



termőföldről
az asztalig

Teljesítményparaméterek az akkreditálás és a hatósági eljárás során

dr. Nagy Attila igazgatóhelyettes

Stempelyné Antal Terézia minőségirányítási vezető

Sitkei András laboratóriumi mérnök

2017. április 26.

Magyarország – Nemzeti Akkreditáló Hatóság

- AZ EURÓPAI PARLAMENT ÉS A TANÁCS 765/2008/EK RENDELETE (2008. július 9.)
a **termékek forgalmazása tekintetében az akkreditálás és piacfelügyelet előírásainak megállapításáról**
- „„akkreditálás”: a nemzeti akkreditáló testület (hatóság) tanúsítása arról, hogy egy megfelelőség-értékelő szervezet megfelel a meghatározott megfelelőség-értékelési tevékenységek ellátásához a harmonizált szabványokban megállapított követelményeknek és amennyiben alkalmazandó, bármely további követelménynek, beleértve a vonatkozó ágazati szabályozásokban meghatározottakat is;”
- Hazai és nemzetközi gyakorlatban egyaránt piaci és jogi elvárás a vizsgálólaboratóriumok akkreditálása:
MSZ EN ISO/IEC 17025:2005 szabvány (továbbiakban: Rendszerszabvány) szerint



Körvizsgálatokban való részvétel szabályozása

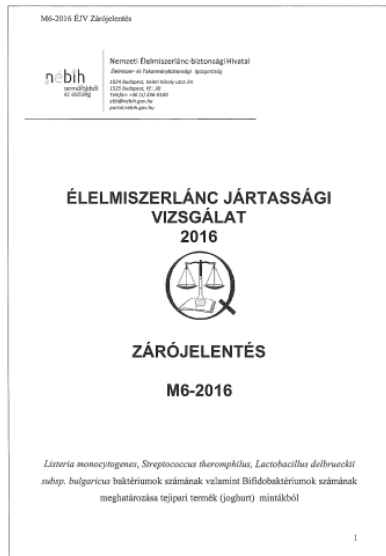
- **Rendszerszabvány** – 5.9. szakasz
- **NAR-03 szabályzat** – Szabályzat a jártassági vizsgálat és a laboratóriumok közötti összehasonlítás alkalmazásához az akkreditálási és a felügyeleti vizsgálati eljárásokban
- **EA-4/18** – INF útmutató jártassági vizsgálatokban való részvétel szintjéről és gyakoriságáról
- **ILAC-P9:06/2014ILAC** – Politika a jártassági vizsgálatokban való részvételről



Körvizsgálatok értékelései

- **ISO 5725-2:1994** - Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- **DIN 38402 A42** - Interlaboratory trials for method validation, evaluation (A 42)
- **NAÜ** - IAEA TEL által kidolgozott értékelési módszer, amelynél ha a célértéktől való eltérés nagyobb az előre meghatározott maximálisan megengedett eltérésnél (MARB) akkor az eredmény kiesett. Ha az eltérés kisebb, akkor a precizitás is vizsgálatra kerül. Ha ez is megfelelő, akkor az eredmény elfogadott
- Leggyakrabban használt kiértékelés eredménye a z-érték, ahol a nem-megfelelőség határértéke ± 3 z-érték.
- **A szórás célértéke** (target standard deviation)

Egyes körvizsgálat értékelési módszer nem követi azt a gyakorlatot, - amelyet néhány jártassági körvizsgálati séma alkalmaz - hogy a körvizsgálat résztvevőinek mérési eredményéből számított robusztus szórását tekinti célértéknek (σ_p). Ebben az esetben ugyanis a résztvevők körülbelül 95%-a $|z| \leq 2$ pontot, azaz megfelelő eredményt ér el, és így pont arról nem kap információt a résztvevő, hogy mérési eredményei a szándékának megfelelőek-e. A szórás célértékének (σ_p) a résztvevők számára előírt értéknek, nem pedig a résztvevők eredményéből számított értéknek kell lenni.



