

nébih

termőföldtől
az asztalig

ANALITIKAI MÉRÉSEK MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSA

Dr. Nagy Attila

NÉBIH – Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság

eli@nebih.gov.hu

Miről lesz szó?

- Mérések minőségbiztosítása
- Új hatósági ellenőrzési eljárásrend
- Eredmények összevetése

nébih

termőföldtől
az asztalig

Mérések minőségbiztosítása

Módszerek forrásai

A rendszerszabvány 7.2.1.1. pontja szerint

A laboratóriumnak megfelelő módszereket és eljárásokat kell alkalmaznia minden laboratóriumi tevékenységre, és ahol célszerű, a mérési bizonytalanság értékelésére, valamint statisztikai módszereket az adatok elemzésére.

- *Jogszabályok – (Nemzetközi és nemzeti)*
- *Szabványok - (Nemzetközi és nemzeti)*
- *Szabvány értékű szakkönyvek - OIE Manual of Diagnostic Tests and Vaccines for Terrestrial Animals, Klinikai és járványügyi bakteriológia, Parazitológiai laboratóriumi vizsgálatok, US. Standard Methods, EPA, FDA, OECD, ISTA előírások, EURL által kidolgozott módszerek*
- *Gyógyszerkönyv, Magyar Élelmiszerkönyv, Takarmánykódex*
- *Műszer- és a kit gyártó által validált módszerek*
- *Átvett validált laboratóriumi módszerek*
- *Saját módszerek*

Módszerek validálási kötelezettsége és lehetőségei

A szabvány 7.2.2.1. pontja szerint

A laboratóriumnak érvényesítenie (validálnia) kell a nem szabványos módszereket, a laboratórium által kidolgozott módszereket, valamint azokat a szabványos módszereket, amelyeket a tervezett alkalmazási területükön kívül alkalmaznak vagy más módon módosítottak. Az érvényesítésnek (validálásnak) annyira kell át fogónak lennie, amennyire az adott alkalmazás vagy alkalmazási terület szükségleteinek teljesítéséhez szükséges.

A módszer érvényesítéséhez (validálásához) használt technika a következők egyike vagy ezek kombinációja lehet:

- *a) Kalibrálás, vagy a torzítás és a precizitás értékelése referenciaetalonok vagy referenciaanyagok felhasználásával;*
- *b) az eredményt befolyásoló tényezők módszeres felmérése;*
- *c) a módszer zavaró hatásokkal szembeni érzéketlenségének (robosztusság) vizsgálata a szabályozott paraméterek változtatásával, mint például az inkubátor hőmérséklete, az adagolt mennyiség;*
- *d) az elért eredmények összehasonlítása más érvényesített (validált) módszerekkel;*
- *e) laboratóriumok közötti összehasonlítások;*
- *f) az eredmények mérési bizonytalanságának értékelése a módszer elméleti elveinek megértése és a mintavételi vagy vizsgálati módszer végrehajtásának gyakorlati tapasztalata alapján.*

Szabványos és nem szabványos módszerek

NAR-01 1. melléklet 4.6.6. pontja alapján

Szabvány szerinti (szabványra épülő) módszerek: azok a szabványon alapuló módszerek, melyeket a szabvány alkalmazási körén kívüli területre kívánnak alkalmazni, de annak használata szakmailag indokolható: a vizsgálólaboratórium a szabványjelzetet az alkalmazott szabványpont vagy szabványpontok megjelölésével használhatja, vagy saját, egyedi módszerazonosítóval kell ellátnia (megfelelő lehet még az „adaptálva” vagy a „...szabvány figyelembevételével” kiegészítő megjelölés).

Ha az adott szakterület kívül esik a szabvány alkalmazási területén, akkor minden esetben **validálás** szükséges. Az alkalmazott érvényesítésnek (validálásnak) annyira kell átfogónak lennie, amennyire az adott alkalmazás vagy alkalmazási terület szükségleteinek teljesítéséhez szükséges, az MSZ EN/ISO IEC 17025:2018 7.2.2.1. pontjában és ennek 1. és 2. megjegyzésében foglaltak szerint. Az érvényesítési (validálási) eljárás lefolytatásakor a kockázatalapú működés szempontrendszer szerint kell eljárni. Jogszabályban nevesített szabványok alkalmazási területébe tartozónak kell tekinteni a jogszabályban nevesített alkalmazási területet, a jogszabályban esetlegesen az alkalmazás feltételeként megfogalmazott egyéb követelmények teljesülése esetén.

Validálási kötelezettség nem szabványos módszereknél

NAR-01 1. melléklet 4.6.6. pontja alapján

Nem szabványos módszereknél (a laboratórium által kidolgozott (saját), nem validáltan átvett, nem akkreditált szervezettől átvett módszer, a szabványoktól eltérő, egyedi megoldásokat használó):

- Validálás szükséges az Eurachem *Guide to Quality in Analytical Chemistry An Aid to Accreditation* alapján.
- Az egyedi módszer alkalmazása előtt teljeskörű validálás elvégzése szükséges,
- **Újra-akkreditálás alkalmával**, vagy a módszerben bekövetkezett változás esetén **újra-validálás** elvégzése szükséges **a szervezet belső eljárásában megadott feltételek** alapján.
- Biológiai, mikrobiológiai módszerek esetén az Eurachem *Guide Accreditation for Microbiological Laboratories* előírásait kell figyelembe venni.

Módszerek validálási kötelezettsége

A szabvány 7.2.2.3. pontja szerint

Az érvényesített (validált) módszerek teljesítményjellemzőinek, a tervezett használatnak megfelelően felmérve, a vevők szükségleteire kell vonatkozniuk és összhangban kell lenniük a meghatározott követelményekkel.

MEGJEGYZÉS: A teljesítményjellemzők tartalmazhatják, de nem kizárólagosan, a mérési tartományt, a pontosságot, az eredmények mérési bizonytalanságát, a kimutatási határt, a mennyiségi meghatározási határát, a módszer szelektivitását, a linearitást, az ismételhetőséget vagy a reprodukálhatóságot, a külső hatásokkal szembeni érzéketlenséget (robusztusságot) vagy a minta mátrixából vagy a vizsgálati objektumból származó zavaró hatással (interferenciával) szembeni kereszt érzékenységet, és a torzítást.

Belső eszközök

Az eredmények érvényességének biztosítása belső eszközök I.

