

32002L0070

2002.8.6.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 209/15

A BIZOTTSÁG 2002/70/EK IRÁNYELVE**(2002. július 26.)****a takarmányok dioxin- és dioxinjellegű-PCB-tartalmának meghatározására vonatkozó követelmények megállapításáról****(EGT vonatkozású szöveg)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb Ausztria, Finnország és Svédország csatlakozási okmányával módosított, a takarmányok hatósági ellenőrzésénél alkalmazandó közösségi mintavételi és elemzési módszerek bevezetéséről szóló, 1970. július 20-i 70/373/EGK tanácsi irányelvre ⁽¹⁾ és különösen annak 2. cikkére,

mivel:

- (1) A legutóbb a 2001/102/EK irányelvvel ⁽²⁾ módosított, a takarmányban előforduló nemkívánatos anyagokról és termékekről szóló, 1999. április 22-i 1999/29/EK tanácsi irányelv ⁽³⁾ felső határértékeket állapít meg számos takarmány-alapanyag és takarmány dioxin- és furántartalmára.
- (2) Az analitikai módszerek tekintetében olyan követelmények megállapítása szükséges, amelyek révén biztosítható, hogy a laboratóriumok összehasonlítható hatékonyságú analitikai módszereket alkalmaznak.
- (3) A mintavételi és analitikai módszerekre vonatkozó rendelkezéseket a jelenlegi ismeretek alapján készítették, és a tudományos és technológiai ismeretek fejlődésének figyelembevételével azokat módosítani lehet.
- (4) Az ezen irányelvben megállapított rendelkezések csak a dioxinok és a dioxinjellegű PCB-k analitikai vizsgálatára vonatkoznak, a takarmányokban előforduló nemkívánatos anyagokról és termékekről szóló, 1999/29/EK irányelvet módosító 2001/102/EK irányelv végrehajtása keretében.
- (5) Aktív megközelítést kell alkalmazni a takarmány-alapanyagokban és takarmányokban előforduló dioxinjellegű PCB-k jelenlétére vonatkozó megbízható és átfogó adatok szerzéséhez. Ennek megfelelően követelményeket kell megállapítani a takarmány-alapanyagokban és a takarmányokban lévő dioxinjellegű PCB-k meghatározásához alkalmazott analitikai módszerek tekintetében.
- (6) A jelentős mennyiségű dioxint tartalmazó minták kiválasztásához egy bizonyítottan, széles körben elfogadott módon hitelesített és nagy áteresztőképességű szűrőmód-

szert alkalmazható. E minták dioxintartalmát egy megerősítő analitikai módszerrel kell meghatározni. Ennek megfelelően helyénvaló követelményeket megállapítani a megerősítő analitikai módszerek és a szűrőmódszerek tekintetében.

- (7) Az ebben az irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állat-egészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok biztosítják, hogy a takarmányok dioxin- és furántartalmának hatósági ellenőrzéséhez, valamint dioxinjellegű-PCB-tartalmuk meghatározásához szükséges mintavételt az ezen irányelv I. mellékletében ismertetett módszerek szerint végzik el.

2. cikk

A tagállamok biztosítják, hogy a takarmányok dioxin- és furántartalmának hatósági ellenőrzésekor, valamint dioxinjellegű-PCB-tartalmuk meghatározásakor végzett minta-előkészítés és az alkalmazott analitikai módszerek megfelelnek 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.

⁽¹⁾ HL L 170., 1970.8.3., 2. o.

⁽²⁾ HL L 6., 2002.1.10., 45. o.

⁽³⁾ HL L 115., 1999.5.4., 32. o.

5. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 2002. július 26-án.

a Bizottság részéről

David BYRNE

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

MINTAVÉTELI MÓDSZEREK EGYES TAKARMÁNYOK DIOXINTARTALMÁNAK (PCDD/PCDF) HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSÉHEZ ÉS A DIOXINJELLEGŰ PCB-K MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Cél és alkalmazási terület

A takarmányok dioxintartalmának (PCDD/PCDF) hatósági ellenőrzésére, valamint dioxinjellegű-PCB-tartalmuk ⁽¹⁾ meghatározására szánt mintákat a takarmányok hatósági ellenőrzésére vonatkozó közösségi mintavételi módszerek létrehozásáról szóló, 1976. március 1-jei 76/371/EGK bizottsági irányelv ⁽²⁾ rendelkezéseinek megfelelően kell vételezni. Az így kapott összesített minták azon tételek vagy résztételek reprezentatív mintáinak tekintendők, amelyből vételezték őket. Az 1999/29/EK irányelvben előírt maximális szinteknek való megfelelést a laboratóriumi mintákban meghatározott szintek alapján kell megállapítani.

