



**n é b i h**

Termőföldtől az asztalig

# A termék megfelelőség igazolása a vizsgálati eredmények alapján

**Prof. Dr. Ambrus Árpád**  
**NÉBIH ÉKI**



# Tárgyalt témák



n é b i h  
Termőföldtől az asztalig

1. Mit tudunk a vizsgálati eredmények bizonytalanságának a forrásairól
  - vizsgálati eredmények bizonytalansági forrásai
  - a mintavétel kiküszöbölhetetlen bizonytalansága és az azt befolyásoló tényezők
  - a növényvédőszer-maradékok eloszlása, tipikus átlagos variabilitása
2. A jogszabályokban meghatározott szennyezőanyag határértékek helyes értelmezése
3. Hogy lehet az ismereteket felhasználni a tudatos és megbízható termékellenőrzés során.
4. Következtetések



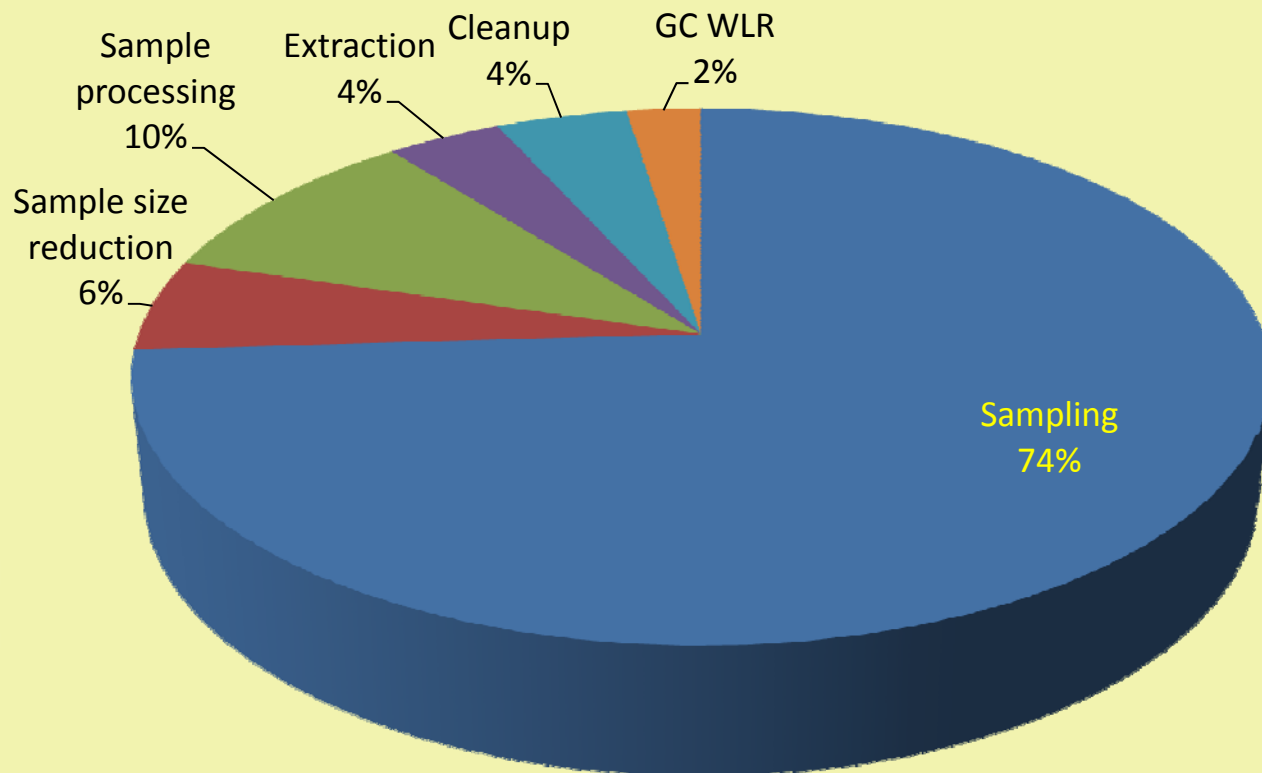


**n é b i h**  
Termőföldtől az asztalig

# Mit tudunk a vizsgálati eredmények bizonytalanságának a forrásairól



# Az analitikai műveletek hozzájárulása az eredmény bizonytalansághoz ( $CV_R=0.38$ )



**Az analitikai minta analízisének a hozzájárulása csupán 10%**

Az eredmények összetett bizonytalansága ( $S_{Res}$ )

$$S_{Res} = \sqrt{S_S^2 + S_L^2}$$

$$CV_{Res} = \sqrt{CV_S^2 + CV_L^2}$$

$$CV_{Lc} = \sqrt{CV_{SS}^2 + CV_{Sp}^2 + CV_A^2}$$

Körvizsgálatok és a legtöbb belső minőségbiztosítási eljárás csak a  $CV_A$ -ra ad információt!

