

32002L0069

L 209/5

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

2002.8.6.

A BIZOTTSÁG 2002/69/EK IRÁNYELVE

(2002. július 30.)

az élelmiszerek dioxintartalmának hatósági ellenőrzésére és a dioxinszerű PCB-k meghatározására szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról

(EGT vonatkozású szöveg)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelv-
(¹) és különösen annak 1. és 4. cikkére,

mivel:

- (1) A legutóbb az 563/2002/EK rendelettel (²) módosított, illetve a 2375/2001/EK tanácsi rendelettel (³) módosított 466/2001/EK bizottsági rendelet (⁴) megállapítja a dioxin és a furán maximális mennyiségét egyes élelmiszerekben.
- (2) Az élelmiszerek hatósági ellenőrzéséről szóló, 1989. június 14-i 89/397/EGK tanácsi irányelv (⁵) megállapítja az élelmiszer-ellenőrzés lebonyolításának általános alapelveit. Az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével kapcsolatos további intézkedésekről szóló, 1993. október 29-i 93/99/EGK tanácsi irányelv (⁶) bevezet egy rendszert a tagállamok által az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével megbízott laboratóriumokra vonatkozó minőségi szabványokról.
- (3) A 85/591/EGK irányelv rögzítette a mintavételi és vizsgálati módszerekre vonatkozó általános követelményeket. Egyes esetekben azonban olyan különleges követelményeket is meg kell határozni, amelyeknek a vizsgálati módszereknek meg kell felelniük ahhoz, hogy az ellenőrzéssel megbízott laboratóriumok által alkalmazott vizsgálati módszerek eredményei összehasonlíthatók legyenek.
- (4) A mintavételi és vizsgálati módszerekre vonatkozó rendelkezéseket a jelenlegi ismeretek alapján állapították meg, és azokat a tudományos és technológiai ismeretek fejlődésének figyelembevételével ki lehet igazítani.
- (5) Az ezen irányelvben megállapított rendelkezések csak a 466/2001/EK rendelet végrehajtása céljából vonatkoznak a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k mintavételére és vizsgálatára, és nem érintik az egyes élő állatokban és állati

termékekben lévő anyagok és azok maradványainak ellenőrzésére szolgáló intézkedésekről, továbbá a 85/358/EGK és a 86/469/EGK irányelvek, továbbá a 89/187/EGK és a 91/664/EGK határozatok hatályon kívül helyezéséről szóló, 1996. április 29-i 96/23/EK tanácsi irányelv (⁷) III. és IV. mellékletében meghatározott mintavételi stratégiát, a mintavétel nagyságát és gyakoriságát. Nem érintik továbbá az egyes élő állatokban és állati termékekben lévő anyagok és azok maradványainak ellenőrzésére szolgáló hatósági mintavételes vizsgálatra vonatkozó részletes szabályok megállapításáról szóló, 1998. február 23-i 98/179/EK bizottsági határozatban (⁸) meghatározott mintavételi célkövetelményeket.

- (6) Ahhoz, hogy átfogó és megbízható adatokhoz jussunk a dioxinszerű PCB-k élelmiszerekben történő előfordulásával kapcsolatban, aktív megközelítést kell alkalmazni. Ennek érdekében meg kell állapítani az élelmiszerekben előforduló dioxinszerű PCB-k meghatározásához alkalmazott vizsgálati módszerekre vonatkozó követelményeket.
- (7) A jelentős mennyiségű dioxint tartalmazó minták kiválasztásához egy bizonyított és széles körben elfogadott hitel-
esítéssel rendelkező, nagy teljesítményű, szűrési vizsgálati módszert lehet alkalmazni. E minták dioxintartalmát egy megerősítő vizsgálati módszerrel kell meghatározni. Ajánlatos tehát szigorú követelményeket megállapítani a megerősítő vizsgálati módszer, illetve minimális követelményeket a szűrési módszer vonatkozásában.
- (8) Az ezen irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állat-egészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok meghoznak minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek dioxin- és furántartalmának hatósági ellenőrzése és a dioxinszerű PCB-k meghatározása során a mintavételt az ezen irányelv I. mellékletében ismertetett módszerekkel összhangban végezzék.

(¹) HL L 372., 1985.12.31., 50. o.

(²) HL L 86., 2002.4.3., 5. o.

(³) HL L 321., 2001.12.6., 1. o.

(⁴) HL L 77., 2001.3.16., 1. o.

(⁵) HL L 186., 1989.6.30., 23. o.

(⁶) HL L 290., 1993.11.24., 14. o.

(⁷) HL L 125., 1996.5.23., 10. o.

(⁸) HL L 65., 1998.3.5., 31. o.

