

A BIZOTTSÁG 1883/2006/EK RENDELETE**(2006. december 19.)****egyes élelmiszerek dioxin- és dioxinszerű PCB-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról****(EGT vonatkozású szöveg)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a takarmány- és élelmiszerjog, valamint az állat-egészségügyi és az állatok kíméletére vonatkozó szabályok követelményeinek történő megfelelés ellenőrzésének biztosítása céljából végrehajtott hatósági ellenőrzésekről szóló, 2004. április 29-i 882/2004/EK európai parlamenti és tanácsi rendeletre ⁽¹⁾ és különösen annak 11. cikke (4) bekezdésére,

mivel:

- (1) Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékeinek meghatározásáról szóló, 2006. december 19-i 1881/2006/EK bizottsági rendelet ⁽²⁾ meghatározza az egyes élelmiszerekben előforduló dioxinok és furánok, valamint a dioxinok, a furánok és a dioxinszerű PCB-k összegének legmagasabb értékeit.
- (2) Az élelmiszerek dioxintartalmának hatósági ellenőrzésére és a dioxinszerű PCB-k meghatározására szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról szóló, 2002. július 26-i 2002/69/EK bizottsági irányelv ⁽³⁾ különleges rendelkezéseket határoz meg a hatósági ellenőrzéshez alkalmazandó mintavételi eljárásra és vizsgálati módszerekre vonatkozóan.
- (3) A dioxinok, furánok és a dioxinszerű PCB-k összegére megállapított új maximális értékek alkalmazása szükségessé teszi a 2002/69/EK irányelv módosítását. Az egyértelműség kedvéért helyénvaló, hogy a 2002/69/EK irányelv helyébe e rendelet lépjen.
- (4) Az ezen rendeletben megállapított rendelkezések csak az 1881/2006/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, valamint a 85/358/EGK és a 86/469/EGK irányelv, továbbá a 89/187/EGK és a 91/664/EGK határozat hatályon kívül helyezéséről szóló, 1996. április 29-i 96/23/EK tanácsi irányelv ⁽⁴⁾ III. és IV. mellékletében meghatározott mintavételi stratégiát, a mintavételi szinteket és a mintavételi gyakoriságot. 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 ⁽⁵⁾ meghatározott mintavételi célkritériumokat.

- (5) A jelentős mennyiségű dioxint és dioxinszerű PCB-t tartalmazó minták kiválasztásához egy bizonyított és széles körben elfogadott hitelesítéssel rendelkező, nagy teljesítményű, szűrési vizsgálati módszert kell alkalmazni. E minták dioxin- és dioxinszerű PCB-tartalmát egy megerősítő vizsgálati módszerrel kell meghatározni. Ajánlatos tehát szigorú követelményeket megállapítani a megerősítő vizsgálati módszer, illetve minimális követelményeket a szűrési módszer vonatkozásában.
- (6) A nagyon nagy halak mintavételénél külön mintavételi eljárás szükséges, hogy az az egész Közösség területén harmonizált megközelítést biztosítson.
- (7) Ugyanabba a fajba tartozó és azonos régióból származó halak esetében a dioxin- és a dioxinszerű PCB-szint eltérő lehet a hal méretének és korának függvényében. Ezen felül a dioxin- és dioxinszerű PCB-szint nem szükségszerűen azonos a hal valamennyi részében. Ennek megfelelően a halakból történő mintavétel esetén meg kell határozni a mintavételi és minta-előkészítési eljárást, hogy az egész Közösség területén összehangolt megközelítést biztosítsanak.
- (8) Kiemelkedően fontos a vizsgálati eredmények egységes módon történő jelentése és értékelése annak érdekében, hogy a végrehajtás az egész Közösség területén összehangolt legyen.
- (9) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állat-egészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

⁽¹⁾ HL L 165., 2004.4.30., 1. o. A 776/2006/EK bizottsági rendelettel (HL L 136., 2006.5.24., 3. o.) módosított rendelet.

⁽²⁾ Lásd e Hivatalos Lap 5. oldalát.

