასწარი დასკვნა, რომლის თანახმადაც ყველა ფაქტორი ერთად ზეგავლენას ახდენს შედეგზე, იმ შემთხვევაშიც კი, თუ თითოეული ცალკეული ფაქტორი არ ახდენს მნიშვნელოვან ზემოგავლენას და მეთოდი არ არის საკმარისად სანდო შერჩეულ მოდიფიკაციებისათვის.

დანართი №19

მინიმალური აუცილებელი სამუშაო ზღვარი

ნივთიერება და/ან მეტაბოლიტი	მატრიცა	MRPL
ქლორამფენიკოლი	ხორცი კვერცხი რძე შარდი აკვაკულტურის პროდუქტები თაფლი	0,3 მკგ/კგ

მედროქსიპროჟესტერონის აცეტატი	ღორის თირკმლის ქონი	1 მკგ/კგ
ნიტროფურანის მეტაბოლიტები: ფურაზოლიდონი ფურალტადონი ნიტროფურანტოინი ნიტროფურაზონი	ფრინველის ხორცი აკვაკულტურის პროდუქტები	1 მკგ/კგ ყველასთვის
მალაქიტის მწვანისა და ლეიკომალაქიტის ჯამი	აკვაკულტურის ხორცის პროდუქტები	2 მკგ/კგ