2. cikk

A tagállamok meghoznak minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek dioxin- és furántartalmának hatósági ellenőrzése és a dioxinszerű PCB-k meghatározása során alkalmazott mintaelőkészítés és a vizsgálati módszerek megfeleljenek az ezen irányelv II. mellékletében ismertetett követelményeknek.

3. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 2003. február 28-ig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

Amikor a tagállamok elfogadják ezeket a rendelkezéseket, azokban hivatkozni kell erre az irányelvre, vagy azokhoz hivatalos kihirdetésük alkalmával ilyen hivatkozást kell fűzni. A hivatkozás módját a tagállamok határozzák meg.

4. cikk

Ez az irányelv az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő 20. napon lép hatályba.

5. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 2002. július 30-án.

a Bizottság részéről

David BYRNE

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

**EGYES ÉLELMISZEREK DIOXINTARTALMÁNAK (PCDD/PCDF) HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSÉRE,
ILLETVE DIOXINSZERŰ PCB-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSÁRA SZOLGÁLÓ MINTAVÉTELI
MÓDSZEREK**

1. Cél és alkalmazási terület

Az élelmiszerek dioxintartalmának (PCDD/PCDF) hatósági ellenőrzésére, valamint dioxinszerű PCB-tartalmának ⁽¹⁾ meghatározására szánt mintákat az alábbiakban ismertetett módszerekkel összhangban kell venni. Az így kapott összesített mintákat az adott tételre vagy altételre vonatkozóan reprezentatívnak kell tekinteni. Az élelmiszerekben előforduló bizonyos szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló 466/2001/EK bizottsági rendeletben meghatározott maximális határértékeknek történő megfelelésről a laboratóriumi mintákban megállapított mennyiségek alapján kell dönteni.

2. Fogalommeghatározások

Tétel: egy élelmiszercikk azonosítható, egyszerre szállított mennyisége, amelyről a hatósági ellenőr megállapította, hogy származás, fajta, csomagolási típus, csomagoló, feladó és jelölések szempontjából közös jellemzőkkel bír. Hal és halászati termékek esetében a hal méretének is összehasonlíthatónak kell lennie.

Altétel: egy tétel egy kijelölt része, amelyen a mintavételi eljárást alkalmazzák. Minden egyes altételnek fizikailag elkülönítettnek és azonosíthatónak kell lennie.

Egyedi minta: a tétel vagy az altétel egyetlen helyéről vett anyagmennyiség.

Összesített minta: a tételből vagy altételből vett összes egyedi minta együttese.

Laboratóriumi minta: az összesített minta laboratóriumba küldendő reprezentatív része/mennyisége.

⁽¹⁾ A WHO humán kockázatfelméréshez használt TEF-táblázata az Egészségügyi Világszervezet (WHO) 1997. június 15–18-i stockholmi találkozásán elfogadott következtetések alapján [Van den Berg és mtsai., „Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife”, Environmental Health Perspectives 106(12), 775 (1989)].

Rokonvegyületek	TEF-érték	Rokonvegyületek	TEF-érték
Dibenzo-p-dioxinok (PCDD-k)		„Dioxinszerű” PCB-k, nem orto PCB-k, mono-orto PCB-k	
2,3,7,8-TCDD	1	Nem orto PCB-k	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibenzofuránok (PCDF-ek)		Mono-orto PCB-k	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Alkalmazott rövidítések: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = okta; CDD = klór-dibenzo-dioxin; CDF = klór-dibenzo-furán; CB = klór-bifenil.

3. Általános rendelkezések

3.1. Személyzet

A mintavételt egy, a tagállam által felhatalmazott személy végzi.

3.2. Mintavételezésre szánt anyag

Minden megvizsgálandó tételből külön-külön kell mintát venni.

3.3. Óvintézkedések

A mintavétel és a laboratóriumi minták előkészítése során óvintézkedéseket kell tenni minden olyan változás elkerülésére, amely befolyásolná a dioxin- és a dioxinszerű PCB-tartalmat, károsan befolyásolná az analitikai meghatározást vagy csorbítaná az összesített minták reprezentativitását.

3.4. Egyedi minták

Az egyedi mintákat lehetőség szerint a tétel vagy az altétel különböző, egymástól távoli helyeiről kell venni. Az ezen eljárástól történő eltéréseket fel kell jegyezni a 3.8. pontban előírt mintavételi naplóba.

3.5. Az összesített minta elkészítése

Az összesített mintát az összes egyedi minta egyesítésével kell előállítani. Súlya legalább 1 kg, kivéve, ha ez gyakorlatban nem megvalósítható, pl. ha egyetlen csomagból vesznek mintát.