7.7.1. A laboratóriumnak rendelkeznie kell eljárással az eredmények érvényességének figyelemmel kísérésére (monitorozására). A kapott adatokat úgy kell feljegyezni, hogy a tendenciák kimutathatók legyenek, és ahol megvalósítható, statisztikai módszereket kell alkalmazni az eredmények átvizsgálására. Ezt a figyelemmel kísérést meg kell tervezni és át kell vizsgálni, valamint, ahol megfelelő, tartalmaznia kell, többek között:

- a) referenciaanyagok vagy minőségellenőrző anyagok használatát;
- b) alternatív műszerek használatát, amelyeket kalibráltak a visszavezethető eredmények biztosítása érdekében;
- c) a mérő- és vizsgálóberendezések funkcionális ellenőrzését (ellenőrzéseit);
- d) ellenőrző vagy használati etalonok alkalmazását szabályozó- (kontrol-) kártyákkal, ahol alkalmazható;
- e) a mérőberendezések közbenső ellenőrzését;
- f) megismételt vizsgálatokat vagy kalibrálásokat, ugyanazt vagy különböző módszereket alkalmazva;
- g) megőrzött tételek újbóli vizsgálatát vagy újrakalibrálását;
- h) egy tételkülönböző jellemzőire kapott eredmények korrelációját;
- i) a közölt eredmények átvizsgálását;
- j) laboratóriumon belüli összehasonlításokat;
- k) vakminta (vakminták) vizsgálatát.

Belső és külső eszközök

Az eredmények érvényességének biztosítása belső eszközök II.

- e) a mérőberendezések közbenső ellenőrzését;
- f) megismételt vizsgálatokat vagy kalibrálásokat, ugyanazt vagy különböző módszereket alkalmazva;
- g) megőrzött tételek újbóli vizsgálatát vagy újrakalibrálását;
- h) egy tételkülönböző jellemzőire kapott eredmények korrelációját;
- i) a közölt eredmények átvizsgálását;
- j) laboratóriumon belüli összehasonlításokat;
- k) vakminta (vakminták) vizsgálatát.

7.7.2. Az eredmények érvényességének biztosítása külső eszközök

A laboratóriumnak figyelemmel kell kísérnie a teljesítményét más laboratóriumok eredményével összehasonlítva, ahol ez rendelkezésre áll és megfelelő. Ezt a figyelemmel kísérést meg kell tervezni és át kell vizsgálni, valamint tartalmaznia kell, de nem kizárólagosan, az egyiket vagy mindkettőt a következők közül:

- a) részvétel jártassági vizsgálatban;
- b) részvétel a jártassági vizsgálattól eltérő, laboratóriumok közötti összehasonlításokban.

nébih

termőföldtől
az asztalig

LABORATÓRIUMOK HATÓSÁGI FELADATRA TÖRTÉNŐ KIJELÖLÉSE

Jogszabályi előzmények

2017/625/EU

Többek között:

- 1151/2012/EU rendelet: a mezőgazdasági termékek és az élelmiszerek minőségrendszereiről
- 652/2014/EU rendelet: az élelmiszerlánc, az állategészségügy és állatjólét, valamint a növényegészségügy és a növényi szaporítóanyagokkal kapcsolatos kiadások kezelésére vonatkozó rendelkezések megállapításáról
- 854/2004/EK rendelet: az emberi fogyasztásra szánt állati eredetű termékek hatósági ellenőrzésének megszervezésére vonatkozó különleges szabályok megállapításáról
- 2016/2031/EU rendelet: a növénykárosítókkal szembeni védekező intézkedésekről,
- 97/78/EK irányelv: a harmadik országokból a Közösségbe behozott termékek állategészségügyi ellenőrzésének megszervezésére irányadó elvek megállapításáról

Jelenlegi jogszabályok

- 2017/625/EU rendelet: az élelmiszer- és takarmányjog, valamint az állategészségügyi és állatjóléti szabályok, a növényegészségügyi szabályok, és a növényvédő szerekre vonatkozó szabályok alkalmazásának biztosítása céljából végzett hatósági ellenőrzésekről és más hatósági tevékenységekről
- 180/2009 FVM rendelet: a szalmonellózis elleni védekezés egyes szabályairól

Jogalkotói szándék

- az emberek és állatok egészségének védelme
- fogyasztóvédelem magas szintjének elérése
- az agrár-élelmiszerlánc biztonsága
- a fogyasztók élelmiszerekkel és az élelmiszereket érintő információkkal kapcsolatos érdekeinek védelme
- kijelölt laboratóriumok alkalmassága

Laboratóriumok kijelölésének feltételei

37. cikk

- **szakértelem, felszerelés és infrastruktúra**
- elegendő létszámú és megfelelően képezett, képzett és tapasztalt **személyzet**
- rá ruházott feladatokat **pártatlanul** végzi, nem merül fel **összeférhetetlenség**
- **időben** be tudja nyújtani az eredményeit
- az **EN ISO/IEC 17025** szabványnak megfelelően működik, és a nemzeti akkreditáló testület által **akkreditált**

Hatósági laboratórium kötelezettségei

38. cikk

- Ha kockázat áll fenn (emberek, állatok, növények, illetve a GMO-k és növényvédő szerek vonatkozásában), **haladéktalanul tájékoztatniuk kell az illetékes hatóságokat.**
- Az EURL vagy NRL kérésére **részt kell venniük** az összehasonlító vagy jártassági vizsgálatokban.
- A hatóságok kérésére **nyilvánosságra kell hozniuk** a hatósági tevékenységek keretében végzett módszerek megnevezését.
- az illetékes hatóságok kérésére az eredményekkel együtt **meg kell jelölniük** a hatósági tevékenységek céljára alkalmazott módszereket.