2. A tétel vagy résztétel előírásoknak való megfelelése

Az ellenőrző laboratórium két párhuzamos mérésben elvégzi a megerősítésre szolgáló laboratóriumi minta analízisét, ha az első analízis eredménye kevesebb, mint 20 %-kal van a maximális szint alatt vagy felett, és kiszámítja az eredmények átlagát. A tételt akkor lehet elfogadni, ha az első analízis eredménye több, mint 20 %-kal van a maximális szint alatt vagy, párhuzamos analízis esetén, ha az átlag megfelel az 1999/29/EK irányelvben megállapított vonatkozó maximális szintnek.

⁽¹⁾ A WHO TEF táblázata emberi kockázatfelméréshez az Egészségügyi Világszervezet (WHO) 1997. június 15-18-i, stockholmi (Svédország) ülésének eredményei 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 (1998)].

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

Alkalmazott rövidítések: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = okta; CDD = klórdibenzo-p-dioxin; CDF = klórdibenzofurán; CB = klórbifenil.

⁽²⁾ HL L 102., 1976.4.15., 1. o.

II. MELLÉKLET

EGYES TAKARMÁNYOK DIOXINTARTALMÁNAK (PCDD/PCDF) HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSEKOR ÉS DIOXINJELLEGŰ-PCB-TARTALMUK MEGHATÁROZÁSAKOR VÉGZETT MINTA-ELŐKÉSZÍTÉSRE ÉS AZ ALKALMAZOTT ANALITIKAI MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK**1. Célkitűzések és alkalmazási terület**

Ezeket a követelményeket a takarmány-alapanyagokban és a takarmányokban lévő dioxinok (poliklórozott dibenzop-dioxinok (PCDD) és poliklórozott dibenzofuránok (PCDF)) és a dioxinjellegű poliklórozott bifenilek (PCB-k) meghatározását célzó analitikai vizsgálatok esetén kell alkalmazni.

A dioxinok jelenlétének ellenőrzését a takarmányokban egy olyan stratégia alapján lehet elvégezni, amely magában foglal egy szűrőmodszert azoknak a mintáknak a kiválasztására, amelyekben a dioxinok és dioxinjellegű PCB-k mennyisége kevesebb, mint 30–40 %-kal van az adott szint alatt vagy felett. E jelentős dioxintartalmú mintákban a dioxinok koncentrációját egy megerősítő módszerrel kell meghatározni/megerősíteni.

A szűrőmodszerek olyan módszerek, amelyekkel kimutatható a dioxinok és a dioxinjellegű PCB-k jelenléte az adott szinten. E módszerek nagy mintaáteresztő képességűek, és arra használják őket, hogy nagyszámú minta közül kiszűrjék a potenciálisan pozitívakat. Kialakításuk kimondottan azt a célt szolgálja, hogy segítségükkel elkerülhetőek legyenek a téves negatív eredmények.

A megerősítő módszerek olyan teljes vagy kiegészítő információkat szolgáltató módszerek, amelyek lehetővé teszik a dioxinok és dioxinjellegű PCB-k azonosítását és egyértelmű mennyiségi meghatározását az adott szinten.

2. Háttér

Mivel a környezeti és a biológiai minták (ezen belül a takarmányalapanyag- és a takarmányminták is) általában különböző rokon dioxinvegyületek komplex keverékeit tartalmazzák, a kockázatfelmérés megkönnyítése érdekében kidolgozták a toxicitási egyenérték-tényezők (TEF-ek) koncepcióját. A TEF-ek a 2,3,7,8-helyen szubsztituált PCDD-eket és PCDF-eket tartalmazó keverékek koncentrációjának kifejezésére, újabban pedig a dioxinjellegű aktivitással rendelkező egyes nem-orto és mono-orto, klórral szubsztituált PCB-knek a 2,3,7,8-TCDD toxikus egyenértékben (TEQ) való kifejezésére is (ld. I. melléklet, 1. lábjegyzet) szolgálnak.