3.6. Az összesített minták felosztása laboratóriumi mintákra megerősítés céljából, illetve védekezési és szakértői célokra

A homogenizált összesített mintából megerősítés céljából, illetve szakmai (védekezési) és szakértői célokra laboratóriumi mintákat kell venni, kivéve, ha ez ellentétes a tagállamok mintavételi szabályaival. A megerősítésre szánt laboratóriumi minták nagyságát úgy kell megválasztani, hogy az legalább két párhuzamos mérést lehetővé tegyen.

3.7. Az összesített és a laboratóriumi minták csomagolása és szállítása

Minden egyesített és laboratóriumi mintát olyan tiszta, inert edénybe kell helyezni, amely védelmet nyújt a szennyeződések, az edény belső fala általi adszorpció miatti komponensveszteség és a szállítás okozta károsodások ellen. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni a szállítás és a tárolás során az összesített és a laboratóriumi minták összetételében esetlegesen bekövetkező változások elkerülése érdekében.

3.8. Az összesített és a laboratóriumi minták lezárása és címkézése

A hatósági felhasználásra vett összes mintát a mintavétel helyszínén le kell zárni és a tagállam szabályainak megfelelően azonosíthatóval kell ellátni. Minden egyes mintavételről naplót kell vezetni – amely alapján a tétel egyértelműen azonosítható –, feljegyezve benne a mintavétel időpontját és helyét, továbbá minden olyan információt, amely segítheti a vizsgálatot végző személy munkáját.

4. Mintavételi tervek

Az alkalmazott mintavételi módszernek biztosítania kell, hogy az összesített minta az ellenőrizendő tétel vonatkozásában reprezentatív legyen.

Az egyedi minták száma

Tej és olajok esetében – ahol az adott tételben feltételezhető a kérdéses szennyezők homogén eloszlása – az összesített minta elkészítéséhez elég tételenként három egyedi mintát venni. Más termékek esetében a tételből kivételre kerülő egyedi minták minimális számát az 1. táblázat mutatja.

Az összes egyedi mintát egyesítő összesített mintának legalább 1 kg súlyúnak kell lenni (ld. 3.5. pont). Az egyedi mintáknak hasonló súlyúnak kell lenniük. Egy egyedi minta minimális súlya 100 gramm. Az egyedi minta súlya a tételben lévő részek méretétől függ. Az ettől az eljárástól történő eltéréseket fel kell jegyezni a 3.8. pont szerinti naplóba. Az egyes állati termékekben lévő bizonyos anyagok és azok maradványai ellenőrzése céljából a 96/23/EK tanácsi irányelvben előírt mintavétel szintjeinek és gyakoriságának a megállapításáról szóló, 1997. október 27-i 97/747/EK bizottsági határozat⁽¹⁾ rendelkezéseivel összhangban tyúktojások esetében a minta mennyisége legalább 12 tojás (ömlesztett tételek és egyedi csomagokból álló tételek esetében ld. az 1. és 2. táblázatot).

⁽¹⁾ HL L 303., 1997.11.6., 12. o.

1. TÁBLÁZAT

A tételből kivételre kerülő egyedi minták minimális száma

A tétel súlya (kg-ban)	Az egyedi minták minimális száma
< 50	3
50-500	5
> 500	10

Amennyiben a tétel egyedi csomagokból áll, az összesített mintát adó csomagok száma a 2. táblázatban található.

2. TÁBLÁZAT

Egyedi csomagokból álló tétel esetén az összesített mintát adó csomagok (egyedi minták) száma

A tételben található csomagok vagy egységek száma	A mintavételezésre szánt csomagok vagy egységek száma
1-25	1 csomag vagy egység
26-100	körülbelül 5 %, legalább 2 csomag vagy egység
> 100	körülbelül 5 %, maximum 10 csomag vagy egység

5. **A tétel vagy altétel az előírásoknak történő megfelelése**

Az ellenőrző laboratórium két párhuzamos mérésben elvégzi a megerősítésre szolgáló laboratóriumi minta vizsgálatát, ha az első vizsgálat eredménye kevesebb, mint 20 %-kal tér el a maximális szinttől, és kiszámítja az eredmények átlagát. A tételt akkor lehet elfogadni, ha az első vizsgálat eredménye több mint 20 %-kal van a maximális szint alatt, vagy amennyiben párhuzamos vizsgálatra van szükség, akkor abban az esetben, ha az átlag megfelel a 466/2001/EK rendeletben megállapított vonatkozó maximális szintnek.