Eltérések a kötelező akkreditációtól

40. cikk

Az illetékes hatóságok kijelölhetik

- azt a laboratóriumot, amelyek kizárólagos tevékenysége a húsban előforduló *Trichinella* kimutatása
- a kizárólag más hatósági tevékenységek keretében vizsgálatot végző laboratóriumot bizonyos feltételek fennállása esetén
 - Nemzetközileg elismert eljárás
 - EURL által kidolgozott és validált eljárás
 - Vizsgálataikat az NRL felügyelete alatt végzik
 - Sikeresen részt vesznek NRL jártassági vizsgálaton
 - Minőségbiztosítási rendszerük van

Eltérések a kötelező akkreditációtól

41. cikk

- Egyéb módszerei tekintetében az EN ISO/IEC 17025 szabványnak megfelelően működik, és e szabvány szerint akkreditáltak
- rendszeresen és jelentős mértékben alkalmazza fenti módszereit

Ideiglenes kijelölés

42. cikk

Az illetékes hatóságok ideiglenesen hatósági laboratóriumot jelölhetnek ki

- uniós szabályok újonnan írják elő az adott módszer alkalmazását
- az alkalmazott módszer változásai új akkreditációt vagy hatályának bővítését teszik szükségessé
- a módszer alkalmazása vészhelyzet vagy újonnan felmerülő kockázat nyomán válik szükségessé

Laboratóriumok kijelölése

- Nébih ÉLI végzi
- Kérelemre indul vagy a Nébih keres adott feladathoz

További kijelölés

- 180/2009 FVM rendelet: a szalmonellózis elleni védekezés egyes szabályairól
 - Nébih által engedélyezett laboratórium
 - Salmonella kimutatásra és/vagy csoporttipizálásra akkreditált laboratórium
 - Részt vesz az NRL által évente szervezett Salmonella jártassági vizsgálaton

nébih

termőföldtől
az asztalig

Eredmények értékelése



OCR eljárás

- 1. hatósági laboratórium (nem-megfelelőség)
- 2. szakértő igénybevétele
- 3. ügyfél (1. számú) ellenminta vizsgálata lehetséges
- 4. szakértői véleménye alapján vita
- 5. második hatósági laboratórium (2. számú) ellenminta vizsgálata és az 1. hatósági laboratórium dokumentum alapú ellenőrzése
- 6. hatósági döntés

Kérdések 😊

- Szakértői vélemény az első hatósági mintavételről és vizsgálatról?
 - Ki?
 - Mi alapján?
 - 2. eredmény?
 - Mi a vita?

- Második hatósági laboratórium
 - Mit ellenőriz?
 - Hogyan vizsgál?
 - Mi az értékelés módja?
 - Melyik labor mér jól?

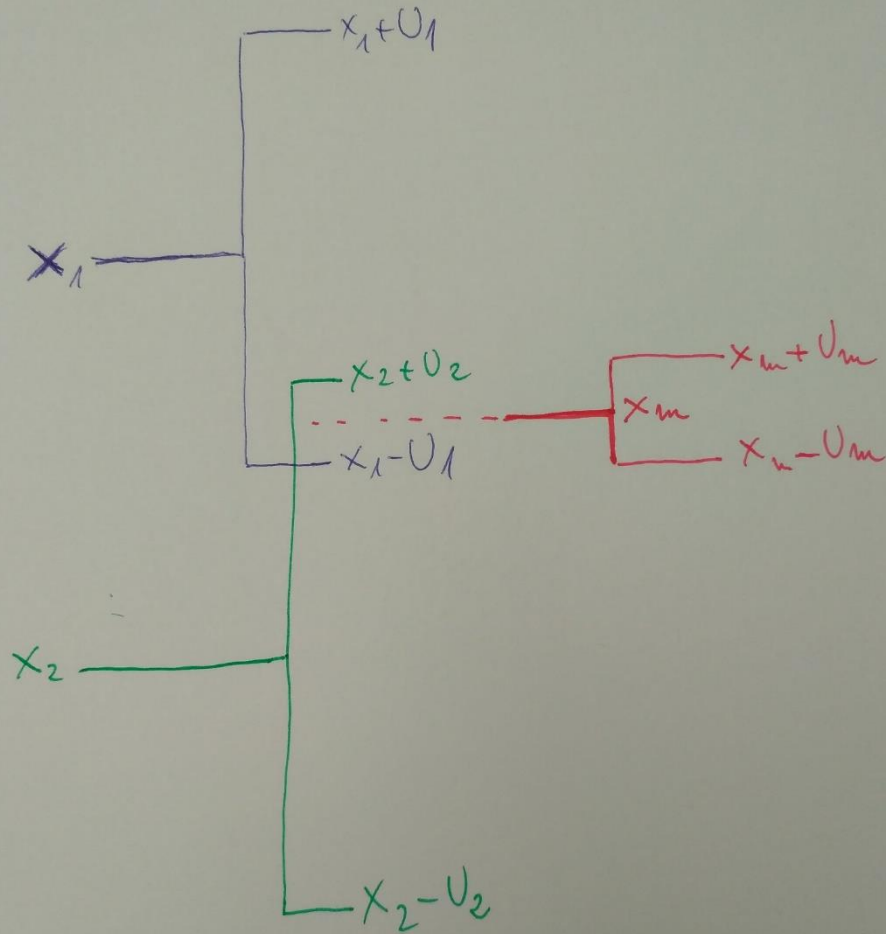
Eredmények összevetése

- Hatósági eljárásrend alapján
- Hatósági döntést hozó (első fokú) hatóság
- NRL szakértői segítségével
- Döntési fa alapján

- 1. lépés: a második hatósági vizsgálati jegyzőkönyv formális ellenőrzése
 - a. az EU 2017/625 rendelet alapján **kijelölt hatósági laboratórium** végezte a vizsgálatot (listákat lásd: <https://portal.nebih.gov.hu/hatosagi-feladatra-kijelolt-laboratoriumok>)
 - b. **U rendelkezésre áll** és kötelező a figyelembevétele (kivéve, ha jogszabály másként nem rendelkezik, pl.: takarmány analitikai vizsgálatok, a Bizottság 2021/808 végrehajtási rendelete szerint szabályozott vizsgálatok)
 - c. ha **jogszabály** vonatkozik a vizsgálati módszerre, a teljesítményparaméterek, a vizsgálati módszer megfelel a követelményeknek, például: mikotoxin, nehézfém, stb.