Az egyes anyagok adott mintában mért koncentrációit megszorozzuk a hozzájuk tartozó TEF-értékkel, majd összeadjuk őket, és így megkapjuk a dioxinjellegű vegyületek TEQ-ben kifejezett összes koncentrációját.

A „felső határérték” kiszámításánál minden egyes mennyiségileg nem meghatározható rokonvegyület TEQ-hez való hozzájárulásának értéke a mennyiségi meghatározás határértékének tekintendő.

Az „alsó határérték” kiszámításánál minden egyes mennyiségileg nem meghatározható rokonvegyület TEQ-hez való hozzájárulásának értéke nullának tekintendő.

A „közepes határérték” kiszámításánál minden egyes mennyiségileg nem meghatározható rokonvegyület TEQ-hez való hozzájárulásának értéke a mennyiségi meghatározás határértéke felének tekintendő.

3. A minta előkészítésére vonatkozó minőségbiztosítási követelmények

Az analitikai vizsgálat céljára szolgáló minták előkészítését illetően, a takarmányok hatósági ellenőrzésére szolgáló közösségi analitikai módszerek megállapításáról szóló 71/250/EGK, 71/393/EGK, 72/199/EGK, 73/46/EGK, 74/203/EGK, 75/84/EGK, 76/372/EGK és 78/633/EGK irányelv módosításáról szóló, 1981. július 30-i 81/680/EGK bizottsági irányelv⁽¹⁾ mellékletében megállapított általános rendelkezéseket kell alkalmazni.

Ezen túlmenően az alábbi követelményeknek kell megfelelni:

- a mintákat üveg-, alumínium-, polipropilén- vagy polietilénedényekben kell tárolni és szállítani. A papírpormaradékokat el kell távolítani a mintatartóból. Az üvegszükszöket, dioxin jelenléte tekintetében előzetesen ellenőrzött oldószerekkel kell kiöblíteni,
- végezzünk el egy vakpróbát úgy, hogy az egész analitikai eljárást elvégezzük, csak a mintát hagyjuk ki belőle,
- az extraháláshoz használt minta tömege olyan legyen, hogy megfeleljen az érzékenységre vonatkozó követelményeknek.

4. A laboratóriumokra vonatkozó követelmények

- A laboratóriumok igazolják a módszer érvényességét egy adott szinttartományban, például az adott szint felénél, egyszeresénél és kétszeresénél, az ismételt analízisekben elfogadható relatív szórási együtthatóval. Az elfogadási kritériumokat részletesen lásd az 5. pontban.
- Egy megerősítő módszer esetében a mennyiségi meghatározás határértéke az adott szint körülbelül egyötödénél legyen annak érdekében, hogy az adott szinttartományban elfogadható relatív szórási együtthatókat kapjunk.

⁽¹⁾ HL L 246., 1981.8.29., 32. o.

- Belső minőségellenőrzési intézkedésként rendszeresen vakkontrollvizsgálatokat és beállító kísérleteket vagy kontrollminta-analízist (lehetőleg hitelesített referenciaanyagon) kell végezni.
- Adott analízisek vonatkozásában a szakmai alkalmasság igazolásának legjobb módja a laboratóriumok szakmai felkészültségét mérő, laboratóriumok közötti körvizsgálatokban való sikeres részvétel. A laboratóriumok közötti körvizsgálatokban való sikeres részvétel, például a talaj- vagy a szennyvízminták terén, nem feltétlenül bizonyítja az alacsonyabb szennyezettségi szintű élelmiszer- és a takarmányminták területén való szakmai alkalmasságot. Kötelező tehát folyamatosan részt venni olyan, laboratóriumok közötti körvizsgálatokban, amelyek a dioxinok és a dioxinjellegű PCB-k meghatározására irányulnak a megfelelő takarmány/élelmiszer mátrixokban.
- A laboratóriumokat egy elismert és az ISO 58. iránymutatással összhangban működő testület akkreditálja annak biztosítása céljából, hogy analitikai minőségbiztosítást alkalmaznak. A laboratóriumokat az ISO/IEC/17025:1999 szabvány szerint kell akkreditálni.