II. MELLÉKLET

EGYES ÉLELMISZEREK DIOXINTARTALMÁNAK (PCDD/PCDF) HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSEKOR, ILLETVE DIOXINSZERŰ PCB-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSAKOR ALKALMAZOTT MINTAELOKÉSZÍTÉSRE ÉS VIZSGÁLATI MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK**1. Tárgy és alkalmazási terület**

E követelményeket kell alkalmazni az élelmiszerek dioxintartalmának (poliklórozott dibenzo-p-dioxinok (PCDD) és poliklórozott dibenzo-p-furánok (PCDF)) hatósági ellenőrzése, illetve dioxinszerű PCB-tartalmának meghatározása során.

A dioxinok élelmiszerekben történő előfordulását egy olyan szűrési módszert magába foglaló stratégiával vizsgálhatjuk, amely segítségével kiválaszthatjuk azokat a mintákat, amelyekben a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k mennyisége 30-40 %-kal tér el a kérdéses szinttől. A jelentős mennyiséget tartalmazó minták dioxin-koncentrációját egy megerősítő módszerrel kell meghatározni/megerősíteni.

A szűrési módszerekkel a dioxinoknak és dioxinszerű PCB-knek a kérdéses koncentrációban történő előfordulása mutatható ki. E módszerek nagy teljesítményűek, és nagyszámú minta közül a potenciálisan pozitív minták kiszűrésére alkalmazzák őket. Speciális kialakításuknak köszönhetően a fals negatív eredmények elkerülhetők.

A megerősítő módszerek olyan teljes vagy kiegészítő információkkal szolgálnak, amelyek lehetővé teszik a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k a kérdéses koncentrációban történő azonosítását és egyértelmű mennyiségi mérését.

2. Háttérinformációk

Mivel a környezeti és biológiai minták (ideértve az élelmiszermintákat is) általában különböző rokon dioxinok komplex keverékeit tartalmazzák, a kockázatfelmérés megkönnyítése érdekében kidolgozták a toxicitási egyenérték-tényező (TEF) koncepcióját. A TEF-ek a 2,3,7,8-szubsztituált PCDD-ket és PCDF-eket tartalmazó keverékek koncentrációjának a kifejezésére szolgálnak, újabban pedig a dioxinszerű aktivitással rendelkező egyes nem orto és mono-orto klórszubsztituált PCB-knek a 2,3,7,8-TCDD toxicitási egyenértékekben (TEQ-k) történő kifejezésére is (ld. I. melléklet, 1. lábjegyzet).

Az egyes anyagok adott mintában mért koncentrációit megszorozzuk a hozzájuk tartozó TEF-értékkel, majd összeadjuk őket, és így kapjuk a dioxinszerű komponensek TEQ-ban kifejezett összkoncentrációját.

A „felső határ” koncepciója szerint a számszerűsítési határt kell használni minden egyes nem számszerűsített rokonvegyület TEQ-hoz történő hozzájárulásának a kiszámításánál.

Az „alsó határ” koncepciója szerint nullát kell használni minden egyes nem számszerűsített rokonvegyület TEQ-hoz történő hozzájárulásának a kiszámításánál.

A „középső értékek” koncepciója szerint a számszerűsítési határ felét kell használni minden egyes nem számszerűsített rokonvegyület TEQ-hoz történő hozzájárulásának a kiszámításánál.

3. A minta előkészítésére vonatkozó minőségbiztosítási követelmények

- Intézkedéseket kell hozni a mintavétel és a vizsgálati eljárás minden egyes szakaszában a minták keresztszennyeződésének megelőzése érdekében.
- A mintákat üveg-, alumínium-, polipropilén- vagy polietilénedényekben kell tárolni és szállítani. A papírpor-maradékokat el kell távolítani a mintatartókból. Az üvegeszközöket dioxin jelenlétére előzetesen ellenőrzött oldószerekkel kell kiöblíteni.
- A minták tárolása és szállítása során gondoskodni kell az élelmiszerminta épségének megőrzéséről.
- Szükség esetén őröljünk finomra és alaposan keverjük össze minden egyes laboratóriumi mintát egy bizonyítottan teljes homogenizációt eredményező eljárás alkalmazásával (pl. őröljük olyan finomságúra, hogy átmenjen egy 1 mm-es szitán); a túl nagy nedvességtartalmú mintákat őrlés előtt meg kell szárítani.
- Végezzünk el egy vakpróbát úgy, hogy elvégezzük az egész analitikai eljárást és csak a mintát hagyjuk ki belőle.

- Az extrakcióhoz használt minta súlyának meg kell felelnie az érzékenységre vonatkozó követelményeknek.
- Sok olyan megfelelő mintaelőkészítési eljárás létezik, amely alkalmazható a kérdéses termékekhez. Az eljárásnak nemzetközileg elfogadott irányelvek szerint hitelesített eljárásnak kell lennie.