2. lépés: tartalmi ellenőrzés mért érték esetén

- első (alap) hatósági feladatra kijelölt labor eredmény: $x_1 \pm U_1$
 - második hatósági feladatra kijelölt labor eredmény: $x_2 \pm U_2$
- a. első eset: eredmény-tartományok nem fedik egymást: nem lehet döntést hozni, ismételt mintavételre van szükség.
- b. második eset: eredmény-tartományok metszik egymást
- i. a legvalószínűbb érték a metszési tartományban van
 - ii. a minta/tétel minősítés a metszési tartomány közepe, mint x_m , és a két szélső értékkel leírt U_m alapján történjen:
 1. $x_m \pm U_m$ teljes terjedelmében az MRL felett van: a tétel kifogásolt
 2. x_m az MRL felett van, $-U_m$ -mel számolva az MRL alatt is lehet a valós érték: a tétel megfelelő
 3. x_m az MRL alatt van, $+U_m$ -mel számolva az MRL felett is lehet a valós érték: a tétel megfelelő
 4. $x_m \pm U_m$ teljes terjedelmében az MRL alatt van: a tétel megfelelő

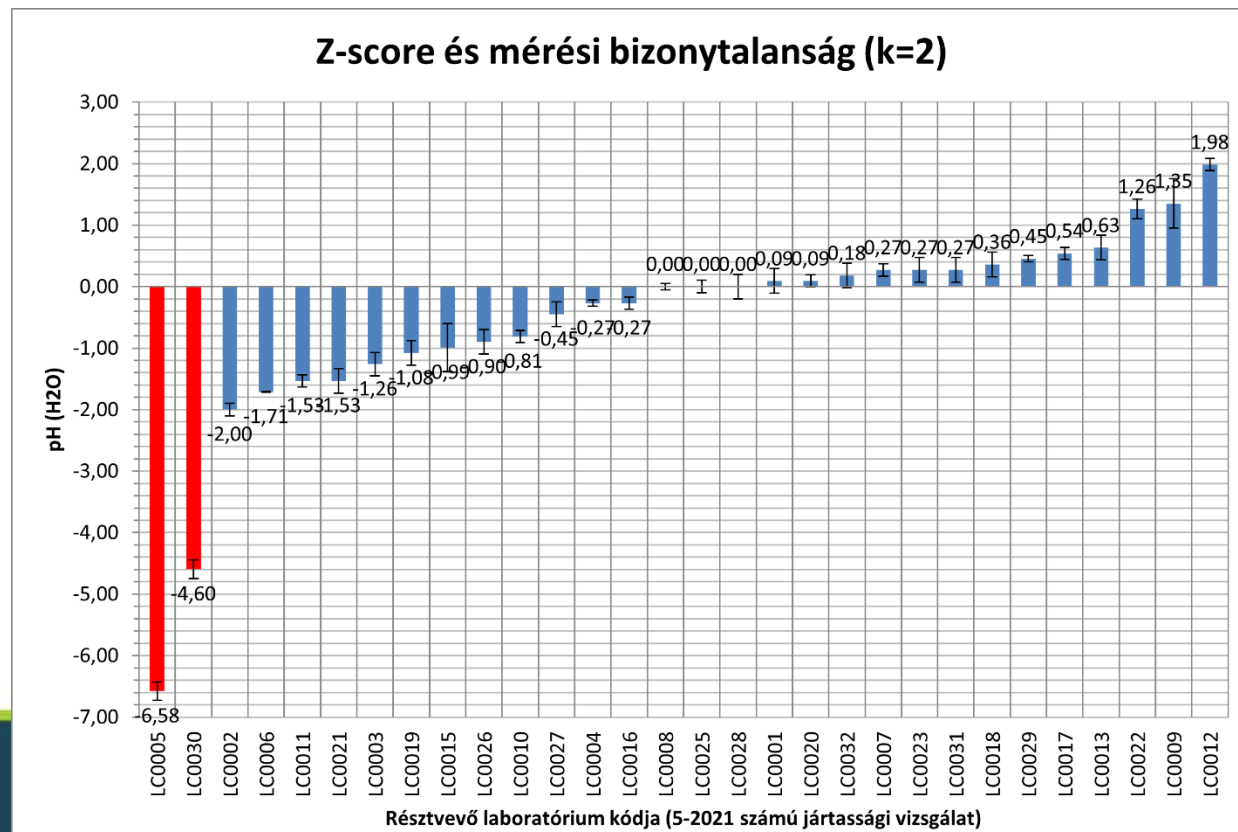


3. lépés: tartalmi ellenőrzés jelenlét/hiány jellegű vizsgálat esetén

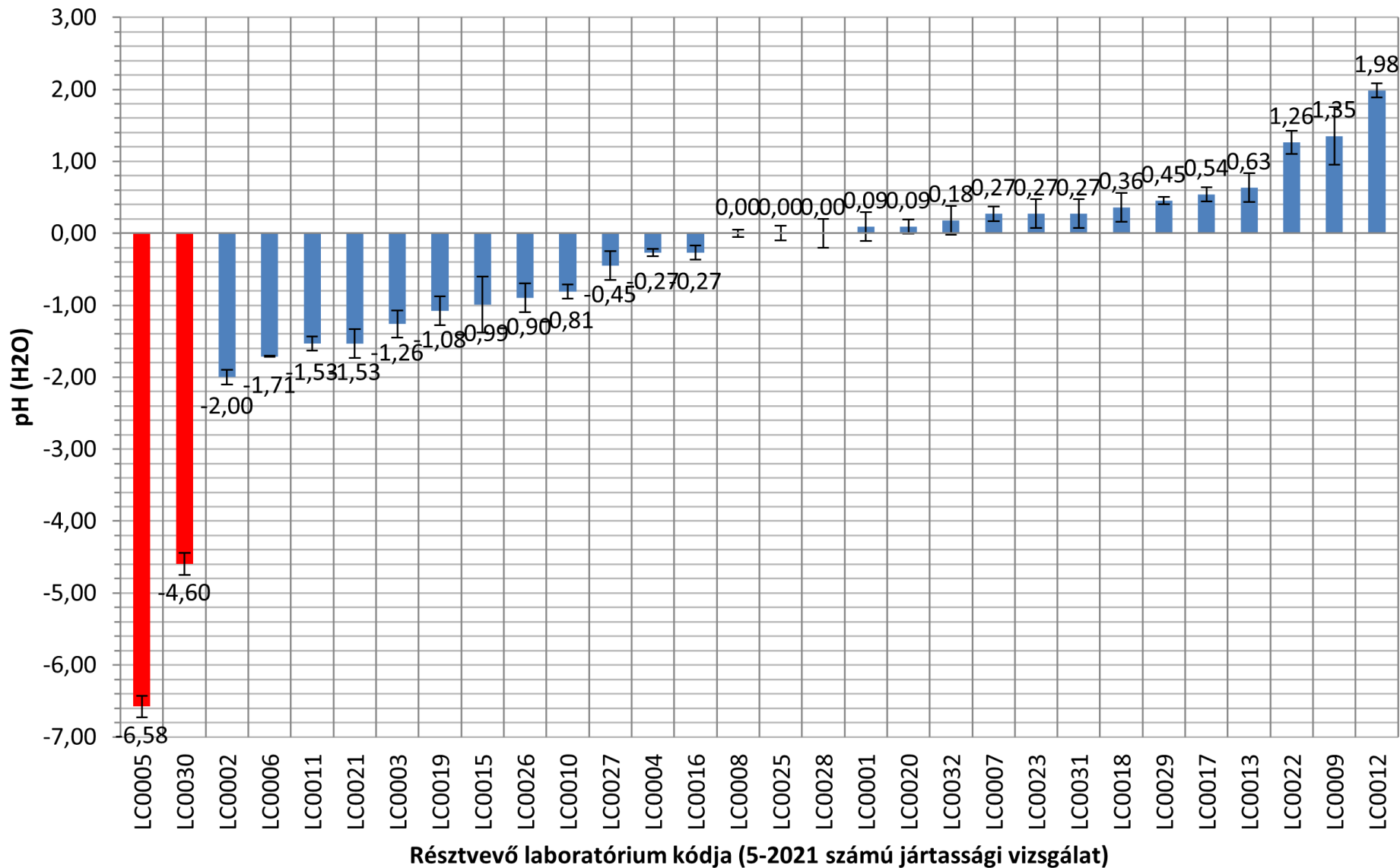
- Nem lehet figyelembe venni az ellenminta vizsgálati eredményét a kórokozó/károsító inhomogén eloszlása miatt, a tétel kifogásolt. Szakértői vélemény és vita esetén a második hatósági laboratórium dokumentum felülvizsgálata ettől függetlenül megilleti az ügyfelet!