**Mit tudunk a  $CV_S$ ,  $CV_{SS}$ ,  $CV_{Sp}$  hozzájárulásáról??**

# A laboratóriumon belüli reprodukálhatóság, $CV_L$ , meghatározása



- Gyűjtse össze az ismételt analitikai minta vizsgálat 99%-os kritikus intervallumon belüli értékeit.
- Számítsa ki az ismételt mérések relatív különbségét és azok szórását:

$$R_{\Delta i} = 2(R_{i1} - R_{i2}) / (R_{i1} + R_{i2})$$

$$CV_{Lab} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n R_{\Delta i}^2}{2n}}$$

$$CV_L = \left( \frac{\sum R_{\Delta i}}{n} \right) / 1.128$$

$v = n$   
(# : ismételt porciók száma)

# Részecskeméret hatása

Gy's mintavételi relatív SD

$$CV_{Sp} = Cd^3 \left( \frac{1}{M_{Tp}} - \frac{1}{M_{As}} \right)$$

$C$ : alaki tényező,

$d$ : szemcseméret eloszlás 95% felső határa,

$M_{Tp}$  : az extrakcióra kerülő mintahányad tömege,

$M_{As}$  : a homogenizált minta teljes tömege

Ingamells' sampling constant:  $K_s = M_{Tp} CV_{Sp}^2$

# Növényvédőszer-maradékok eloszlása

- Az egyedi termények szermaradék tartalma széles intervallumban változik.
- 200-300 elemi minta vizsgálata alapján nem tudjuk megkülönböztetni a növényvédő szer, dózis, várakozási idő, egyes növényfajták okozta esetleges különbségeket.
- A legjobb becslést az elemi mintasokaságok átlagos CV értéke adja.
- Horváth et al: J. Environ. Sci. & Health, Part B: 48:8, 615-625, 2013.



# Mintavétel bizonytalansága



- Ha nem ismert egy termék esetén a vizsgált komponens megoszlása akkor a mintavétel bizonytalanságát előzetesen meg kell határozni
- Kevés minta alapján a mintavétel bizonytalanságát meghatározni nem lehet.
- Külön figyelmet kell fordítani a darabos, granulált termékek vizsgálati biztonságára.
- Csupán a minta és vizsgálati szám alapján nem lehet a mintavételi tervet optimalizálni. A hibás termék visszautasításából adódó veszteséget, erkölcsi kárt is figyelembe kell venni.