4. A laboratóriumokra vonatkozó követelmények

- A laboratóriumoknak úgy kell bizonyítaniuk egy módszer teljesítményét, hogy az a kérdéses tartományban – pl. a kérdéses koncentráció felénél, egyszerűsénél és kétszeresénél – elfogadható variációs együtthatót adjon ismételt elemzésekben. Az elfogadási követelményeket ld. az 5. pontban.
- Egy megerősítő módszer esetében a számszerűsítési határnak a kérdéses koncentráció körülbelül egyötödénél kell lennie ahhoz, hogy a kérdéses tartományban elfogadható variációs együtthatókat kapjunk.
- Belső minőségellenőrzési intézkedésként rendszeresen kell vakpróbákat és gyarapított mintákkal történő kísérleteket vagy ellenőrző mintákkal (lehetőleg hitelesített referenciaanyagokkal) végzett vizsgálatokat végezni.
- Adott vizsgálatok vonatkozásában a kompetencia igazolásának legjobb módja a laboratóriumok szakmai felkészültségét felmérő laboratóriumok közötti vizsgálatokon történő sikeres részvétel. A laboratóriumok közötti vizsgálatokon történő sikeres részvétel pl. a talaj- vagy szennyvízminták esetében nem feltétlenül bizonyítja az általában alacsonyabb szennyezőanyag-koncentrációt tartalmazó élelmiszer- vagy takarmányminták területén való jártasságot. Kötelező tehát folyamatosan részt venni olyan laboratóriumok közötti vizsgálatokban, amelyekben megfelelő élelmiszer/takarmány mátrixokban mérik a dioxinok és dioxinszerű PCB-k mennyiségét.
- A 93/99/EGK irányelv rendelkezéseivel összhangban az analitikai minőségbiztosítás alkalmazásának biztosítása érdekében a laboratóriumokat elismert és az ISO 58 Irányelvvel összhangban működő testületeknek kell akkreditálniuk. A laboratóriumokat az ISO/IEC/17025:1999 szabvány szerint kell akkreditálni.

5. A dioxinokhoz és dioxinszerű PCB-khez használt elemzési eljárásokra vonatkozó követelmények

Az elemzési eljárás elfogadására vonatkozó alapkövetelmények

- *Nagy érzékenység és alacsony kimutatási határ.* A PCDD-k és PCDF-ek vonatkozásában a kimutatási határnak a pikogramm (10^{-12} g) TEQ tartományban kell lennie, mivel ezen vegyületek némelyike nagyon mérgező. Ismert, hogy a PCB-k nagyobb koncentrációban fordulnak elő, mint a PCDD-k és PCDF-ek. A legtöbb PCB rokonvegyület esetében már a nanogrammos (10^{-9} g) érzékenység is elegendő. A mérgezőbb dioxinszerű PCB rokonvegyületek (és különösen a nem orto szubsztituált rokonvegyületek) meghatározásához azonban ugyanolyan érzékenységre van szükség, mint a PCDD-k és PCDF-ek esetében.
- *Nagy szelektivitás (specifitás).* Meg kell tudni különböztetni a PCDD-ket, PCDF-eket és dioxinszerű PCB-ket attól a sokféle, együtt extrahálódó és a mérést esetleg zavaró más vegyülettől, amely több nagyságrenddel magasabb koncentrációban lehet jelen, mint a kérdéses komponensek. A gázkromatográfiás/tömegspektrometriás (GC/MS) módszerekhez a különböző rokonvegyületeket, így például a mérgező (pl. a tizenhét 2,3,7,8-szubsztituált PCDD-t és PCDF-et és a dioxinszerű PCB-ket) és a nem mérgező típusokat is meg kell tudni különböztetni egymástól. A biológiai tesztekkel szelektíven meg kell tudni határozni a TEQ-értékeket, mint a PCDD-k, a PCDF-ek és a dioxinszerű PCB-k összegét.
- *Nagy pontosság (megbízhatóság és precizitás).* A meghatározásnak megalapozott becslést kell adnia a minta valós koncentrációjáról. A nagy pontosságra azért van szükség, hogy elkerülhető legyen egy mintaanalízis eredményének visszautasítása a TEQ becslésének alacsony megbízhatósága miatt (a mérés pontossága: egy mérés eredménye és a mérés valós vagy megjelölt értéke közötti egyezés közelsége). A pontosságot a megbízhatósággal (egy hitelesített anyagban az adott komponensre mért átlagérték és a hitelesített érték közötti különbség, ez utóbbi százalékában kifejezve) és a precizitással fejezzük ki (a precizitást általában standard eltérésként számítjuk, amely magában foglalja a megismételhetőséget és a reprodukálhatóságot is, és azt fejezi ki, hogy az előírt körülmények között többször elvégezve a kísérletet a kapott eredmények mennyire vannak közel egymáshoz).