Melyik labor mér jól, jobban?

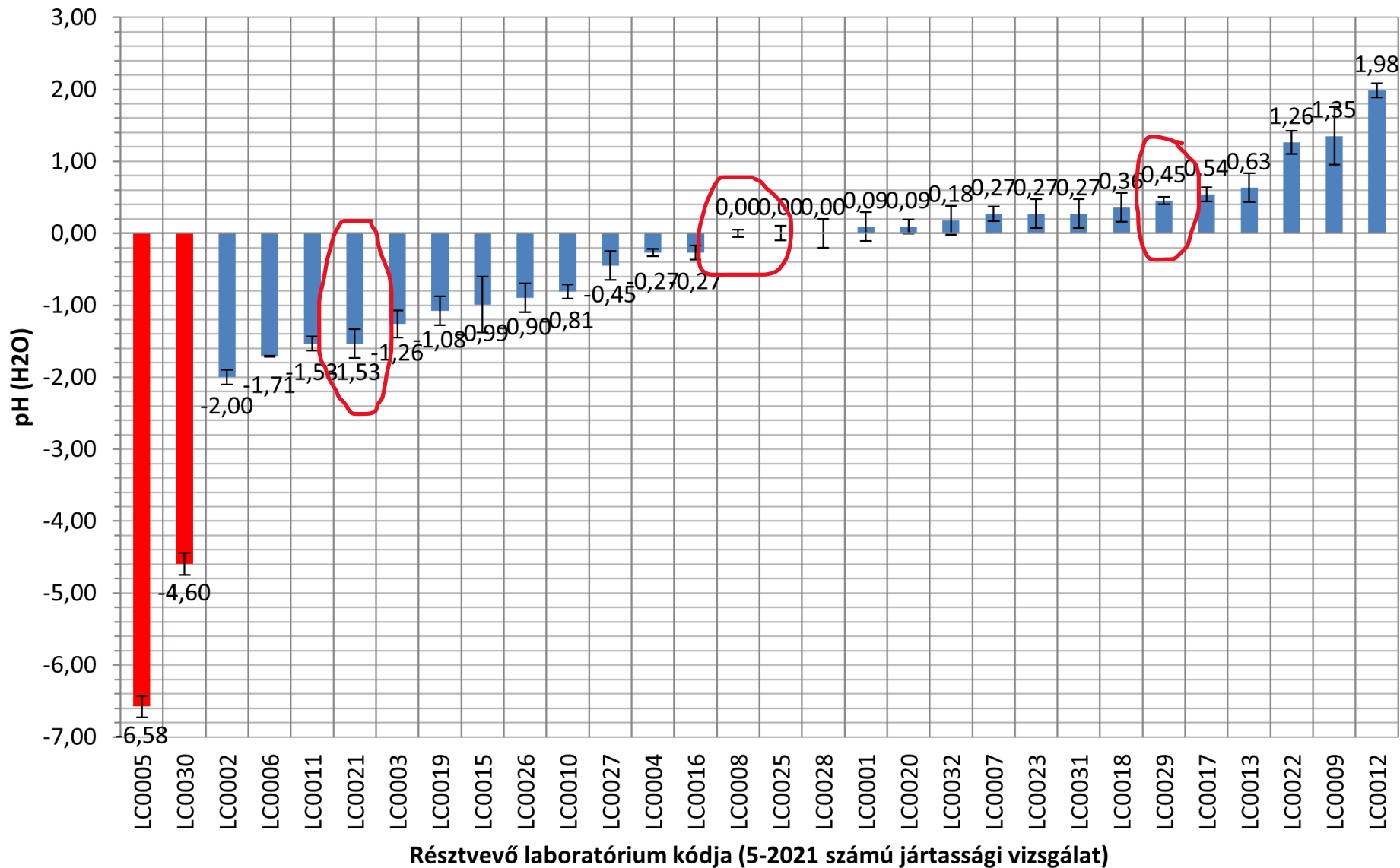
- U becslése, számolása
- PT eredmények



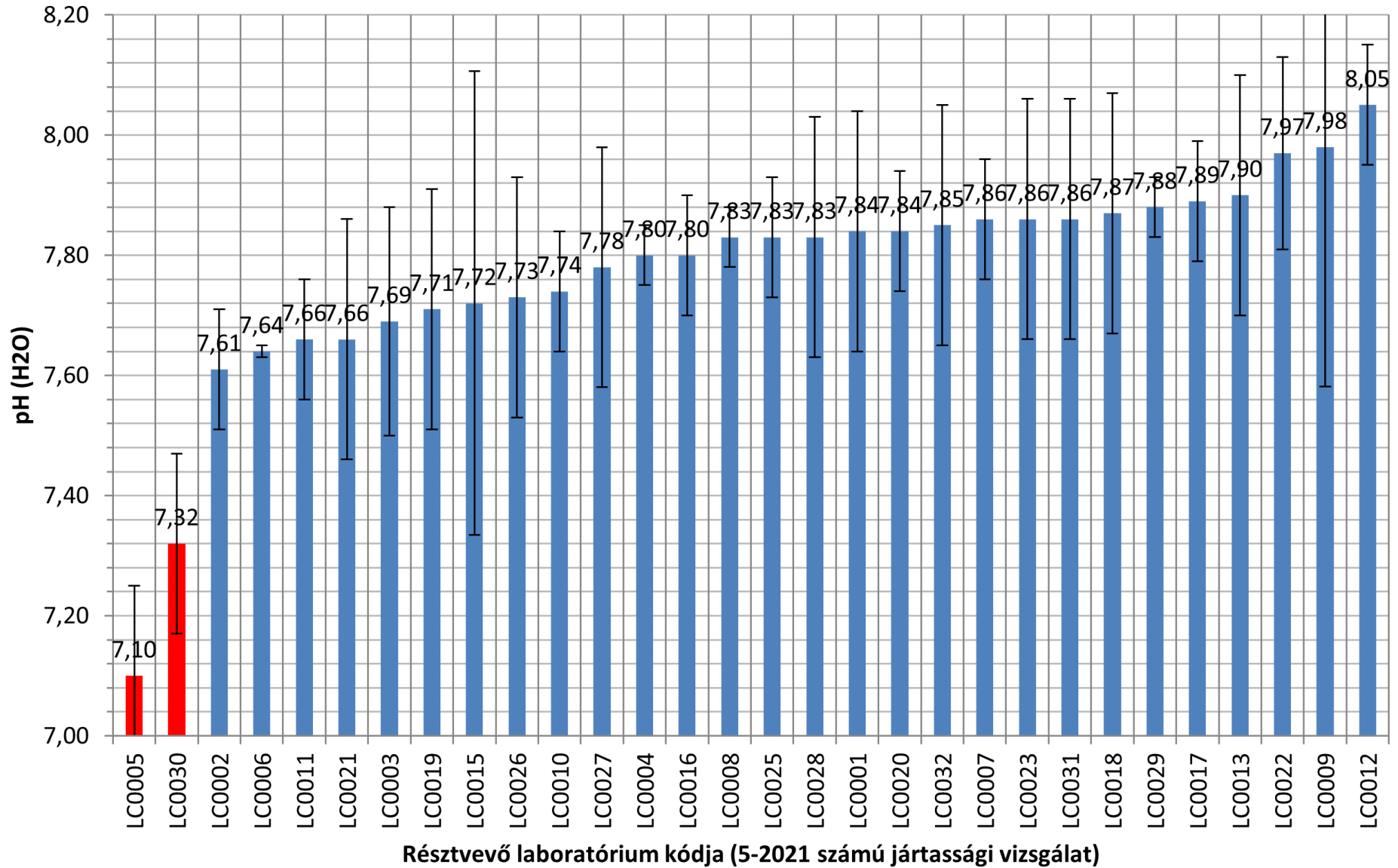
Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



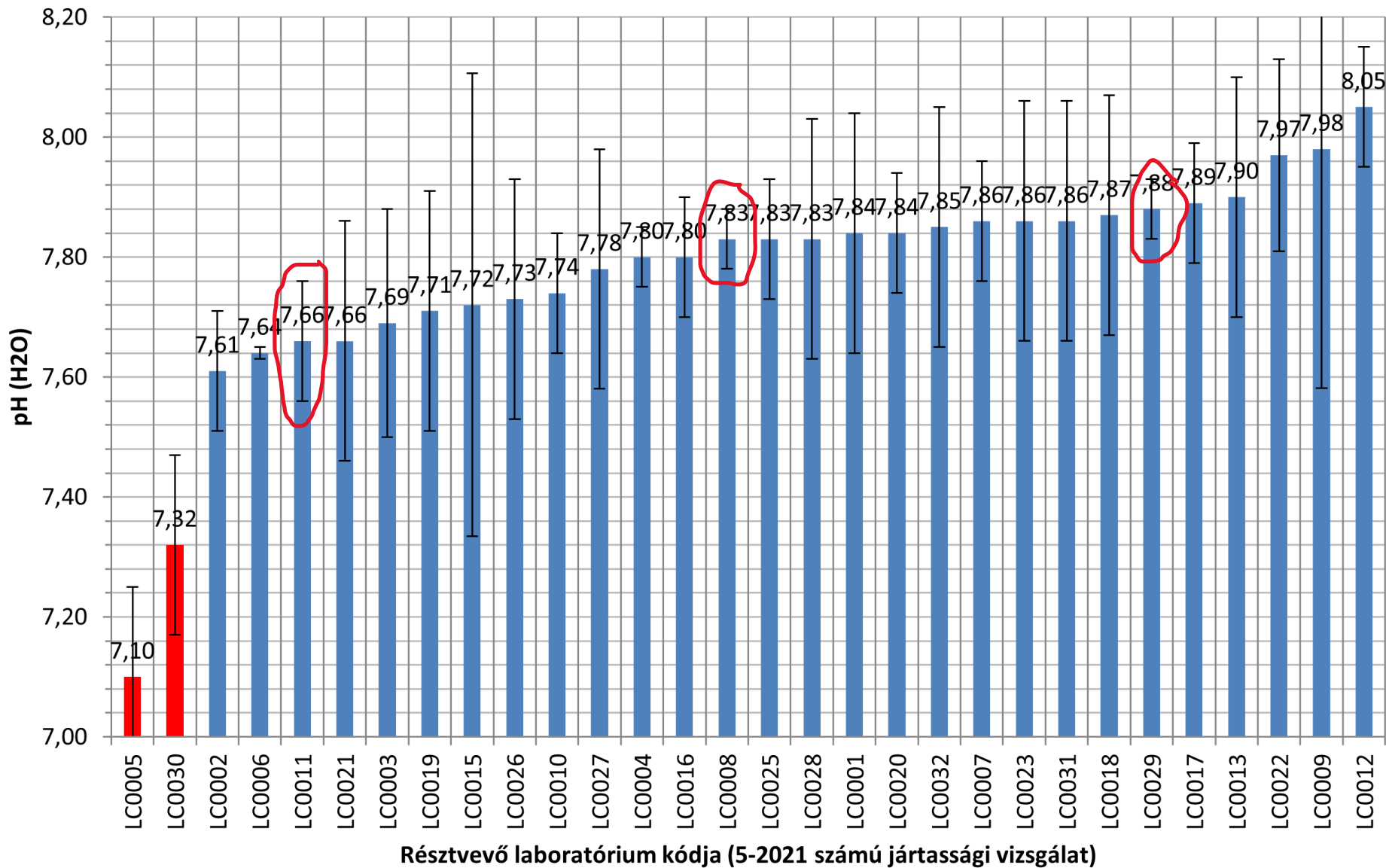
Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