⁽³⁾ HL L 209., 2002.8.6., 5. o. A legutóbb a 2004/44/EK irányelvvel (HL L 113., 2004.4.20., 17. o.) módosított irányelv.

⁽⁴⁾ HL L 125., 1996.5.23., 10. o. A legutóbb a 882/2004/EK európai parlamenti és tanácsi rendelettel (HL L 165., 2004.4.30., 1. o.) módosított irányelv.

⁽⁵⁾ HL L 65., 1998.3.5., 31. o. A 2003. évi csatlakozási okmánnyal módosított határozat.

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

Az 1881/2006/EK rendelet mellékletének 5. szakaszában felsorolt élelmiszerek dioxin-, furán- és dioxinszerű PCB-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételt az ezen rendelet I. mellékletében meghatározott módszereknek megfelelően kell végrehajtani.

2. cikk

Az 1881/2006/EK rendelet mellékletének 5. szakaszában felsorolt élelmiszerek dioxin-, furán- és dioxinszerű PCB-tartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló minta-előkészítést és mintaelem-

zést az ezen rendelet II. mellékletében meghatározott módszereknek megfelelően kell elvégezni.

3. cikk

A 2002/69/EK irányelv hatályát veszti. A hatályon kívül helyezett irányelvre történő hivatkozást az e rendeletre történő hivatkozásként kell értelmezni.

4. cikk

Ez a rendelet az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2007. március 1-jétől kell alkalmazni.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 2006. december 19-én.

a Bizottság részéről

Markos KYPRIANOU

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

EGYES ÉLELMISZEREK DIOXIN- (PCDD/PCDF) ÉS DIOXINSZERŰ PCB-TARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSÉRE SZOLGÁLÓ MINTAVÉTELI MÓDSZEREK**1. ALKALMAZÁSI KÖR**

Az élelmiszerek dioxin- (PCDD/PCDF) és dioxinszerű PCB-tartalmának hatósági ellenőrzésére az e mellékletben leírt módszereknek megfelelően kell mintát venni. Az így kapott összesített mintákat az adott tételre vagy altételre vonatkozóan reprezentatívnak kell tekinteni. Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékeinek meghatározásáról szóló 1881/2006/EK bizottsági rendeletben meghatározott maximális szinteknek történő megfelelésről a laboratóriumi mintákban megállapított szintek alapján kell dönteni.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁSOK

Tétel: egy élelmiszercikk azonosítható, egyszerre szállított mennyisége, amelyről a hatósági ellenőr megállapította, hogy származás, fajta, csomagolási típus, csomagoló, feladó vagy jelölések szempontjából közös jellemzőkkel bír. Hal és halászati termékek esetében a hal méretének is összehasonlíthatónak kell lennie. A szállítmány akkor is tételnek tekinthető, ha a hal mérete és/vagy súlya egy szállítmányon belül nem összehasonlítható, de ebben az esetben különleges mintavételi eljárást kell alkalmazni.

— Altétel: egy nagy tétel 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.

3. ÁLTALÁNOS RENDELKEZÉSEK**3.1. Személyzet**

A mintavételt egy, a tagállam által felhatalmazott személy végzi.

3.2. Mintavételezésre szánt anyag

Minden megvizsgálandó tételből vagy altételből külön-külön kell mintát venni.

3.3. Óvintézkedések

A mintavétel és a 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 előkészítése

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. Párhuzamos minták

A megerősítési, védekezési és referenciacélokat szolgáló párhuzamos mintákat a homogenizált összesített mintából kell venni, ha ez az eljárás nem ütközik az adott tagállam jogszabályaiba az élelmiszer-ipari szereplők jogai tekintetében. A megerősítési célú laboratóriumi minták nagyságát úgy kell megválasztani, hogy az legalább két párhuzamos mérést lehetővé tegyen.

3.7. A minták csomagolása és szállítása

Minden mintát olyan tiszta, inert edénybe kell helyezni, amely megfelelő védelmet nyújt a szennyeződések, az edény belső fala általi adszorpció miatti komponensvesztés és a szállítás okozta károsodások ellen. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni a minta összetételében a szállítás vagy a tárolás során esetleg bekövetkező változás elkerülése érdekében.