A szűrési módszerek lehetnek biológiai tesztek vagy GC/MS módszerek; a megerősítő módszerek nagyfelbontású gázkromatográfiás/nagyfelbontású tömegspektrometriás (HRGC/HRMS) módszerek. Az összesített TEQ-értéknek az alábbi követelményeknek kell megfelelnie:

	Szűrési módszer	Megerősítő módszer
Fals negatív arány	< 1 %	
Megbízhatóság		– 20 % és + 20 % között
CV	< 30 %	< 15 %

6. A szűrési vagy megerősítési célra alkalmazott GC/MS módszerekre vonatkozó különleges követelmények

- Az elemzési eljárás hitelesítéséhez a ^{13}C -jelölt 2,3,7,8-klórszubsztituált belső PCDD/F-standardok (és a ^{13}C -jelölt belső dioxinszerű PCB-standardok, ha dioxinszerű PCB-ket is meg kell határozni) hozzáadását az elemzési módszer legelején, pl. az extrakció előtt kell elvégezni. A PCDD/F-ek tetra-oktaklórozott homológ csoportjai mindegyikéből legalább egy rokonvegyületet (és ha dioxinszerű PCB-ket is meg kell határozni, akkor a dioxinszerű PCB-k homológ csoportjai mindegyikéből is legalább egy rokonvegyületet) hozzá kell adni (alternatív megoldásként a PCDD/F és dioxinszerű PCB-k méréséhez használt minden egyes tömegspektrometriás választott ionmérő funkcióhoz legalább egy rokonvegyületet). A megerősítő módszerek esetében mindenképpen előnyösebb, ha mind a tizenhét ^{13}C -jelölt 2,3,7,8-klórszubsztituált belső PCDD/F-standardot és (ha dioxinszerű PCB-ket is meg kell határozni) mind a tizenkettő ^{13}C -jelölt belső dioxinszerű PCB-standardot alkalmazzuk.

Megfelelő kalibrációs oldatok alkalmazásával a relatív válaszfaktorokat is meg kell határozni azokra a rokonvegyületekre, amelyek ^{13}C -jelölt analógját nem adtuk hozzá a standardhoz.

- A növényi eredetű élelmiszerek és a 10 %-nál kevesebb zsírt tartalmazó, állati eredetű élelmiszerek esetében a belső standardokat kötelező az extrakció előtt hozzáadni. A 10 %-nál magasabb zsírtartalmú, állati eredetű élelmiszerek esetében a belső standardokat az extrakció előtt vagy a zsírextrakció után is hozzáadhatjuk. Az extrakció hatékonyságát is megfelelően hitelesíteni kell attól függően, hogy a belső standardokat melyik szakaszban adjuk a mintákhoz, illetve hogy az eredményeket termékre vagy zsírra adjuk-e meg.
- A GC/MS elemzés előtt egy vagy két visszanyerési (helyettesítő) standardot is hozzá kell adni.
- A visszanyerést is ellenőrizni kell. A megerősítő módszerek esetében az egyes belső standardok visszanyerésének a 60-120 %-os tartományban kell lennie. Az egyes rokonvegyületek vonatkozásában – különösen a hepta- és oktaklórozott dibenzo-dioxinok és dibenzo-furánok esetében – ennél alacsonyabb vagy magasabb visszanyerés is elfogadható, feltéve, hogy a TEQ-értékhez való hozzájárulásuk nem haladja meg az összesített TEQ-érték 10 %-át (csak PCDD/F-re alapozva). A szűrési módszerek esetében a visszanyerésnek a 30-140 %-os tartományban kell lennie.
- A zavaró klórozott vegyületek, így például PCB-k és klórozott difenil-éterek dioxinoktól történő elválasztásához megfelelő kromatográfiai eljárást kell alkalmazni (lehetőleg florisil-, alumínium-oxid- és/vagy szénszlopon).
- Megfelelő ehhez az izomerek gázkromatográfiai elválasztása (< 25 % csúcsok közti elválasztás az 1,2,3,4,7,8-HxCDF és az 1,2,3,6,7,8-HxCDF között).
- A meghatározást az EPA 1613 (B. módosítás) módszerrel (tetra-oktaklórozott dioxinok és furánok izotóphígításos HRGC/HRMS-sel vagy más, egyenértékű teljesítmény-kritériumokkal rendelkező módszerrel) összehangban kell elvégezni.
- A felső határ és az alsó határ közötti különbség nem haladhatja meg a 20 %-ot olyan élelmiszerekben, amelyek dioxinszennyezettsége körülbelül 1 pg WHO-TEQ/g zsír (csak PCDD/PCDF-re alapozva). Az alacsony zsírtartalmú élelmiszerek esetében a körülbelül 1 pg WHO-TEQ/g termék szennyezettségi szintre ugyanezt a követelményt kell alkalmazni. Az ennél alacsonyabb szennyezettségi szintek – pl. 0,50 pg WHO-TEQ/g termék – esetében a felső határ és az alsó határ közötti különbség a 25-40 %-os tartományban mozoghat.