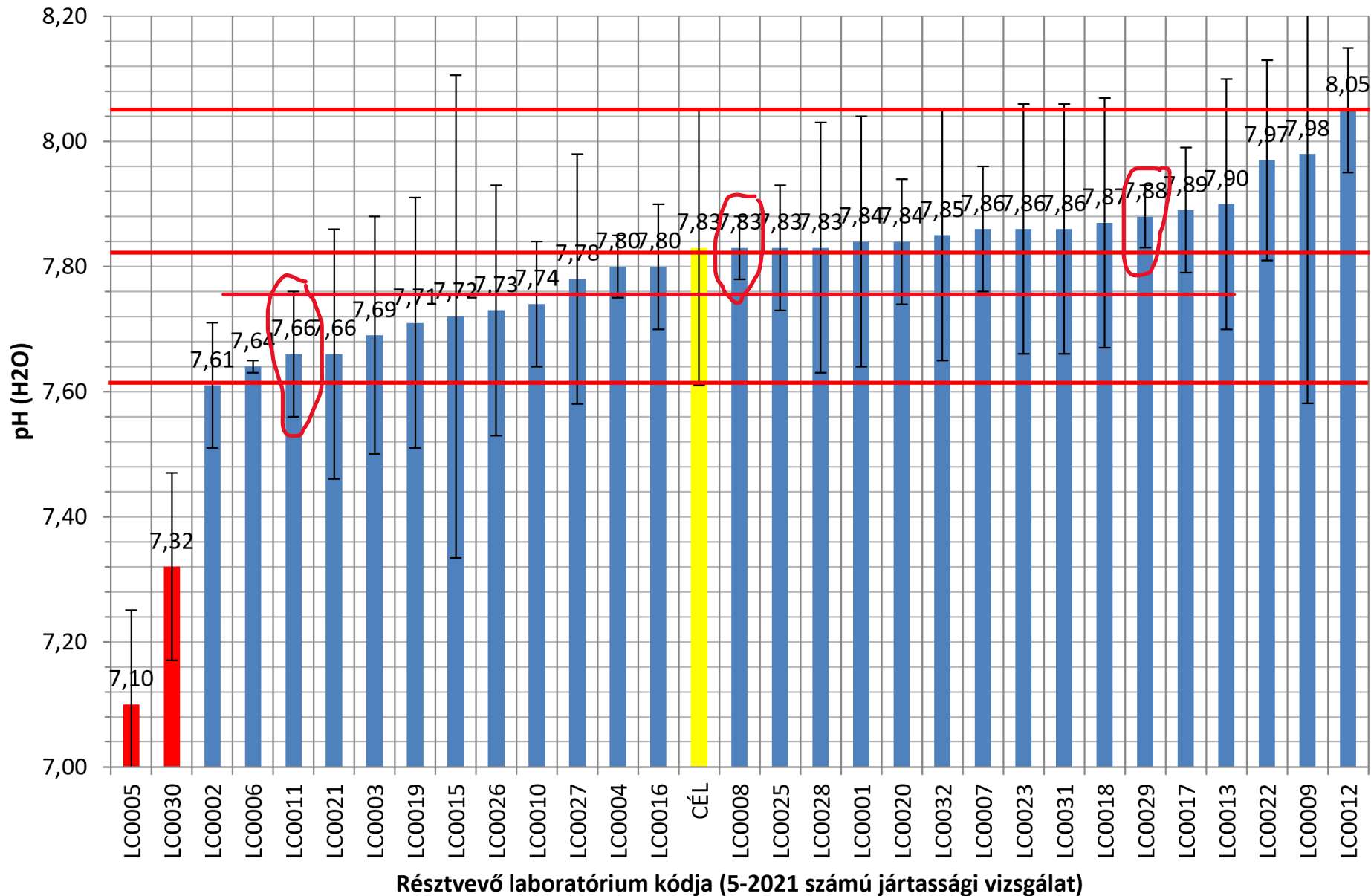
Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