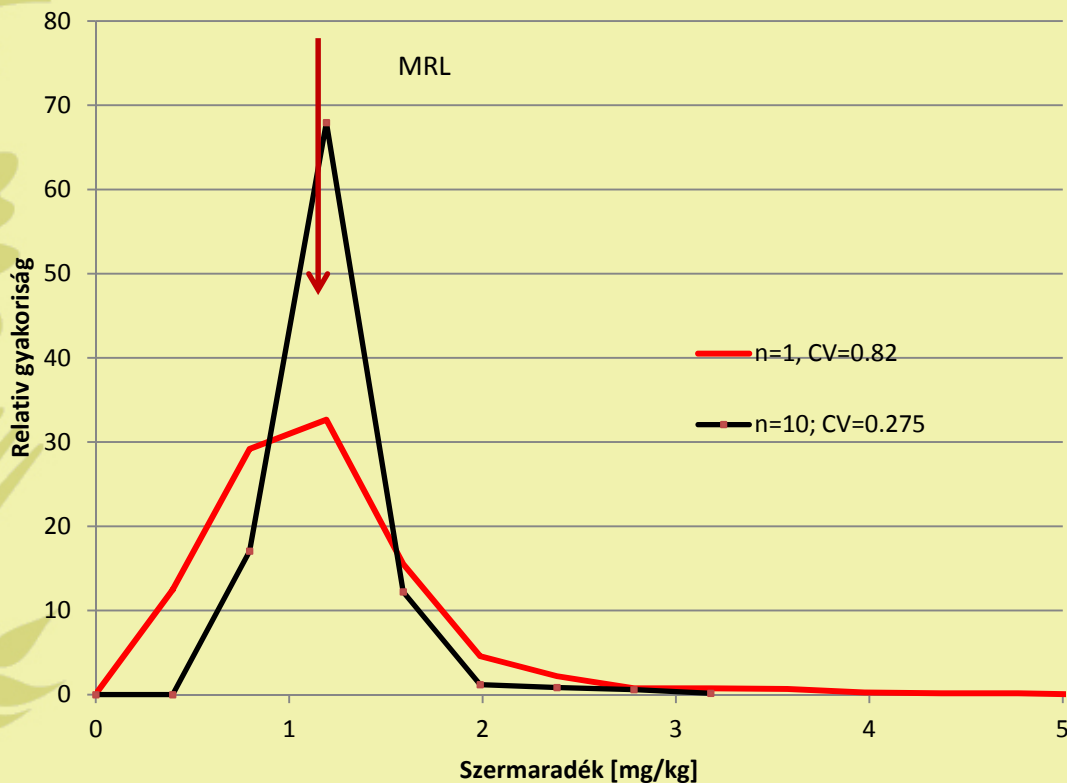
# A szermaradékok tipikus variabilitása



	CV <sub>typ</sub>	CV <sub>0.95UCL</sub>	CV <sub>10</sub>
Nagy méretű termények	0.8	0.90	0.40
Közepes és kis méretű termények	0.8	0.90	0.29
Leveles zöldségek	0.7	0.79	0.25
Piaci minták	1.1	1.24	0.39