7. Szűrési vizsgálati módszerek

7.1. Bevezetés

A szűrési módszerekhez különböző vizsgálati megközelítések alkalmazhatók: a tisztán szűrési és a kvantitatív megközelítés.

Szűrési megközelítés

A minták eredményeit összehasonlítjuk egy, a kérdéses szinthez alkalmazott referenciaminta eredményével. A referenciánál kisebb eredményt adó mintákat negatívnak minősítjük, a nagyobb eredményt adókat pedig feltételezett pozitívnak. Követelmények:

- minden kísérletsorozatnak tartalmaznia kell egy vak- és egy referenciamintát is, amelyeket azonos körülmények között és egyidejűleg extrahálunk és tesztelünk. A referenciamintának egyértelműen magasabb eredményt kell adnia, mint a vakmintának,
- a kérdéses szint ellenőrzésére a kérdéses szint felének és kétszeresének megfelelő további referenciamintákat is alkalmazni kell annak igazolására, hogy a teszt a kérdéses tartományban megfelelő teljesítményű,
- amikor más mátrixokat tesztelünk, a referenciaminta vagy referenciaminták megfelelőségét is bizonyítani kell lehetőleg úgy, hogy olyan mintákat is bevezünk, amelyek HRGC/HRMS-sel mért TEQ-értéke hasonló a referenciaminta értékéhez vagy pedig egy vakmintát, amely erre a szintre van kihegyezve,

- mivel a biológiai tesztekben nem használhatók belső standardok, a kísérletsorozatokon belüli standard eltérés megállapításához nagyon fontosak a megismételhetőségi tesztek. A variációs együtthatónak 30 % alatt kell lennie,
- a biológiai tesztek esetében meg kell határozni a célvegyületeket, az esetleges zavaró komponenseket és a maximálisan tolerálható vakszinteket.

Kvantitatív megközelítés

A kvantitatív megközelítés során standard hígítási sorokat kell készíteni két vagy három párhuzamos méréssel, valamint vak- és visszanyerési próbákkal. Az eredmények kifejezhetők TEQ-ban, feltételezve, hogy a szignálért felelős vegyületek megfelelnek a TEQ-alapelvnek. Ezt TCDD (vagy egy dioxin/furán standard keverék) alkalmazásával végezhetjük, amellyel felvesszünk egy kalibrációs görbét, hogy ez alapján ki tudjuk számolni az extraktumra és ezen keresztül a mintára jellemző TEQ-szintet. Ezt azután korrigáljuk a vakmintára számított TEQ-szinttel (hogy figyelembe vegyük az alkalmazott oldószerekből és vegyszerekből származó szennyezéseket) és egy visszanyerésre számított TEQ-szinttel (amelyet a kérdéses szint körüli értékű minőségellenőrző minta TEQ-szintjéből számolunk). Fontos megjegyezni, hogy a látszólagos visszanyerési veszteség egy része mátrixhatásokból és/vagy a biológiai tesztekben kapott TEF-értékek és a WHO által rögzített hivatalos TEF-értékek különbségéből is eredhet.

7.2. A szűrésre használt vizsgálati módszerekre vonatkozó követelmények

- A szűréshez használhatók GC/MS vizsgálati módszerek és biológiai tesztek. A GC/MS módszerek vonatkozásában a 6. pontban megállapított követelményeket kell alkalmazni. A sejtalapú biológiai tesztek vonatkozásában a 7.3. pontban, a reagenskészlet-alapú biológiai tesztek vonatkozásában pedig a 7.4. pontban megállapított különleges követelményeket kell alkalmazni.
- Egy nagyszámú – a maximális vagy akciós szint alatti vagy feletti mintát tartalmazó sorozatban – szükség van a fals pozitív és a fals negatív eredmények számával kapcsolatos információkra a megerősítő módszerrel meghatározott TEQ-tartalommal történő összehasonlításban. A tényleges fals negatív aránynak 1 % alatt kell lennie. A fals pozitív minták arányának elég alacsonynak kell lenni ahhoz, hogy a szűrőeszköz alkalmazása előnyössé váljon.
- A pozitív eredményeket mindig meg kell erősíteni egy megerősítő elemzési módszerrel (HRGC/HRMS). HRGC/HRMS-sel kell megerősíteni ezen kívül a széles TEQ-tartományból származó mintákat is (a negatív minták körülbelül 2-10 %-a). A biológiai tesztek és a HRGC/HRMS eredményei közötti megfeleléssel kapcsolatos információkat is meg kell adni.