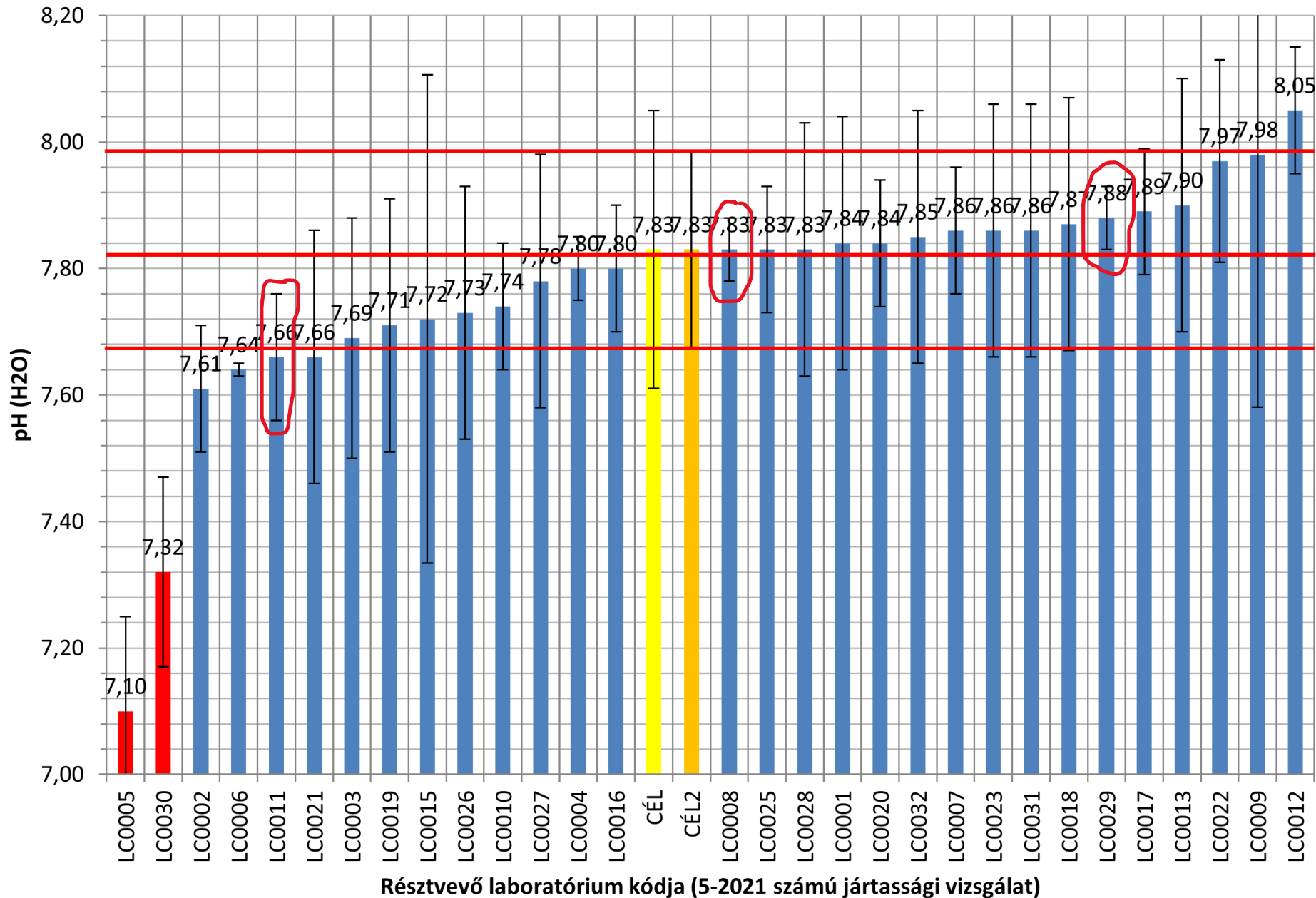
Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



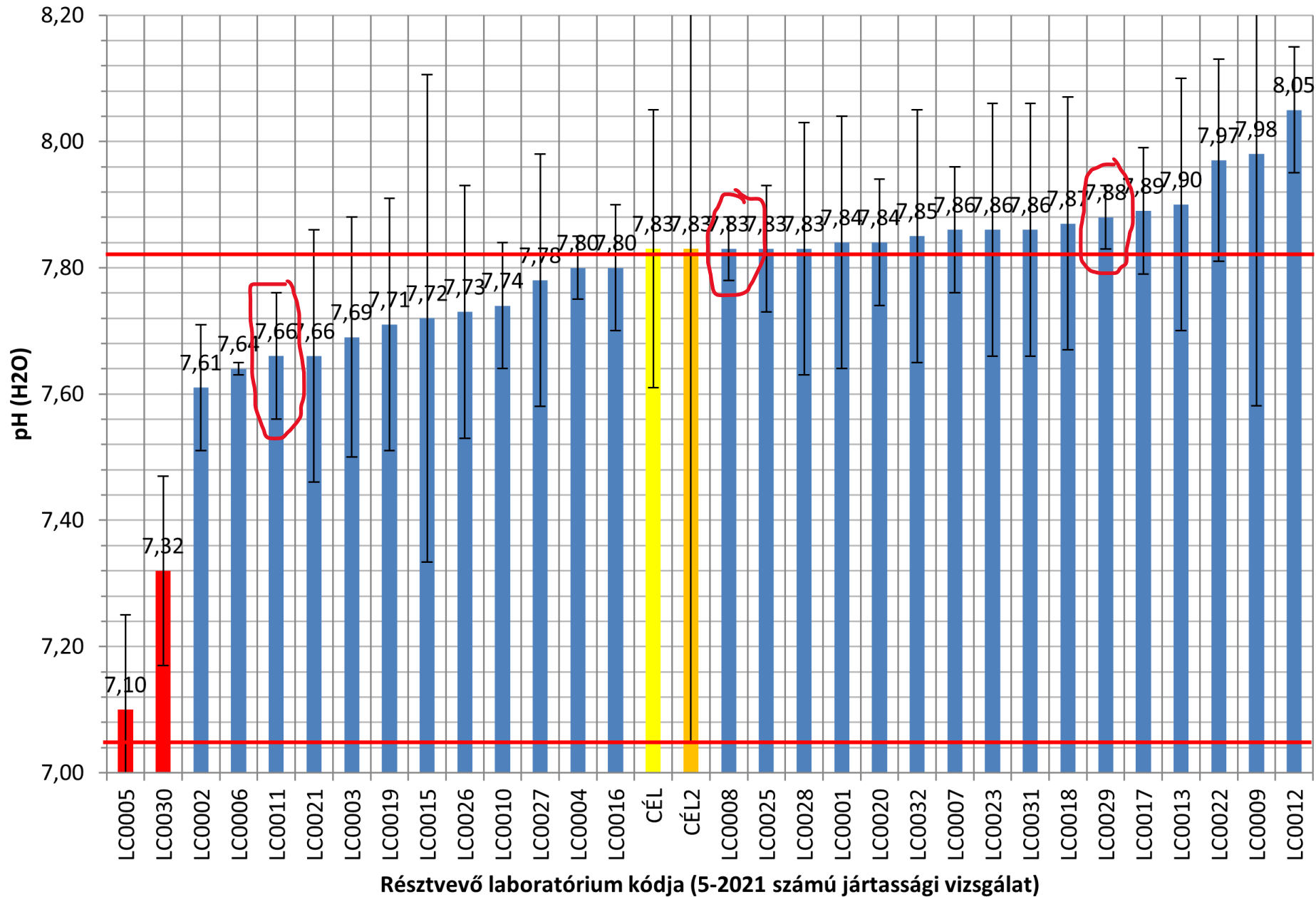
Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



Z-score és mérési bizonytalanság (k=2)



Számok

- A várható érték pH (H₂O) = 7,83
- Célszórás= 0,11 (1,42 %)
- Átlagos (relatív) mérési bizonytalanság= 0,15 (2%)
- 10%?
- 50% (DG SANTE ajánlás peszticid maradék esetén)

nébih

termőföldtől
az asztalig

KÖSZÖNÖM A FIGYELMET!