

PAH-kuulumisia EU-vertailulaboratoriokokouksesta

PAH EU-vertailulaboratorio (The Institute for Reference Materials and Measurements, IRMM) sijaitsee Geelissä, Belgiassa. Se toimii EU-vertailulaboratoriona PAH-yhdisteille elintarvikkeissa (EU-RL-PAH).

Suomessa Evira toimii kansallisena vertailulaboratoriona (NRL) PAH-yhdisteille elintarvikkeissa. EU-RL järjestää vuosittain vertailututkimuksia, joihin kansalliset vertailulaboratoriot ja osin myös viralliset laboratoriot osallistuvat. Vuonna 2010 järjestettiin kaksi vertailututkimuskierrosta 15+1 EU PAH -yhdisteille, joissa matriiseina olivat äidinmaidonkorvike ja oliiviöljy. Oliiviöljy-vertailututkimus oli maksua vastaan avoin myös virallisille laboratorioille. IRMM:n sivuilta osoitteesta <http://irmm.jrc.ec.europa.eu> löytyy lisätietoa aikaisemmista ja tulevista vertailukierroksista sekä muista ajankohtaisista asioista.

Järjestyksessään kuudes EU-RL/NRL –kokous järjestettiin 6.4 Brysselissä. Kokouksessa olivat edustettuna 23 kansallista vertailulaboratoriota ja lisäksi IRMM:n sekä DG SANCO:n edustajat. Yleisinä asioina EU-RL tiedotti, että seuraava ISPAC-konferenssi järjestetään syyskuussa Münsterissä, Saksassa. PAH-yhdisteitä koskevia RASFF-ilmoituksia oli ajanjaksolla 2010-2011 saapunut 20, joista 50%:ssa tuotteena oli savustettu kala tai kalatuote. Muina tuoteryhminä RASFF-ilmoituksissa olivat ravintolisät ja ruokaöljy. EU-RL ilmoitti, että CEN/TC 275/WG 13 toimeksianto on saatu päätökseen ja se sisältää kaksi standardimenetelmää (GC-MS ja HPLC-FLD) PAH4-yhdisteiden määrittämiseen elintarvikkeissa. Lopullinen aikataulu kyseisten menetelmien standardointiprosessiin on noin 40 kuukautta.

Almut Bitterhof (DG SANCO) antoi yleiskatsauksen muutosehdotuksista liittyen komission asetukseen EC 1881/2006 ja EC 333/2007. Muutosehdotukset liittyvät näytteenottoon, menetelmän suorituskykyparametreihin ja enimmäispitoisuustasoihin. Muutosehdotukset liittyen asetukseen EC 1881/2006 koskevat asetukseen lisättäviä matriiseja, kuten kookosöljy ja kaakaopavut, sekä yhdisteiden enimmäispitoisuustasojen uudelleenarviointia. Enimmäispitoisuustasot asetetaan bentso(a)pyreenille sekä PAH4-yhdisteiden yhteenlasketulle summalle. PAH4-yhdisteitä ovat bentso(a)pyreeni, bentso(a)antraseeni, kryseeni ja bentso(b)fluoranteeni. Asetuksessa EC 333/2007 mainittuja nykyisiä menetelmän suorituskykyvaatimuksia halutaan laajentaa kattamaan bentso(a)pyreenin lisäksi muut PAH4-yhdisteet.