3.8. A minták lezárása és címkézése

A hatósági felhasználásra vett mintákat a mintavétel helyszínén le kell zárni, és a tagállamok szabályainak megfelelően azonosítóval kell ellátni.

A mintavételről jegyzőkönyvet kell felvenni – amely alapján a tétel egyértelműen azonosítható –, feljegyezve benne a mintavétel időpontját és helyét, továbbá minden olyan további információt, amely segítheti az elemzést végző személy munkáját.

4. MINTAVÉTELI TERVEK

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

4.1. Tételek altételekre való felosztása

Amennyiben az altétel fizikailag elkülöníthető, a nagy tételeket altételekre kell osztani. A nagy ömlesztett szállítmányok formájában forgalmazott termékek esetében (pl. növényi olajok), az 1. táblázatot kell alkalmazni. Más termékekre a 2. táblázatot kell alkalmazni. Tekintettel arra, hogy a tétel tömege nem mindig pontosan többszöröse az altételek tömegének, az altétel tömege legfeljebb 20 %-kal meghaladhatja az említett tömeget.

1. táblázat

Tételek altételekre való felosztása ömlesztett szállítmányok formájában forgalmazott termékek esetében

A tétel tömege (tonna)	Az altételek tömege vagy száma
$\geq 1\,500$	500 tonna
> 300 és $< 1\,500$	3 altétel
≥ 50 és ≤ 300	100 tonna
< 50	—

2. táblázat

Tételek altételekre való felosztása egyéb termékek esetében

A tétel tömege (tonna)	Az altételek tömege vagy száma
≥ 15	15–30 tonna
< 15	—

4.2. Az egyedi minták száma

Az összes egyedi mintát egyesítő összesített mintának legalább 1 kg súlyúnak kell lennie (lásd ezen melléklet 3.5. pontját).

A tételből vagy altételből kivételre kerülő egyedi minták legkisebb számát a 3. és 4. táblázat szerint kell meghatározni.

Folyékony ömlesztett termékek esetében a tételt vagy altételt kézi vagy gépi eszközökkel közvetlenül a mintavételt megelőzően a lehetőségekhez mérten alaposan össze kell keverni, amennyiben ez nem befolyásolja a termék minőségét. Ebben az esetben feltételezhető a szennyező anyagok homogén eloszlása egy adott tételen vagy altételen belül. Így elegendő három egyedi mintát venni egy tételből vagy altételből az összesített minta előállításához.

Az egyedi minták tömegének hasonlóknak kell lenniük. Egy egyedi minta minimális súlya 100 gramm.

Az ezen eljárástól történő eltéréseket fel kell jegyezni az e melléklet 3.8. részében előírt mintavételi naplóba. Az egyes állati termékekben lévő egyes 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 az összesített minta mennyisége legalább 12 tojás (ömlesztett tételek és egyedi csomagokból álló tételek esetében lásd a 3. és 4. táblázatot).

⁽¹⁾ HL L 303., 1997.11.6., 12. o.

3. táblázat

Egy tételből vagy altételből kivételre kerülő egyedi minták legkisebb száma

A tétel/altétel tömege vagy térfogata (kg vagy liter)	A kivételre kerülő egyedi minták legkisebb száma
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Ha a tétel vagy altétel egyedi csomagokból vagy egységekből áll, akkor az egyesített minta elkészítéséhez szükséges csomagok vagy egységek számát a 4. táblázat tartalmazza.

4. táblázat

Az egyesített minta előállításához felhasználandó csomagok vagy egységek (egyedi minták) száma, ha a tétel vagy altétel különálló csomagokból vagy egységekből áll

A tételt/altételt képező csomagok vagy egységek száma	A kivételre kerülő csomagok vagy egységek száma
1–25	Legalább egy csomag vagy egység
26–100	Hozzávetőlegesen 5 %, de legalább 2 csomag vagy egység
> 100	Hozzávetőlegesen 5 %, de legfeljebb 10 csomag vagy egység

4.3. Különleges rendelkezések az összehasonlítható méretű és súlyú egész halakat tartalmazó tételek mintavételéhez

A halak akkor tekinthetők összehasonlítható méretűnek és súlyúnak, ha a méretbeli és súlybeli különbség nem haladja meg hozzávetőleg az 50 %-ot.