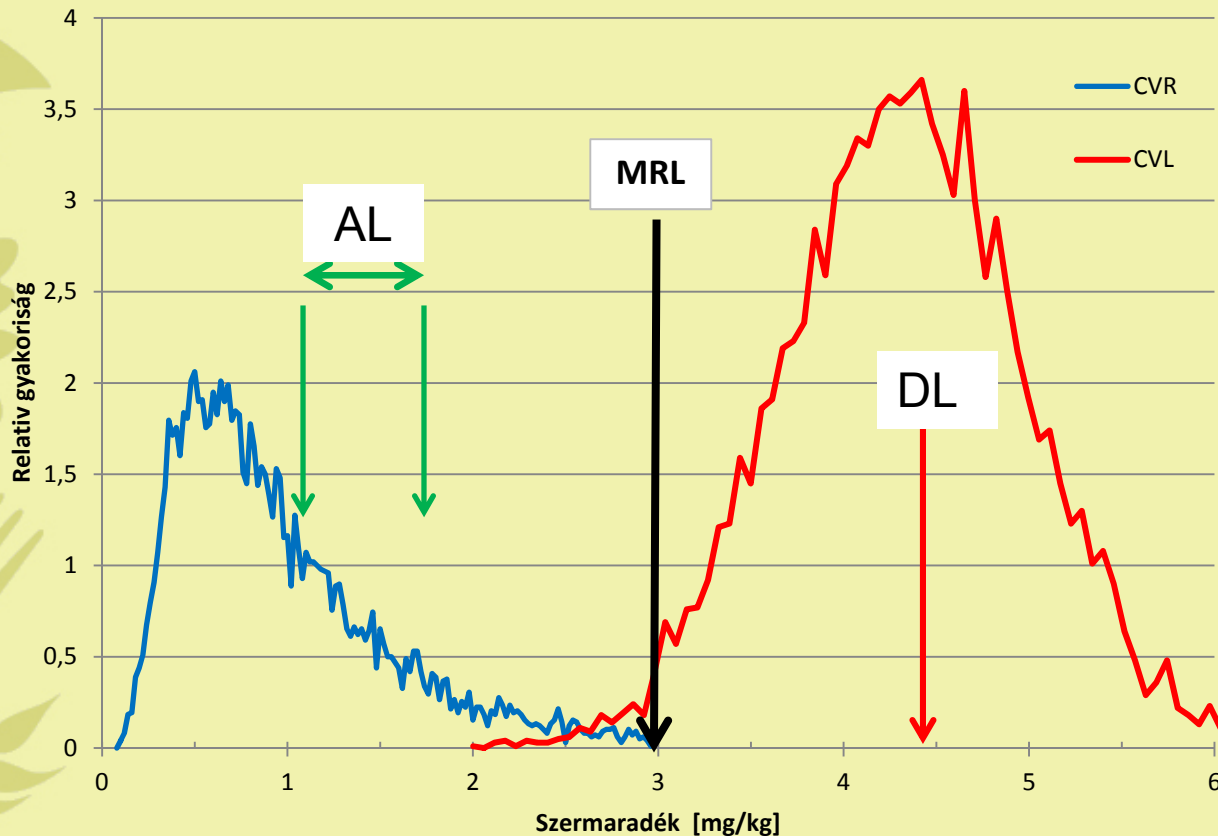


# Szermaradékok eloszlása és a határérték viszonya;



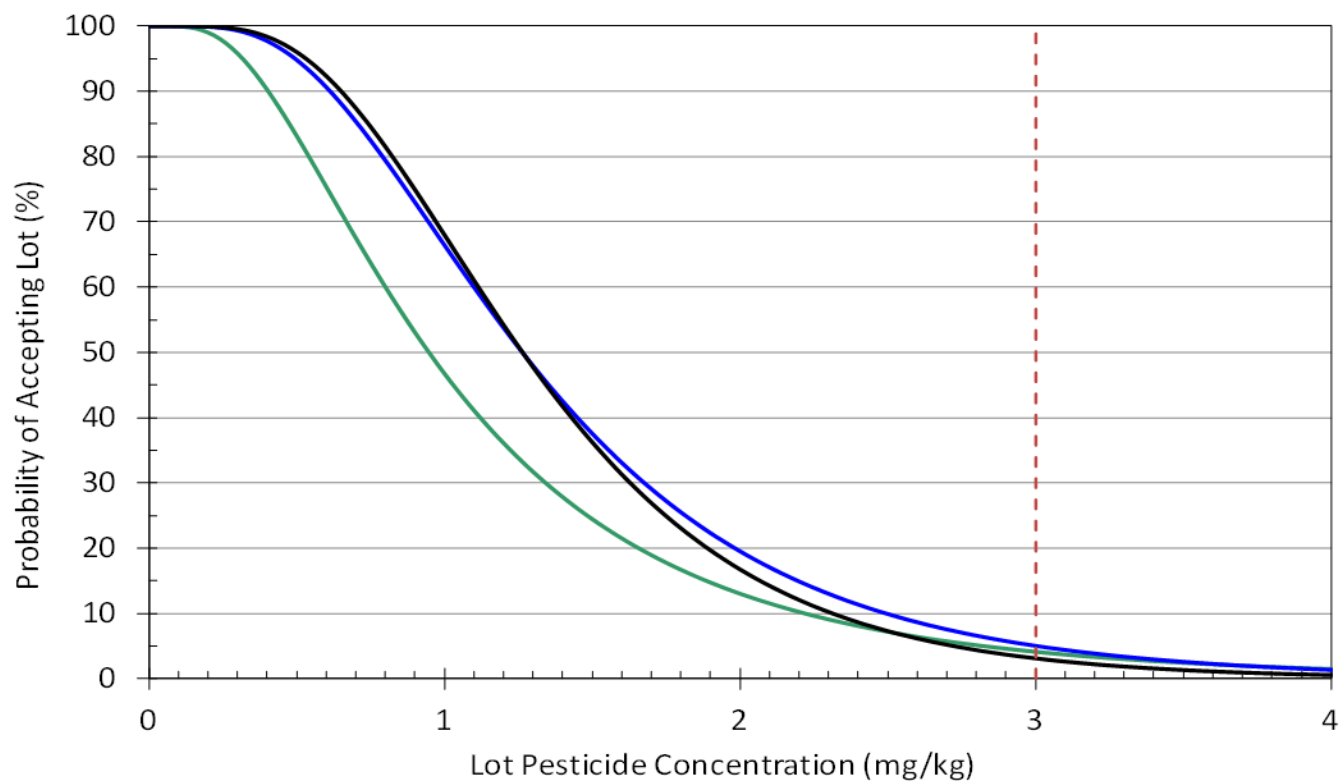
Ha a minták átlagos szermaradék tartalmát az MRL-hez viszonyítom az esetek 50%-ban alábecsülöm a tétel szermaradék tartalmát

# MRL helyes értelmezése



Szermaradék a kezelt terméskből  
vett mintákban (n=10)  
 $\mu=1$   $CV=0.73$   $P_{0.98}=2.88$

Szermaradék piaci ellenőrző  
mintában (n=10)  $\mu=4.45$   $CV=0.15$



— (1) 1x5 primary samples, AL < 0.76 mg/kg      — (2) 2x5 primary samples, AL < 1.456 mg/kg  
— (3) 3x5 primary samples, AL < 1.748 mg/kg      - - Legal Limit



