Ez a dokumentum kizárólag tájékoztató jellegű, az intézmények semmiféle felelősséget nem vállalnak a tartalmáért

►**B**

A BIZOTTSÁG 2002/70/EK IRÁNYELVE

(2002. július 26.)

a takarmányok dioxin- és dioxinjellegű-PCB-tartalmának meghatározására vonatkozó követelmények megállapításáról

(EGT vonatkozású szöveg)

(HL L 209, 6.8.2002, o. 15)

Módosította:

		Hivatalos Lap		
		Szám	Oldal	Dátum
►**M1**	A Bizottság 2005/7/EK irányelve (2005. január 27.)	L 27	41	29.1.2005

▼B

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 ellen- őrzésénél 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 szűrőmódszer 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]) 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.

▼B

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.

5. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

▼B

I. MELLÉKLET

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

▼M1

1. **Cél és alkalmazási terület**

A dioxintartalom (PCDD/PCDF) szintjének hatósági ellenőrzése, illetve a takarmányok dioxinjellegű PCB-tartalmának ([1]) meghatározása céljából a mintákat a 76/371/EGK irányelv rendelkezéseinek megfelelően kell venni. A takarmányokban egyenletesen eloszló anyagok és termékek ellenőrzésére vonatkozó mennyiségi követelményeket a 76/371/EGK irányelv mellékletének 5.A. pontjában előírtak szerint kell alkalmazni. Az így nyert átlagolt minták reprezentatívnak tekintendők azon tételek és altételek vonatkozásában, amelyekből a mintavételezés történt. A 2002/32/EK európai parlamenti és tanácsi irányelvben ([2]) meghatározott legnagyobb szintek betartását a laboratóriumi mintákban kimutatott szintek alapján állapítják meg.

2. **A mintavételi tétel vagy altétel előírásnak való megfelelése**

A mintavételi tétel akkor fogadható el, ha – a mérési bizonytalanság figyelembevételével – az egyszeri elemzés analitikai eredménye nem haladja meg a 2002/32/EK irányelvben megállapított, megfelelő legnagyobb szintet.

A mintavételi tétel nem felel meg a 2002/32/EK irányelvben megállapított maximális szintnek, ha a párhuzamos elemzéssel megerősített és legalább két külön meghatározás átlagaként kiszámított analitikai eredmény minden kételyt kizáró módon – a mérési bizonytalanságot is figyelembe véve – meghaladja a maximális határértéket.

A mérési bizonytalanság figyelembevétele a következő megközelítések egyikének megfelelően történhet:

([1]) A dioxinjellegű PCB-k táblázata

Rokonvegyület	TEF-érték	Rokonvegyület	TEF-érték
Dibenzo-p-dioxinek **(„PCDD-k”)**		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
2,3,7,8-TCDD	1	OCDF	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDD	1	*„Dioxinjellegű” PCB-k:* **Nem-orto PCB-k + Mono-orto PCB-k**	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	**Non-orto PCB-k**	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 126	0,1
OCDD	0,0001	PCB 169	0,01
Dibenzofuránok **(„PCDF-k”)**		**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

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

([2]) HL L 140., 2002.5.30., 10. o.

▼M1

— kiterjesztett bizonytalanság számítása, 2 kiterjesztési tényező alkalmazásával, amelynek megbízhatósága megközelítőleg 95 %,

— a 2002/657/EK bizottsági határozat ([1]) rendelkezéseinek megfelelő döntési határérték (CCα) meghatározása (a melléklet 3.1.2.5. pontja – meghatározott engedélyezett határértékekkel rendelkező anyagok esetén).

A jelenlegi értelmezési szabályok érvényesek a hatósági ellenőrzéshez alkalmazandó mintavételből nyert vizsgálati eredményekre. Ez nem befolyásolja a tagállamok azon jogát, hogy a 95/53 irányelv 18. cikkében említett, védelmi vagy döntőbírói eljárás céljából végzett vizsgálatok esetében a nemzeti szabályokat alkalmazzák ([2]).

([1]) HL L 221., 2002.8.17., 8. o.
([2]) HL L 265., 1995.11.8., 17. o.

▼B

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 dibenzo-p-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 szűrőmódszert 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 szűrőmódszerek 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 toxicitásiegyenérték-tényezők (TEF-ek) koncepcióját. A TEF-ek a 2,3,7,8-helyen szubsztituált PCDD-ket 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 „középső határérték” kiszámításánál minden egyes mennyiségileg nem meghatározható rokonvegyület TEQ-hez való hozzájárulásának értéke a mennyiségi meghatározás határértéke felének tekintendő.

▼M1

Kizárólag ezen irányelv alkalmazásában az egyes rokonvegyületek (kongénerek) elfogadott meghatározási határa a vizsgált vegyület mintakivonatban mért azon koncentrációja, amelynél két különböző vizsgált ion S/N (jel/zaj) viszonya a legkevésbé érzékeny ionra vonatkozóan 3:1, és amely megfelel az EPA 1613 módszer B. felülvizsgálata szerinti meghatározási módszerben megadott alapkövetelményeknek, mint például a retenciós idő, az izotóparány.

▼B

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,

▼B

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.

Ezeken 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 üvegeszközöket, 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.

— 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-ket, PCDF-eket és dioxinjellegű PCB-ket 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 rokonvegyületeket 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.

([1]) HL L 246., 1981.8.29., 32. o.

▼B

— *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 közelségét 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, tömegsepktrometriával kiválasztott ionregisztráló funkciónként). 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.

▼B

— 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 tesztelések 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 felveszünk 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 számítunk 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.

▼B

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 referenciakoncentráció-sorozatra (teljes dózis-válasz görbe, ahol $R^2 > 0{,}95$). Szűrési célokra egy kibővített, alacsony szintű minták mérésére alkalmas alacsonyszint görbét lehet alkalmazni.

— A biológiai tesztelési eljárások eredményeinek értékeléséhez egy minőségellenőrzési lapon rögzíteni kell az adott időtartam alatt használt TCDD referencia-koncentrációt (körülbelül a mennyiségi meghatározás határértékének háromszorosa). Másik lehetőség egy referenciaminta relatív válaszának összehasonlítása a TCDD kalibrációs egyenesével, 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 lejárati 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.

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

▼B

— 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 regresszió 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.