A tételből kivételre kerülő egyedi minták száma a 3. táblázatban található. Az összes egyedi mintát egyesítő összesített mintának legalább 1 kg tömegűnek kell lennie (lásd a 3.5. pontot).

— Kis halakat tartalmazó tétel esetén (az egyes halak tömege < hozzávetőleg 1 kg) összesített mintát alkotó egyedi mintaként az egész halat kell felhasználni. Ha az eredményül kapott összesített minta több, mint 3 kg, az összesített mintát alkotó halak középső, egyenként legalább 100 gramm súlyú részei képezhetik az egyedi mintákat. Az egész mennyiséget, amelyre a maximális szint alkalmazható, a minta homogenizálására kell használni.

A hal középső része a súlypontjánál található. Ez legtöbbször a hátúszónál (ha van hátúszója a halnak) vagy a kopolyúnyílás és a végbélnyílás között félúton található.

— Nagyobb halakat tartalmazó tétel esetén (az egyes halak súlya hozzávetőlegesen meghaladja az 1 kg-ot) az egyedi minta a hal középső részéből áll. Minden egyedi minta legalább 100 gramm súlyú.

Közepes méretű halak esetében (hozzávetőleg 1–6 kg), az egyedi mintát a hal közepéből kell venni, szelet formájában a gerinctől a hasoldal irányában.

Nagyon nagy halak esetében (például > hozzávetőleg 6 kg), az egyedi mintát a hátsó-oldalsó jobb oldali (előlnézet) színhúsból, a hal középső részéből kell venni. Amennyiben a hal középső részéből egy darab kivétele jelentős gazdasági kárt okozna, három, egyenként legalább 350 gramm tömegű egyedi minta vétele elegendőnek tekinthető a tétel nagyságától függetlenül, vagy a hal farok- és a fejtájékaról vett azonos nagyságú színhús minta a dioxinszintet illetően az egész halra reprezentatív mintának tekinthető.

4.4. Különböző méretű és/vagy súlyú egész halakat tartalmazó tételekből történő mintavétel

- A minta összeállításával kapcsolatban a 4.3. pont rendelkezéseit kell alkalmazni.
- Amennyiben egy méret- vagy súlyosztály/-kategória a meghatározó (a tétel kb. 80 %-át, vagy még nagyobb hányadot képvisel), a mintát a meghatározó méretű vagy súlyú osztályba/kategóriába tartozó halakból kell venni. Úgy kell tekinteni, hogy ez a minta az egész tételre nézve reprezentatív.
- Amennyiben nincs meghatározó méret- vagy súlyosztály/-kategória, akkor gondoskodni kell arról, hogy a mintavételre kiválasztott halak a szállítmányra nézve reprezentatívak legyenek. Az ilyen esetekre vonatkozó különleges iránymutatást az „Útmutató a különböző méretű és/vagy súlyú egész halakat tartalmazó tételekből történő mintavételhez” című kiadvány ⁽¹⁾ tartalmazza.

4.5. Mintavétel kiskereskedelmi szinten

Kiskereskedelmi szinten az élelmiszerből lehetőség szerint e melléklet 4.2. részében leírt rendelkezések szerint kell mintát venni.

Amennyiben ez nem lehetséges, akkor más mintavételi módszer is alkalmazható a kiskereskedelem esetében, feltéve hogy az kielégítően reprezentatív a mintavétel alapjául szolgáló tételre vagy altételre nézve.

5. A TÉTEL VAGY ALTÉTEL ELŐÍRÁSOKNAK VALÓ MEGFELELÉSE

A tételt el kell fogadni, ha az egyszeri vizsgálat eredménye – a mérési bizonytalanságot is figyelembe véve – nem haladja meg az 1881/2006/EK rendeletben megállapított, vonatkozó maximális dioxinszintet, valamint a dioxinok és dioxinszerű PCB-k összegére vonatkozó maximális szintet.