# Hogy tudjuk a termék megfelelőségét igazolni?

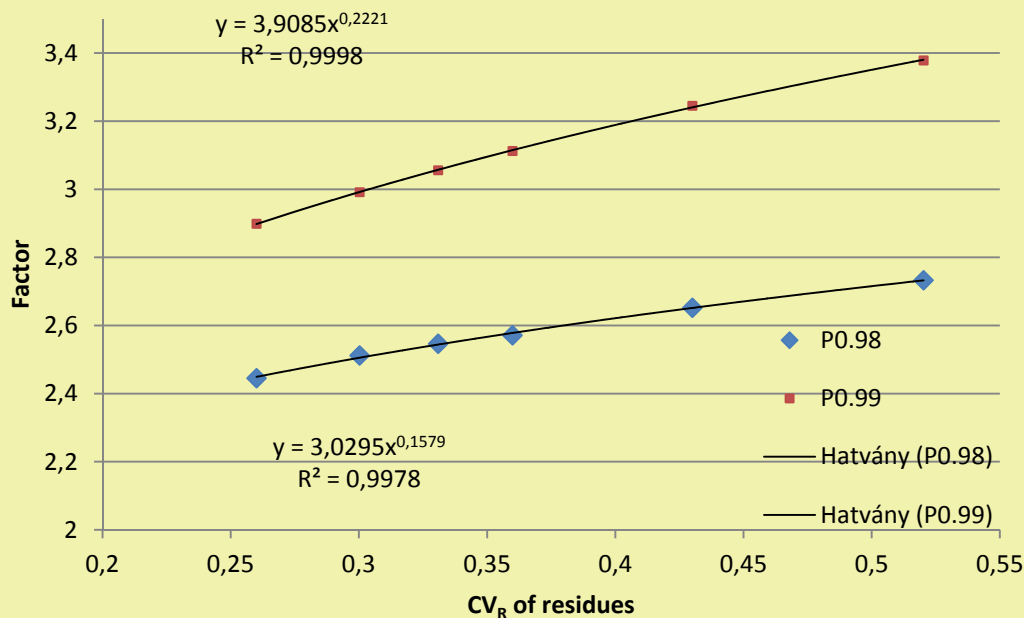


**n é b i h**  
Termőföldtől az asztalig

$CV_{S1}=1.73$	Curve #1	Curve #2	Curve #3
No Laboratory Samples	1	2	3
No of primary samples	5	5	5
$CV_L$	0.15	0.15	0.15
No of test portion	1	1	1
Accept Limit<= (mg/kg)	0.76	1.46	1.75
	Variance ratio %		
Sampling	95.95	95.95	95.95
$CV_L$	4.05	4.05	4.05
	100.00	100.00	100.00
	Variance ratio %		
Sampling	97.93	97.93	97.93
$CV_L$	2.07	2.07	2.07
	100.00	100.00	100.00



# Action limit számítása

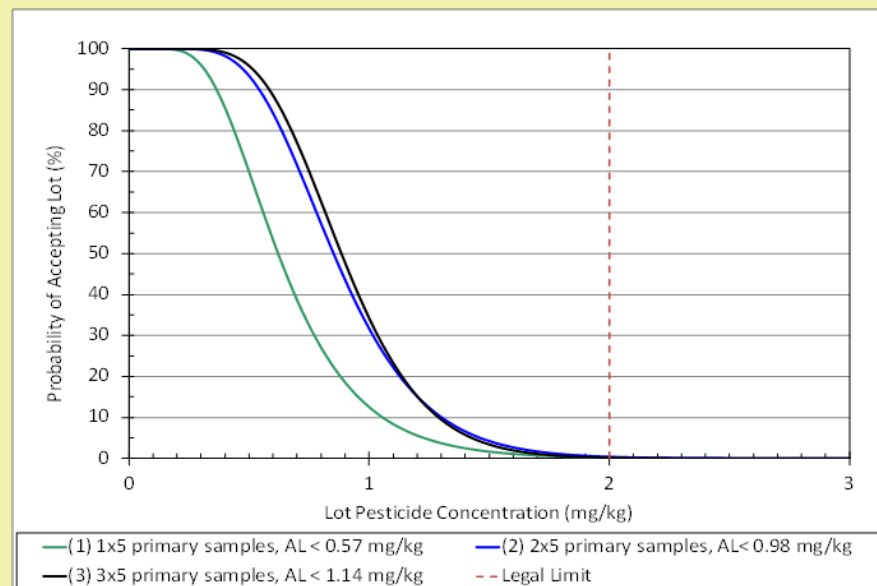
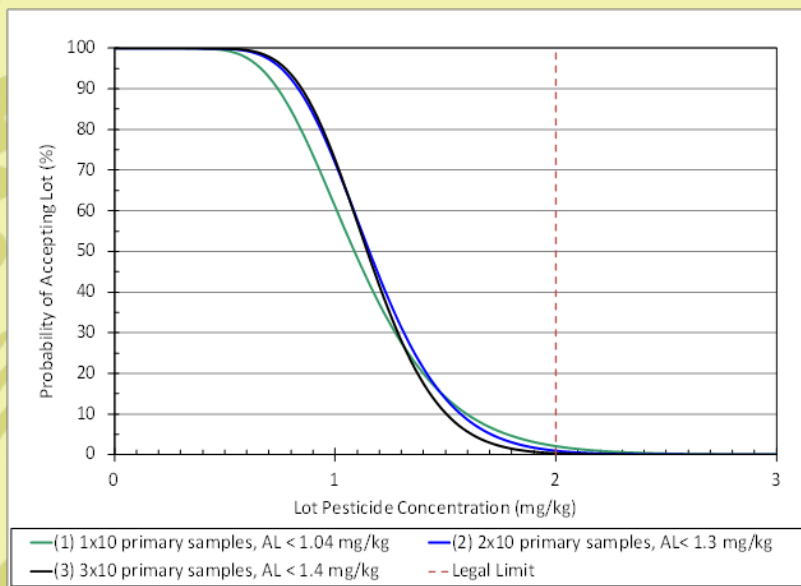


$$AL = 0.98 * MRL - F_{0.98} * CV_R \quad AL = 0.99 * MRL - F_{0.99} * CV_R$$

# Examples

P0.99, n=10; 2anal rep AL 1.04, 1.30, 1.40

P0.99, n=10; 1anal rep AL 0.57, 0.98, 1.14



A vizsgált tétel megfelelősége 1 minta és 1 párhuzamos vizsgálattal is igazolható, de akkor a mintában mért szermaradék  $\leq AL=0.57$  míg az **MRL=2**  
3 minta 2 párhuzamos mérés: átlagos szermaradék  $\leq AL=1.4$