5. A dioxinok és a dioxinjellegű PCB-k esetében használt analitikai eljárásokra vonatkozó követelmények

Az analitikai eljárások elfogadására vonatkozó alapkövetelmények:

- *Magas érzékenység és alacsony kimutatási határ.* A PCDD-k és PCDF-ek esetében, a kimutatható mennyiségnek a pikogramm (10^{-12} g) TEQ tartományában kell lennie, mivel az említett vegyületek közül több különösen mérgező. Ismert, hogy a PCB-k nagyobb koncentrációban fordulnak elő, mint a PCDD-k és PCDF-ek. A legtöbb PCB rokonvegyület esetében már elegendő a nanogrammos (10^{-9} g) érzékenység is. A mérgezőbb dioxinjellegű PCB-rokonvegyületek (és különösen a nem orto szubsztituált rokonvegyületek) meghatározásához ugyanolyan érzékenységre van szükség, mint a PCDD-k és PCDF-ek esetében.
- *Nagy szelektivitás (specifikusság).* Meg kell tudni különböztetni a PCDD-eket, PCDF-eket és dioxinjellegű PCB-eket az igen sokféle, velük együtt extrahált és a mérést esetleg zavaró más vegyülettől, amelyek nagyságrendekkel magasabb koncentrációban lehetnek jelen, mint az analízis tárgyát képező vegyületek. A gázkromatográfiás/tömegspektrometriás (GC/MS) módszereknél a különböző rokonvegyületeket, így például a mérgező (pl. a tizenhét 2,3,7,8-helyen szubsztituált PCDD és PCDF és a dioxinjellegű PCB-k) és a többi rokonvegyületet meg kell tudni különböztetni egymástól. A biológiai teszteknek a TEQ-értékeket szelektív módon, mint a PCDD-k, a PCDF-ek és a dioxinjellegű PCB-k összegét kell tudni meghatározni.
- *Nagy pontosság (valódiság és precizitás).* A meghatározásnak érvényes és megbízható becslést kell adnia a minta valódi koncentrációjáról. A nagy pontosságra (a mérés pontossága: egy mérés eredménye és a valódi vagy közös érték közötti egyezés közelsége) azért van szükség, hogy elkerüljük egy mintaanalízis eredményének elvesztését a becsült TEQ-érték gyenge megbízhatósága miatt. A pontosságot a valódiság (egy hitelesített anyagban a vizsgált jellemzőre mért átlagérték és a hitelesített érték közötti különbség, a hitelesített érték százalékában kifejezve) és a precizitás (a precizitást rendszerint szórásként számítjuk, amely magában foglalja az ismételhetőséget és a reprodukálhatóságot, és adott körülmények között a többször megismételt kísérleti eljárással kapott eredmények közötti egyezés közelsége fejezi ki) határozza meg.

A szűrővizsgálati módszerek lehetnek biológiai tesztek és GC/MS módszerek; a megerősítő módszerek nagy felbontású gázkromatográfiás/nagy felbontású tömegspektrometriás (HRGC/HRMS) módszerek. A következő kritériumoknak az összes TEQ-érték esetében teljesülniük kell:

	Szűrővizsgálati módszer	Megerősítő módszer
Téves negatív eredmény	< 1 %	
Valódiság		– 20 %-tól + 20 %-ig
Relatív szórási együttható (CV)	< 30 %	< 15 %