A vizsgált tétel nem felel meg az 1881/2006/EK rendeletben megállapított maximális határértéknek, ha a párhuzamos vizsgálattal ⁽²⁾ megerősített felső határ ⁽³⁾ – a mérési bizonytalanságra is figyelemmel – az ésszerűség határain belül kétséget kizáróan meghaladja a maximális határértéket.

A mérési bizonytalanság figyelembevétele a következő megközelítések egyikének megfelelően történhet:

- kiterjesztett bizonytalanság számítása, két kiterjesztési tényező alkalmazásával, amelynek megbízhatósága megközelítőleg 95 %. A tétel vagy altétel nem megfelelő, ha az U-val csökkentett mért érték meghaladja a meghatározott engedélyezett határértéket. A dioxinok és dioxinszerű PCB-k külön meghatározása esetén a dioxinok és dioxinszerű PCB-k külön vizsgálati eredményei becsült kiterjesztett bizonytalanságának összegét kell felhasználni a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k összegének kiszámításához,
- a 96/23/EK tanácsi irányelvnek az analitikai módszerek elvégzése és az eredmények értelmezése tekintetében történő végrehajtásáról szóló, 2002. augusztus 12-i 2002/657/EK bizottsági határozat ⁽⁴⁾ rendelkezéseinek megfelelő döntési határérték (CCa) meghatározása (a melléklet 3.1.2.5. pontja – meghatározott engedélyezett határértékkel rendelkező anyagok esetén). A tétel vagy altétel nem megfelelő, ha a mért érték egyenlő a CCa-val, vagy meghaladja azt.

A jelenlegi értelmezési szabályok érvényesek a hatósági ellenőrzéshez vett mintából nyert vizsgálati eredményre. A védekezési vagy szakértői célokra végzett vizsgálatok esetében a nemzeti szabályok alkalmazandók.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

⁽²⁾ Párhuzamos vizsgálatra van szükség ahhoz, hogy kizárjuk a minták belső keresztzennyeződésének, valamint esetleges összecszerelésének veszélyét. Az első elemzés – a mérési bizonytalanságot figyelembe véve – a megfelelés ellenőrzésére szolgál. Amennyiben dioxinszennyeződés miatt történik az elemzés, el lehet tekinteni a párhuzamos vizsgálat általi megerősítéstől abban az esetben, ha az elemzésre vételezett minták nyomon követhetően a dioxinnal szennyezett tételből származnak.

⁽³⁾ A „felső határérték” kiszámításánál minden egyes mennyiségileg nem meghatározható rokonvegyület a toxicitási egyenértékhez (TEQ) való hozzájárulásának értéke a mennyiségi meghatározás határértékének tekintendő. 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.

⁽⁴⁾ HL L 221., 2002.8.17., 8. o. A 2004/25/EK határozattal (HL L 6., 2004.1.10., 38. o.) módosított határozat.

II. MELLÉKLET

MINTA-ELŐKÉSZÍTÉS ÉS EGYES ÉLELMISZEREK DIOXIN- (PCDD/PCDF) ÉS DIOXINSZERŰ PCB-TARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSEKOR ALKALMAZOTT VIZSGÁLATI MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK**1. ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Az e mellékletben leírt követelményeket kell alkalmazni az élelmiszerek dioxin- (poliklórozott dibenzo-p-dioxin (PCDD), poliklórozott dibenzo-furán- (PCDF)) és dioxinszerű PCB-tartalmának hatósági ellenőrzése során.

A dioxinok élelmiszerekben történő előfordulását olyan szűrési módszert magában foglaló stratégiával vizsgálhatjuk, amely segítségével kiválaszthatjuk azokat a mintákat, amelyekben a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k mennyisége legfeljebb 25 %-kal van a maximális szint alatt vagy meghaladja a maximális szintet. A jelentős mennyiséget tartalmazó minták dioxin-koncentrációját, valamint a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k összegét 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. Kialakításuk kimondottan azt a célt szolgálja, hogy segítségével elkerülhetők legyenek a fals negatív eredmények.