# Gyakorlati AL koncentrációk

		$CV_L=0.16$	No of samples		
	CVs	No of anal	1	2	3
Káposzta	0.42	1	0.57	0.98	1.14
		2	0.63	1.06	1.23
Alma	0.30	1	1.13	1.33	1.41
		2	1.19	1.40	1.49



**n é b i h**  
Termőföldtől az asztalig

# Szemes termények vizsgálata



# Részecskeméret hatása; a darálás finomsága döntő



n é b i h  
Termőföldtől az asztalig

Gy's mintavételi relatív SD

$$CV_{Sp} = Cd^3 \left( \frac{1}{M_{Tp}} - \frac{1}{M_{As}} \right)$$

$C$ : alaki tényező,

$d$ : szemcseméret eloszlás 95% felső határa,

$M_{Tp}$ : az extrakcióra kerülő mintahányad tömege,

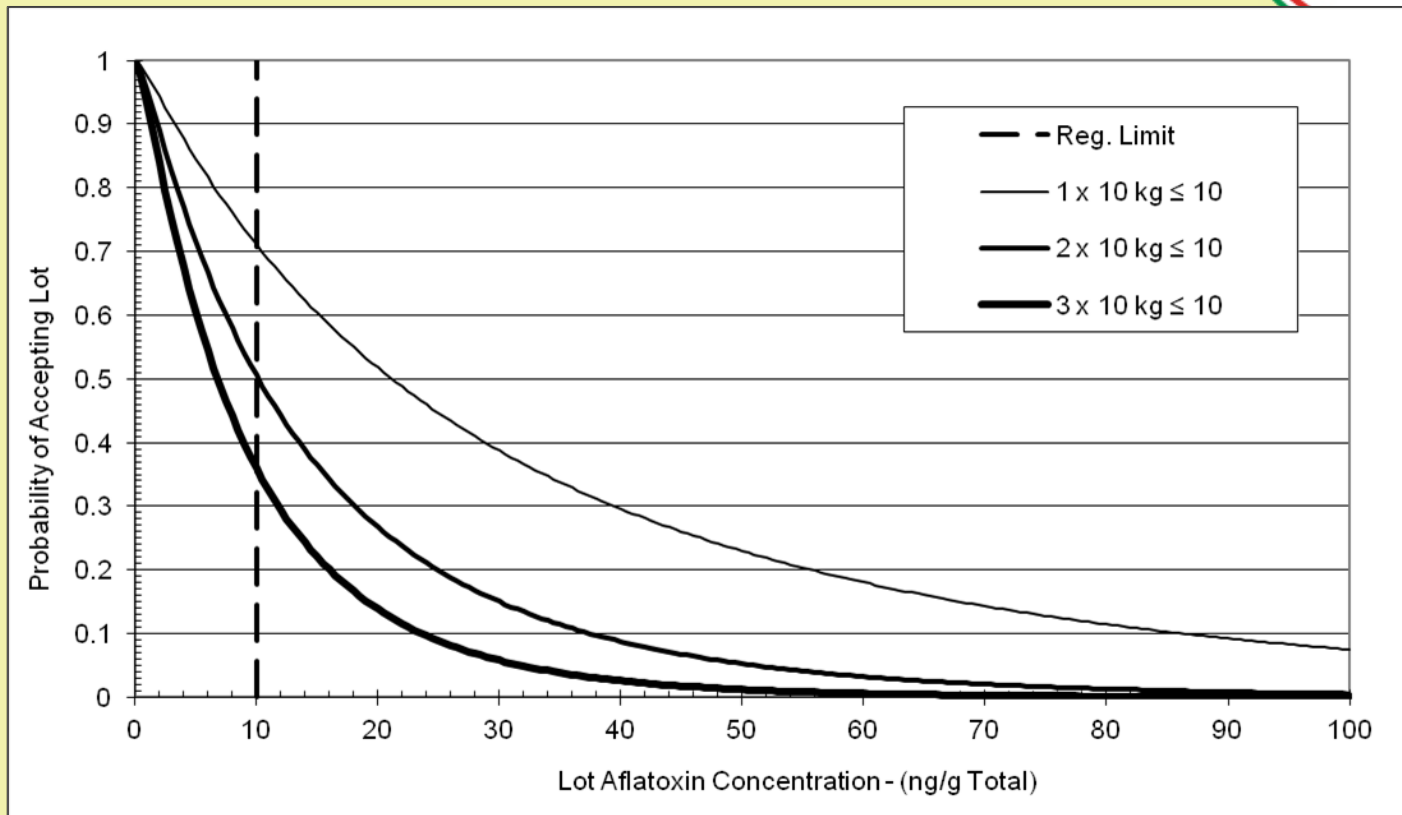
$M_{As}$ : a homogenizált minta teljes tömege