6. A szűrés és megerősítés céljából alkalmazott GC/MS módszerekre vonatkozó különleges követelmények

- Az analitikai eljárás hitelesítéséhez a ^{13}C -mal jelölt, a 2,3,7,8-helyen klórral szubsztituált belső PCDD/F-standardok (illetve dioxinjellegű PCB-k meghatározása esetén ^{13}C -mal jelölt belső dioxinjellegű PCB-standardok) hozzáadását az analitikai módszer legelején vagy kezdetén kell elvégezni, pl. az extrahálás előtt. A tetraklórozottól az oktaklórozottig terjedő PCDD/F-ek homológ csoportjai mindegyikéből legalább egy rokonvegyületet (dioxinjellegű PCB-k meghatározása esetén, a dioxinjellegű PCB-k homológ csoportjai mindegyikéből legalább egy rokonvegyületet) kell hozzáadni (illetve, legalább egy rokonvegyület kerül hozzáadásra a PCDD/F-ek és dioxinjellegű PCB-k nyomon követéséhez használt, tömegspektrometriával kiválasztott ionregisztráló funkcióként). Egyértelműen előnyösebb, természetesen a megerősítő módszerek esetében, ha mind a 17 ^{13}C -mal jelölt 2,3,7,8-helyen szubsztituált belső PCDD/F-standardot, illetve (dioxinjellegű PCB-k meghatározása esetén) mind a 12 ^{13}C -mal jelölt belső dioxinjellegű PCB-standardot használjuk.

Megfelelő kalibrációs oldatok alkalmazásával a relatív arányossági tényezőket azon rokonvegyületekre is meg kell határozni, amelyekhez ^{13}C -mal jelölt analógot nem adtunk hozzá.

- A növényi eredetű takarmányok és a kevesebb, mint 10 % zsírt tartalmazó állati eredetű takarmányok esetében a belső standardokat kötelező az extrahálás előtt hozzáadni. A 10 %-nál magasabb zsírtartalmú állati eredetű takarmányok esetében a belső standardokat az extrahálás előtt vagy a zsír extrahálása után is hozzáadhatjuk. Attól függően, hogy a belső standardokat melyik szakaszban adjuk a mintákhoz, valamint hogy az eredményeket termékre vagy zsírra adjuk meg, az extrahálás hatékonyságát megfelelően validálni kell.
- A GC/MS analízis előtt egy vagy két visszanyerési (szurrogátum) standardot kell hozzáadni.
- A visszanyerést ellenőrizni kell. A megerősítő módszerek esetében az egyes belső standardok visszanyerésének a 60–120 %-os tartományban kell lennie. Az egyes rokonvegyületek vonatkozásában, különösen egyes hepta- és oktaklórozott dibenzodioxinok és dibenzofuránok esetében, ennél alacsonyabb vagy magasabb visszanyerés is elfogadható azzal a feltétellel, hogy azok TEQ-értékének részaránya nem haladja meg az összes (csak PCDD/F-re alapozott) TEQ-érték 10 %-át. A szűrővizsgálati módszerek esetében a visszanyerésnek a 30–140 %-os tartományban kell lennie.
- A dioxinokat az interferáló klórozott vegyületektől, így például a PCB-ktől és a klórozott difenil-éterektől megfelelő kromatográfiás eljárással kell elválasztani (lehetőleg florisil-, alumínium-oxid- és/vagy szénoszlopon).
- Az izomerek gázkromatográfiás elválasztása megfelelő legyen (< 25 % a csúcsok közötti eltérés az 1,2,3,4,7,8-HxCDF és az 1,2,3,6,7,8-HxCDF között).
- A meghatározást az EPA 1613 módszer B. módosítása szerint kell elvégezni, amely a tetraklórozottól az oktaklórozottig terjedő dioxinok és furánok izotóphígításos HRGC/HRMS-sel vagy más, azzal egyenértékű hatékonysággal rendelkező módszerrel történő meghatározására vonatkozik.
- A felső és az alsó határérték közötti különbség nem haladhatja meg a 20 %-ot olyan takarmányokban, amelyek dioxinszennyezettsége a maximális tartományban vagy afelett van. A maximális szintnél jóval alacsonyabb szennyezettségű takarmányok esetében a különbség a 25–40 %-os tartományban mozoghat.

7. Analitikai szűrővizsgálati módszerek

7.1. Bevezetés

A szűrővizsgálati módszerekkel különböző analitikai célok teljesíthetők: egyszerű szűrés és mennyiségi meghatározás.