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

2. HÁTTÉR

Az egyes anyagok adott mintában mért koncentrációit megszorozzuk az Egészségügyi Világszervezet által megállapított és az e melléklet függelékében felsorolt, hozzájuk tartozó toxicitási egyenérték-tényezővel (TEF), majd összeadjuk őket, és így kapjuk a dioxinszerű vegyületek toxicitási egyenértékben (TEQ) kifejezett összkoncentrációját.

E rendelet alkalmazásában az egyes rokonvegyületek elfogadott mennyiségi határa a vizsgált vegyület mintakivonatban mért azon koncentrációja, amelynél két különböző vizsgált ion S/N (jel/zaj) aránya 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.

3. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSÉRE VONATKOZÓ MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSI KÖVETELMÉNYEK

— Intézkedéseket kell hozni a mintavétel és a vizsgálati eljárás minden egyes szakaszában a minták keresztszenyveződésének megelőzése érdekében.

— A mintákat üveg-, alumínium-, polipropilén vagy polietilén edényekben kell tárolni és szállítani. A papírpomradékokat el kell távolítani a mintatartóból. Az üvegszközöket dioxinmentesnek minősített vagy dioxin jelenléte tekintetében előzetesen ellenőrzött oldószerekkel kell kiöblíteni.

— A minták tárolása és szállítása során gondoskodni kell az élelmiszerminta épségének megőrzéséről.

— Szükség esetén őröljünk finomra és alaposan keverjünk 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 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.

— A kérdéses termékekhez alkalmazott különleges minta-előkészítési eljárásnak nemzetközileg elfogadott irányelvek szerint hitelesített eljárásnak kell lennie.

— Halak esetében a bőrt el kell távolítani, hiszen a maximális értéket a bőr nélküli színhúsról kell alkalmazni. Szükséges azonban szükséges, hogy a bőr belső oldalára tapadó minden színhúst és zsírszövetet gondosan és teljes egészében lekaparjunk a bőrről, és ezeket hozzáadjuk a vizsgálandó mintához.

4. A LABORATÓRIUMOKRA VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK

— A laboratóriumoknak úgy kell bizonyítaniuk egy módszer teljesítményét, hogy az a kérdéses tartományban – pl. a kérdéses koncentráció felénél, egyszeresenél és kétszeresenél – elfogadható relatív szórási együtthatót adjon ismételt elemzésekben. Az elfogadási kritériumokat részletesen lásd az 5. részben.

— Megerősítő módszer esetében a számszerűsítési határnak a kérdéses koncentráció körülbelül egyötödénél kell lennie.

— Belső minőség-ellenőrzési intézkedésként rendszeresen vakkontrollvizsgálatokat és gyarapított mintákkal való kísérleteket vagy kontrollminta-analízist kell végezni (amennyiben rendelkezésre állnak, lehetőleg hitelesített referenciaanyagon).

— A laboratóriumok szakmai felkészültségét bizonyítani kell a folyamatos, sikeres részvételnek olyan, laboratóriumok közötti tanulmányokban, amelyek a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k meghatározására irányulnak a megfelelő takarmány/élelmiszer mátrixokban.

— A 882/2004/EK rendelet rendelkezéseivel összhangban az analitikai minőségbiztosítás alkalmazásának biztosítása érdekében a laboratóriumokat elismert és az ISO 58 útmutatóval összhangban működő testületeknek kell akkreditálniuk. A laboratóriumokat az EN ISO/IEC 17025 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) méréséhez 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 extrahált 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 egyéb típusokat is meg kell tudni különböztetni egymástól. A biológiai tesztekkel szelektíven meg kell tudni határozni a TEQ-értékeket, a PCDD-k, a PCDF-ek és a dioxinszerű PCB-k összességét.