Ingamells' sampling constant:  $K_s = M_{Tp} CV_{Sp}^2$



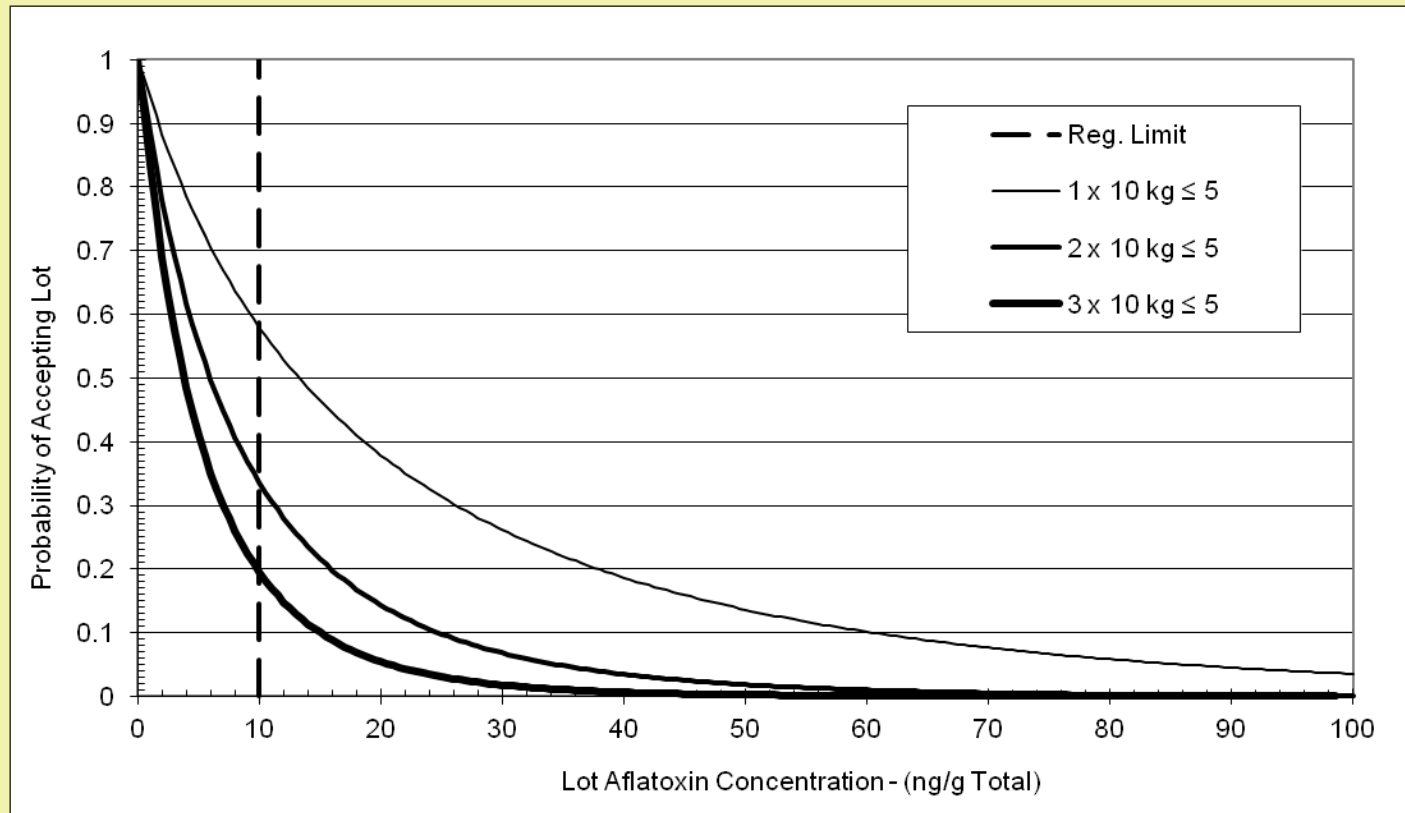
# Héjas pisztácia aflatoxin szennyezettsége detektálási valószínűsége