7.3. A sejtalapú biológiai tesztekre vonatkozó különleges követelmények

- A biológiai tesztek végzése során minden teszthez szükség van a TCDD vagy egy dioxin/furán-keverék referenciakonzentrációjának egy sorozatára (teljes dózis-válasz görbe, $R^2 > 0,95$). Szűrési célokra azonban egy kibővített, alacsony szintű minták mérésére alkalmas alacsony szintű görbét alkalmazhatunk.
- A minőségellenőrzési lapon egy (a számszerűsítési határ körülbelül háromszorosának megfelelő) TCDD-referenciakonzentrációt kell alkalmazni a konstans időtartamú biológiai tesztek eredményeihez. Alternatíva lehet egy referenciamintának a TCDD kalibrációs vonalhoz viszonyított relatív válasza, mivel a sejtek válasza sok tényezőtől függhet.
- Minden egyes referenciaanyag-típushoz fel kell venni egy minőségellenőrzési (QC) diagramot, amelynek ellenőrzésével igazolható, hogy az eredmények valóban összhangban vannak a megfogalmazott irányelvekkel.
- Különösen a kvantitatív számítások esetében, az alkalmazott mintahígítás indukciójának a választárgörbe lineáris szakaszára kell esnie. A választárgörbe lineáris szakasza feletti mintákat meg kell hígítani és újra meg kell mérni. Ajánlott tehát egyszerre legalább két vagy három hígítást mérni.
- Az egyes hígítások három párhuzamosban történő mérése esetén a százalékos standard eltérés nem lehet 15 % felett, három független kísérlet között pedig nem haladhatja meg a 30 %-ot.
- A kimutatási határt az oldószeres vak- vagy a háttér által adott válasz standard eltéréseinek háromszorosában lehet megállapítani. Egy másik megközelítés szerint alkalmazhatunk egy, a napi kalibrációs görbéből számolt háttér (az indukciós faktor az oldószeres vak ötszöröse) feletti választ is. A számszerűsítési határt az oldószeres vak- vagy a háttér által adott válasz standard eltéréseinek öt-hatszorosában lehet megállapítani, vagy alkalmazhatunk a napi kalibrációs görbéből számolt háttér (az indukciós faktor az oldószeres vak tízszerese) feletti választ is.

7.4. A reagenskészlet-alapú biológiai tesztekre vonatkozó különleges követelmények ⁽¹⁾

- Követni kell a gyártó mintaelőkészítésre és mintaelemzésre vonatkozó utasításait.
- A szavatossági idő lejártá után a reagenskészleteket nem szabad felhasználni.
- Nem alkalmazhatók más reagenskészletekkel történő alkalmazásra szánt anyagok vagy komponensek.
- A reagenskészleteket a megadott tárolási hőmérsékleti tartományban kell tartani, és a megadott működési hőmérsékleten kell használni.
- Az immunesztek kimutatási határát a 10 párhuzamosan mért vakpróbával kapott standard eltérés háromszorosában kell megállapítani, amelyet el kell osztani a lineáris regressziós egyenlet meredekségével.
- A laboratóriumban végzett tesztekhez referenciastandardokat kell használni annak ellenőrzésére, hogy a standardra adott válasz valóban elfogadható tartományba esik-e.

8. Az eredmények jelentése

Amennyiben az alkalmazott analitikai eljárás lehetővé teszi, az analitikai eredmények között fel kell tüntetni az egyes PCDD/F- és PCB-rokonvegyületek mennyiségét is, és ki kell fejezni azokat alsó határral, felső határral, és középső értékekkel is ahhoz, hogy a jelentés az eredmények tekintetében maximális mennyiségű információt tartalmazzon, és így lehetővé tegye az eredmények különleges követelmények szerinti értelmezését.

A jelentésben meg kell adni a minta lipidtartalmát, valamint a lipidxtrakcióhoz alkalmazott módszert is.

Abban az esetben, ha a visszanyerések a 6. pontban említett tartományon kívül esnek, vagy ha az eredmények a maximális szintet meghaladják, vagy egyéb esetekben kérés alapján, az egyes belső standardok visszanyerését is meg kell adni.

⁽¹⁾ Eddig még nincs bizonyíték arra vonatkozólag, hogy a kereskedelmi forgalomban kapható reagenskészlet-alapú biológiai tesztek kellően érzékenyek és megbízhatóak lennének ahhoz, hogy azokkal élelmiszerekben vagy takarmányokban a szükséges szinten dioxinok jelenlétére lehessen szűrni.