— *Nagy pontosság (megbízhatóság és precizitás).* A meghatározásnak megalapozott becslést kell adnia a minta valós koncentrációjáról. A nagy pontosságra (a mérés pontossága: egy mérés eredménye és a mérendő mennyiség valódi vagy hozzárendelt értéke közötti egyezés foka) azért van szükség, hogy elkerüljük egy mintaanalízis eredményének elvetését a becsült TEQ-érték gyenge megbízhatósága miatt. 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 (a relatív szórás, amit a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani) fejezzük ki.

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

	Szűrési módszerek	Megerősítő módszerek
Fals negatív arány	< 1 %	
Megbízhatóság		– 20 %tól + 20 %
Precizitás, RSD _R	< 30 %	< 15 %

6. A SZŰRÉSI VAGY MEGERŐSÍTÉSI CÉLRA ALKALMAZOTT GC/MS MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÜLÖNLEGES KÖVETELMÉNYEK

- Az elemzési eljárás hitelesítéséhez a ^{13}C -jelölésű 2,3,7,8-klórszubsztituált belső PCDD/F-standardok és a ^{13}C -jelölésű belső dioxinszerű PCB-standardok hozzáadását az elemzési módszer legelején, pl. az extrakció előtt kell elvégezni. A tetraklórozottól az oktaklórozottig terjedő PCDD/F-ek homológ csoportjai mindegyikéből legalább egy rokonvegyületet és a dioxinszerű PCB-k homológ csoportjai mindegyikéből legalább egy rokonvegyületet kell hozzáadni (illetve, legalább egy rokonvegyület kerül hozzáadásra a PCDD/F-ek és dioxinszerű PCB-k nyomon követéséhez használt, tömegspektrometriával kiválasztott ionregisztráló funkcióként). A megerősítő módszerek esetében mindenképpen előnyösebb, ha mind a tizenhét ^{13}C -jelölésű 2,3,7,8-klórszubsztituált belső PCDD/F-standardot és mind a tizenkettő ^{13}C -jelölésű 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 egyes hepta- és oktaklórozott dibenzodioxinok és dibenzofuránok esetében, ennél alacsonyabb vagy magasabb visszanyerés is elfogadható azzal a feltétellel, hogy a TEQ-értékhez való hozzájárulásuk nem haladja meg az összesített (PCDD/F-ek és dioxinszerű PCB-k összegére alapozott) TEQ-érték 10 %-át. A szűrési módszerek esetében a visszanyerésnek a 30–140 %-os tartományban kell lennie.
- A dioxinokat az interferáló klórozott vegyületektől, így például a nem dioxinszerű PCB-ktől és a klórozott difenil-éterektől megfelelő kromatográfiás eljárással kell elválasztani (lehetőleg florisil-, alumínium-oxid- és/vagy szénsz-lopion).
- Megfelelő ehhez az izomerek gázkromatográfiás 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 összhangban kell elvégezni: tetra-oktaklórozott dioxinok és furánok izotóphígításos HRGC/HRMS-sel vagy más, egyenértékű teljesítménykritériumokkal rendelkező módszerrel.
- A felső határ és az alsó határ közötti különbség nem haladhatja meg a 20 %-ot olyan élelmiszerekben, amelyek dioxin-szennyezettsége körülbelül 1 pg WHO-TEQ/g zsír (a PCDD/PCDF-ek és a dioxinszerű PCB-k összegére alapozva). Az alacsony zsírtartalmú élelmiszerek esetében a körülbelül 1 pg WHO-TEQ/g termékszennyezettségi 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. SZŰRÉSES 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 kísérlet sorozatnak 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 beveszünk, 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 megismételhetőségi tesztekkel kell elvégezni. A relatív szórási 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/dioxinszerű PCB 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. Az eredményt azután korrigáljuk a vakmintára számított TEQ-szinttel (hogy figyelembe vegyünk az alkalmazott oldószerekből és vegyszerekből származó szennyeződések) és egy visszanyerésre számított TEQ-szinttel (amelyet a kérdéses szint körüli értékű minőség-ellenőrző 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 tesztelési eljárások vonatkozásában e melléklet 7.3. részében, a reagenskészlet-alapú biológiai tesztek vonatkozásában az e melléklet 7.4. részében 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 elemzési 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 megerősítő elemzési módszerrel (HRGC/HRMS). Ezenkívül a széles TEQ-tartományból származó mintákat is HRGC/HRMS-sel kell megerősíteni (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