ML 10 ng/g; lot AC/Reject 5 ng/g



# Héjas pisztácia aflatoxin szennyezettsége detektálási valószínűsége

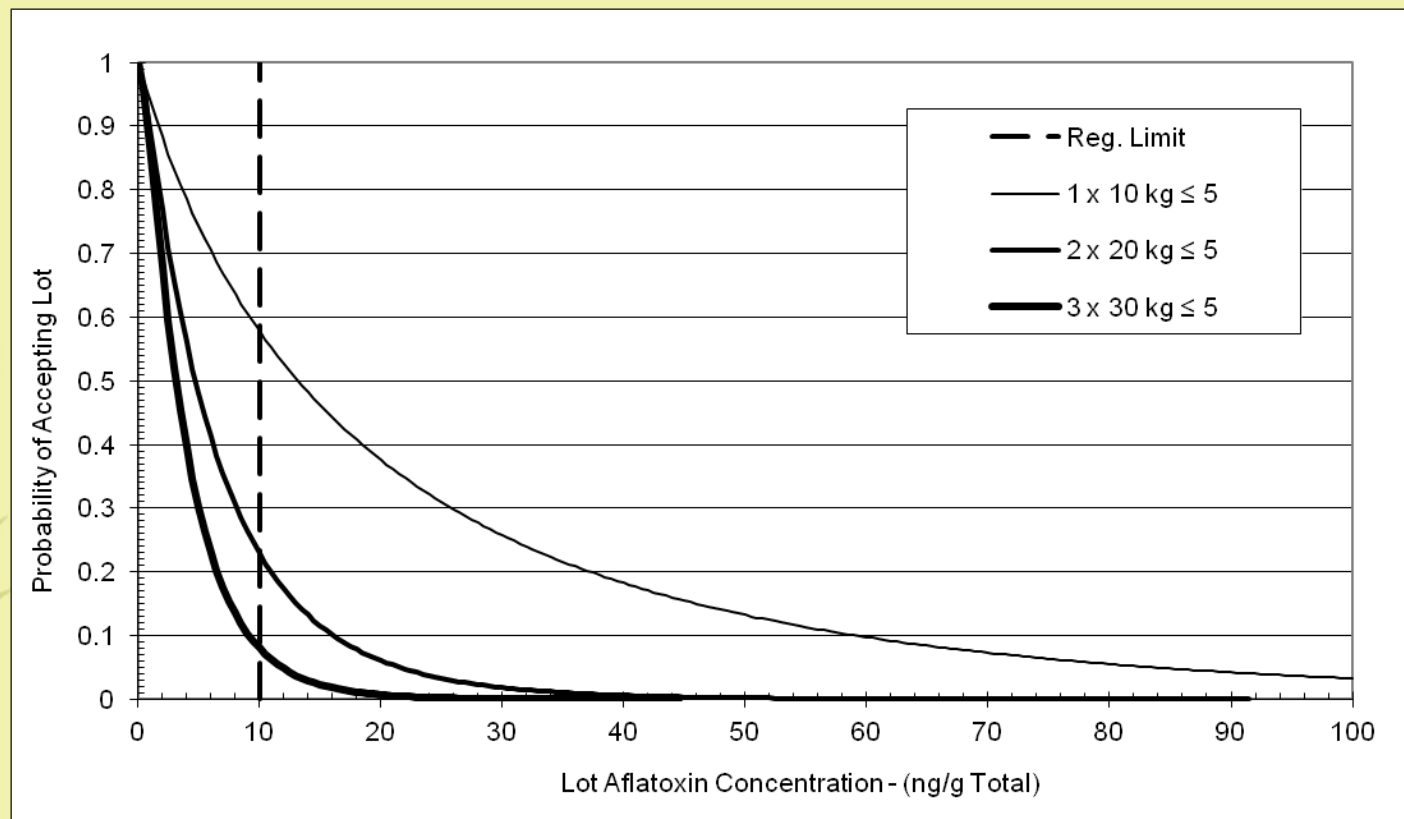
ML 10 ng/g; lot AC/Reject 5 ng/g



# Héjas pisztácia aflatoxin szennyezettsége detektálási valószínűsége

ML 10 ng/g; lot AC/Reject 5 ng/g

OC 2 and OC 3 2 párhuzamos analízis



# Következtetések



- A termék forgalmazás előtti ellenőrzésénél a határértéknél kisebb AL meghatározása szükséges úgy, hogy az legalább 98-99%-os termék megfelelőséget biztosítson.
- Az AL függ a  $CV_1$  és  $CV_R$  ( $n, p, ap, CV_L$ ) értékétől.
- A vizsgálati mintának meg kell felelni az ellenőrzésnél alkalmazott minimális mintaméretnek.
- Körvizsgálatokon elért jó eredmény nem garancia arra, hogy a labor a normál mintákat is megbízhatóan és pontosan tudja meghatározni ( $CV_A \neq CV_L$ ).
- A növényvédőszer-maradékokal végzett modellvizsgálatok eredményei természetesen egyéb szennyezőkre, adalékanyagokra is alkalmazhatók, ha a mintavétel bizonytalansága ismert.





# Referencia



A NÉBIH munkatársainak előadásaiban bemutatott módszerek és eredmények az EU 7-es kutatási keretprogramjával támogatott



projekt keretében végrehajtott kutatás részét képezik.

**Köszönöm a figyelmüket!**