Thomas Wenzl (IRMM) esitteli vuodelle 2011 suunnitellut vertailukoekierrokset, joissa vertailumateriaalina ovat ravintolisätabletti ja oliiviöljy. Oliiviöljy on vertailutestimateriaalina säännöllisesti, koska EU-RL kerää pitkän aikavälin tietoa kansallisten vertailulaboratorioiden kehityssuunnasta vertailutesteissä. Molemmista vertailukierroksissa tarkasteltavina yhdisteinä ovat PAH4-yhdisteet ja kierrokset ovat avoimia pientä maksua vastaan myös virallisille laboratorioille. Vuoden 2012 vertailumateriaaliksi oliiviöljyn ohella on ehdotettu suklaa. Philippe Verlinde (IRMM) on tehnyt menetelmän kehitystyötä suklaalle, joka on osoittautunut haastavaksi tehtäväksi. Esityksessään hän esitteli eri vaihtoehtoja suklaan esikäsittelyyn, joista suositteli yhdistelmää PLE-SEC käytettäväksi HPLC-MS/MS –tekniikan yhteydessä.

Donata Lerda (IRMM) raportoi PAH4-menetelmän validointitutkimuksesta, joka on toteutettu yhteistyössä kansallisten referenssilaboratorioiden ja virallisten laboratorioiden kanssa. GC-MS –tekniikkaan perustuvassa menetelmässä on huomioitu lainsäädäntöön tulevat muutokset PAH4-yhdisteiden osalta ja merkittävin yksittäinen huomio tutkimuksessa on, että trifenyleeni saadaan erotettua kryseenistä PAH-erikoiskolonnilla. Tulosten käsittely on vielä kesken, sillä kaikki osallistajat eivät vielä ole lähettäneet lopullisia tuloksia.

Søren Wretling piti esityksen ruotsin NRL-laboratorion toiminnasta ja menetelmän kehitystyöstä. Lisäksi hän kertoi virallisesta PAH-valvontaohjelmasta, joka toteutettiin vuosina 2006-2007 ja 2008-2010. Tulokset osoittivat, että vuosina 2008-2010 tutkittujen savustettujen kala- ja lihanäytteiden PAH-pitoisuudet pienenevät verrattuna vuosiin 2006-2007. Tuottajat ovat mahdollisesti siirtyneet käyttämään enemmän epäsuoraa savustustekniikkaa perinteisen

savustuksen sijaan. Tanskan edustaja Lene Duedahl-Olesen esitteli myös tutkimustuloksia savustetun kalan osalta. Tutkimuksen tavoitteena oli tarkastella savustusprosessin parametrejä, joilla on vaikutusta PAH-yhdisteiden muodostukseen kalassa. Tulokset olivat samansuuntaisia Ruotsin tutkimuksen kanssa. Unkarin edustaja Géza Muránsky vertasi esityksessään GC-MS/MS- ja HPLC-FLD -tekniikoiden eroja ja totesi, että molemmilla tekniikoilla on omat etunsa ja heikkoutensa. Muránsky kertoi laboratorion käyttävän tällä hetkellä kumpaakin tekniikkaa tilanteesta riippuen.

Kokouksen ryhmätyöosuudessa NRL-laboratorioiden edustajat jaettiin ryhmiin ja keskustelua käytiin EU-RL:n tekemän alustuksen pohjalta. Ryhmissä syvennyttiin pohtimaan vertailukokeissa havaittuja haasteita ja keinoja, joilla EU-RL pystyy tukemaan laboratorioita lainsäädännön vaatimusten tiukentuessa. Lisäksi keskustelua käytiin mittausepävarmuudesta ja mittausepävarmuuden yli- tai aliarviointiin liittyvistä mahdollisista syistä. Keskustelujen yhteenvedona toivottiin EU-RL:n järjestävän koulutusta ja vertailutestejä uusista matriiseista. Samalla toivottiin markkinoille lisää sertifioituja referenssimateriaaleja kattavasti eri matriiseista. Lisäksi mittausepävarmuuden laskemiseen toivottiin EU-RL:n laatimaa yhteistä selkeää ohjeistusta, jolloin NRL-laboratorioiden tulokset olisivat keskenään vertailukelpoisempia.

**Lisätietoja: Tutkija Mirja Hokkanen, Kemian ja toksikologian tutkimusyksikkö,
p. 020 77 24423, mirja.l.hokkanen@evira.fi**