- Biológiai tesztek végzése során minden teszthez szükség van a TCDD vagy egy dioxin/furán/dioxinszerű PCB-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 minőség-ellenőrzési lapon egy (a számszerűsítési határ körülbelül háromszorosának megfelelő) TCDD-referenciakonzentrációt kell alkalmazni a konstans időtartamú biológiai tesztek eredményeihez. Másik lehetőség 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 minőség-ellenőrzési (QC) diagramot, amelynek ellenőrzésével igazolható, hogy az eredmények valóban összhangban vannak a megfogalmazott iránymutatásokkal.
- Különösen a kvantitatív számítások esetében, az alkalmazott mintahígítás indukciójának a válaszgörbe lineáris szakaszára kell esnie. A válaszgörbe lineáris szakasza feletti mintákat fel kell hígítani és újra meg kell vizsgálni. Ennélfogva tehát egyszerre legalább két vagy három hígítást kell vizsgálni.
- Az egyes mintahígítások három párhuzamos meghatározása esetén a százalékos szórás 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 szórásának háromszorosában lehet megállapítani. Egy másik megközelítés szerint alkalmazhatunk egy, a napi kalibrációs görbéből számolt háttér (az indukciós tényező az oldószeres vakérték ötszöröse) feletti választ is. A számszerűsítési határt az oldószeres vakérték vagy a háttér által adott válasz szórásának öt-hatszorosában lehet megállapítani, vagy alkalmazhatunk a napi kalibrációs görbéből számolt háttér (az indukciós tényező az oldószeres vakérték tízszerese) feletti választ is.

7.4. A reagenskészlet-alapú biológiai tesztekre vonatkozó különleges követelmények

- Gondoskodni kell arról, hogy a reagenskészlet-alapú biológiai tesztek kellően érzékenyek és megbízhatóak legyenek az élelmiszerekhez való alkalmazáshoz.
- Követni kell a gyártó minta-előkészítésre 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 immuntesztek kimutatási határát a tíz párhuzamosan mért vakpróbával kapott szórás 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 szintjeit 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 lipidextrakcióhoz alkalmazott módszert is.

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

Mivel a minta megfelelőségéről való döntésnél figyelembe kell venni a mérési bizonytalanságot, ezt a paramétert is meg kell adni. Tehát az analitikai eredményeket $x \pm U$ formában kell jelenteni, ahol x a vizsgálati eredmény, U a kiterjesztett mérési bizonytalanság, a kiterjesztési tényező 2, amely körülbelül 95 %-os megbízhatósági szintet eredményez. A dioxinok és dioxinszerű PCB-k külön meghatározása esetén, a dioxinok és dioxinszerű PCB-k külön vizsgálati eredményei becsült kiterjesztett bizonytalanságának összegét kell felhasználni a dioxinok és a dioxinszerű PCB-k összegének megállapításához.

Ha a CCa alkalmazásával vesszük figyelembe a mérési bizonytalanságot (az I. melléklet 5. részében leírt módon), ezt a paramétert is jelenteni kell.

Az eredményeket ugyanabban a mértékegységben és (legalább) annyi tizedesjeggyel kell megadni, mint amilyenekben az 1881/2006/EK rendelet a felső határértékeket megadja.

A II. melléklet függeléke

A WHO humánkockázat-felméréshez használt TEF-táblázata az Egészségügyi Világszervezet 1997. június 15–18-i stockholmi (Svédország) találkozóján 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)

Rokonvegyület	TEF-érték	Rokonvegyület	TEF-érték
Dibenzo-p-dioxinok (PCDD-k)		Dioxinszerű PCB-k: nem-orto PCB-k + mono-orto PCB-k	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	Nem-orto PCB-k	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofuránok (PCDF-ek)		Mono-orto PCB-k	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB189	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.