Szűrés

Az adott szinten a minták eredményeit összehasonlítjuk egy referenciaminta eredményével. A referenciánál alacsonyabb eredményt adó mintákat negatívnak, a nagyobb eredményt adókat pedig pozitívnak minősítjük. Követelmények:

- minden vizsgálati sorozatnak tartalmaznia kell egy vak- és egy referenciamintát, amelyeket egyidejűleg és azonos körülmények között kell extrahálni és vizsgálni. A referenciamintának egyértelműen magasabb eredményt kell adnia, mint a vakmintának,
- az adott szint ellenőrzésére további, az adott szint felének és kétszeresének megfelelő referenciamintákat is alkalmazni kell annak igazolására, hogy a vizsgálat az adott tartományban megfelelő hatékonyságú,
- más mátrixok vizsgálata során, a referenciaminta vagy referenciaminták megfelelőségét bizonyítani kell, lehetőleg olyan minták felhasználásával, amelyek HRGC/HRMS-sel mért TEQ-értéke hasonló a referenciamintáéhoz, vagy egy olyan vakmintával, ami erre a szintre van beállítva,
- mivel a biológiai tesztelés során nem használhatók belső standardok, az ismételhetőségre vonatkozó vizsgálatok nagyon fontosak az egy kísérletsorozaton belüli szórás megállapításában. A relatív szórási együtthatónak 30 % alatt kell lennie,
- a biológiai tesztek esetében meg kell határozni a célvegyületeket, az esetleges interferenciákat és az elfogadható vakszintek maximumát.

Mennyiségi meghatározás

A mennyiségi meghatározást célzó vizsgálathoz standard hígítási sorok, kétszeres vagy háromszoros tisztítás és mérés, valamint vakminták és visszanyerési minták szükségesek. Az eredmények kifejezhetők TEQ-ben, feltételezve hogy a jelért felelős vegyületek megfelelnek a TEQ-alapelvnek. Ezt TCDD (vagy egy dioxin/furán standard keverék) használatával végezhetjük, amellyel felvesszünk egy kalibrációs görbét, hogy ez alapján ki tudjuk számolni a kivonatra, és így a mintára jellemző TEQ-szintet. Ezt azután korrigáljuk a vakmintára számított TEQ-értékkel (hogy figyelembe vegyük az alkalmazott oldószerekből és vegyszerekből származó szennyeződést), valamint egy visszanyerésre számított TEQ-értékkel (amelyet egy, az adott szint körüli értékű minőségellenőrző minta TEQ-értékéből számítottunk ki). Fontos megjegyezni, hogy a nyilvánvaló visszanyerési veszteség egy része mátrixhatásokból és/vagy a biológiai tesztelési eljárások során kapott TEF-értékek és a WHO által rögzített hivatalos TEF-értékek különbségéből eredhet.

7.2. A szűrésnél alkalmazott analitikai módszerekre vonatkozó követelmények

- A szűréshez GC/MS analitikai módszereket és biológiai tesztelési eljárásokat lehet alkalmazni. A GC/MS módszerek vonatkozásában a 6. pontban megállapított követelményeket kell alkalmazni. A sejtreakción alapuló biológiai tesztelési eljárások vonatkozásában a 7.3. pontban, a vegyszerkészleten alapuló biológiai tesztelési eljárások vonatkozásában a 7.4. pontban megállapított különleges követelményeket kell alkalmazni.

- Nagyszámú, a maximális vagy a beavatkozási szint alatti vagy feletti mintákat tartalmazó sorozatnál adatokat kell gyűjteni a tévesen pozitív és tévesen negatív eredmények számáról, összehasonlítva azokat a megerősítő módszerrel meghatározott TEQ-tartalommal. A tévesen negatív minták tényleges arányának 1 % alatt kell lennie. A tévesen pozitív minták arányának elég alacsonynak kell lenni ahhoz, hogy előnyös legyen a szűrővizsgálati módszer alkalmazása.
- A pozitív eredményeket mindig meg kell erősíteni egy analitikai megerősítő módszerrel (HRGC/HRMS). Ezen túlmenően, széles TEQ-tartományból származó minták esetén HRGC/HRMS megerősítést kell végezni (a negatív minták körülbelül 2–10 %-a). A biológiai tesztelési eljárások és a HRGC/HRMS eredményeinek egyezésével kapcsolatos adatokat rendelkezésre kell bocsátani.

7.3. A sejtreakción alapuló biológiai tesztelési eljárásokra vonatkozó különleges követelmények

- A biológiai tesztelési eljárások során minden teszt lefuttatásához szükség van egy TCDD vagy dioxin/furán-elegy referenciakonzentráció-sorozatra (teljes dózis-válasz görbe, ahol $R^2 > 0,95$). Szűrési célokra egy kibővített, alacsony szintű minták mérésére alkalmas alacsony szintű görbét lehet alkalmazni.
- A biológiai tesztelési eljárások eredményeinek értékeléséhez egy minőségellenőrzési lapon rögzíteni kell az adott időtartam alatt használt TCDD referencia-konzentrációt (körülbelül a mennyiségi meghatározás határértékének háromszorosa). Másik lehetőség egy referenciaminta relatív válaszáinak összehasonlítása a TCDD kalibrációs egyenésével, mivel a sejtek válasza sok tényezőtől függhet.
- A referenciaanyag-fajták mindegyikéhez fel kell venni egy minőségellenőrzési (QC) diagramot, amelyet ellenőrizni is kell annak érdekében, hogy az eredmények összhangban vannak a meghatározott iránymutatásokkal.
- Különösen a mennyiségi számítások esetén, az alkalmazott hígítási minta indukciójának a válaszgörbe lineáris szakaszára kell esnie. A válaszgörbe lineáris szakasza feletti mintákat fel kell hígítani, és újra meg kell vizsgálni. Ennélfogva tanácsos tehát egyszerre legalább két vagy három hígítást vizsgálni.
- Az egyes hígítási minták három párhuzamos meghatározása esetén a százalékos szórás nem lehet 15 % felett, három független kísérlet között pedig nem haladhatja meg a 30 %-ot.
- A kimutatási határértéket az oldószer vagy a háttérjel szórásának háromszorosában lehet megállapítani. Egy másik megközelítés a napi kalibrációs görbéből számított és a háttérnél nagyobb jelet alkalmaz (az indukciós tényező az oldószer-érték ötszöröse). A mennyiségi meghatározás határértékét az oldószer vagy a háttérjel szórásának öt-hatszorosában lehet megállapítani, vagy alkalmazhatunk egy egyértelműen a napi kalibrációs görbéből számított és a háttérjelnél nagyobb jelet lehet alkalmazni (az indukciós tényező az oldószerérték 10-szerese).

7.4. A vegyszerkészleten alapuló biológiai tesztelési eljárásokra vonatkozó különleges követelmények ⁽¹⁾

- Követni kell a gyártó minta-előkészítésre és analízisre vonatkozó utasításait.
- A lejárat idő után a vegyszerkészleteket nem szabad használni.
- Nem alkalmazhatók a más vegyszerkészletekben történő felhasználásra szánt anyagok vagy komponensek.
- A vegyszerkészleteket a megadott hőmérsékleten kell tárolni, és a megadott működési hőmérsékleten kell használni.
- Az immunológiai reakción alapuló tesztek kimutatási határértékét úgy kell meghatározni, hogy a 10 párhuzamos vakmintavizsgálatból kapott átlag és a szórás háromszorosának összegét elosztjuk a lineáris regressziós egyenes meredekségével.
- A laboratóriumban végzett tesztekhez referenciastandardokat kell használni annak biztosítása érdekében, hogy a standardra adott válasz az elfogadható tartományba essen.

8. Az eredményekről készült jelentés

Amennyiben az alkalmazott analitikai eljárás azt lehetővé teszi, az analitikai eredményeknek tartalmazniuk kell az egyes PCDD/F- és PCB-rokonvegyületek szintjét, és meg kell adni az alsó, felső, és középső határértékeket is ahhoz, hogy az eredményközlés a lehető legtöbb információt tartalmazza, és így lehetővé tegye az eredmények különleges követelmények szerinti értelmezését.

A jelentésben meg kell adni a minta lipidtartalmát, és a lipidek extrahálásához alkalmazott módszert is.

Az egyes belső standardok visszanyerését meg kell adni abban az esetben, ha a visszanyerések kívül esnek a 6. pontban említett tartományon, vagy ha az eredmények meghaladják a maximális szintet, vagy arra kérés érkezik.

⁽¹⁾ A kereskedelmi forgalomban kapható vegyszerkészleten alapuló biológiai tesztek megfelelő érzékenységet és megbízhatóságot a dioxinok jelenlétének szűrésére, élelmiszer- és takarmánymintákban található szintek esetében még nem bizonyították.