A szórás célértéke

- **A szórás célértékét** a Horwitz egyenletek szerint számítjuk:

- Ha $X < 120$ ppb
$$\sigma_p = \frac{0,22 \hat{X}}{ta}$$

- ha $120 \text{pp} \leq X \leq 13,8\%$
$$\sigma_p = \frac{0,02 (\hat{X})^{0,8495}}{ta}$$

- ha $X > 13,8\%$
$$\sigma_p = \frac{0,01 (\hat{X})^{0,5}}{ta}$$

- ahol a közös átlag dimenzió nélküli tömegarányban kifejezve, pl. 1 ppm = 10^{-6} vagy 1% = 10^{-2}

Minta megfelelősége I.

- **401/2006/EK rendelet szerint a tétel vagy altétel elfogadása** — elfogadható, ha a laboratóriumi minta elemzése azt mutatja – a visszanyeréssel és a mérési bizonytalansággal történő korrekció után –, hogy az adott mikotoxin-tartalom a felső határérték alatt van.
- **A BIZOTTSÁG (EU) 2015/705 RENDELETE** (élelmiszerek erukasav-tartalmának hatósági ellenőrzése)

A tétel vagy az altétel akkor fogadható el, ha a laboratóriumi minta analitikai eredménye nem haladja meg az 1881/2006/EK rendeletben meghatározott vonatkozó felső határértéket, figyelembe véve a kiterjesztett mérési bizonytalanságot és – amennyiben az analitikai módszer során extrakciót alkalmaztak – az eredmény visszanyerési korrekcióját.



Minta megfelelősége II.

- **657/2002/EK rendelet alapján** - egy elemzés eredménye akkor tekintendő nem megfelelőnek, ha az analitre vonatkozó megerősítő módszer döntési határértékét túllépik.

Amennyiben egy anyagra nézve engedélyezett határérték van kialakítva, úgy a döntési határértéket az a koncentráció jelenti, amely fölött $1 - \alpha$ statisztikai bizonyossággal dönthető el az, hogy az engedélyezett határértéket valóban túllépték.

$$CC_{\alpha} = X_{MRL} + \frac{t_{df, \alpha} S_r}{b} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{(X_{MRL} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

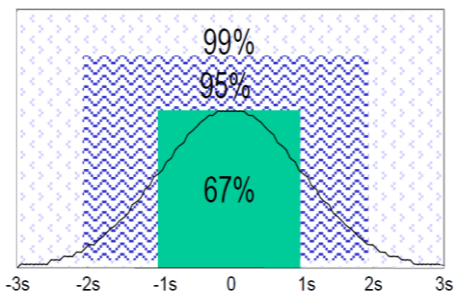
Bizonytalansági források az analitikában I.

A mérési bizonytalanság, a mérési eredményhez társított paraméter, amely a mérendő mennyiségnek megalapozottan tulajdonítható értékek szórását jellemzi (VIM 2012).

A mérési eredmény bizonytalansága azt tükrözi, hogy a mérendő komponensre vonatkozó ismeret nem teljes.

Mérési bizonytalanság meghatározásának menete:

1. Határozzuk meg a mérendő mennyiséget, továbbá azt a függvényt, amely szerint a mérendő mennyiség függ a mért paraméterektől.
2. Határozzuk meg a paraméterekhez tartozó bizonytalanságok nagyságát.
3. Számoljuk ki a standard bizonytalanságokat.
4. Az egyes bizonytalansági források nagyságának és a mérési függvény ismeretében számoljuk ki a teljes (kombinált) mérési bizonytalanságot.



Bizonytalansági források az analitikában II.

Bizonytalansági források meghatározásának menete:

1. Határozzuk meg a mérendő mennyiséget, továbbá azt a függvényt, amely szerint a mérendő mennyiség függ a mért paraméterektől.

Pl: a mérendő mennyiség egy mintában lévő komponens koncentrációja a függvény, mely megadja, hogy függ ez a mennyiség a paraméterektől

r : a keresett komponens koncentrációja a mintában [g/g]

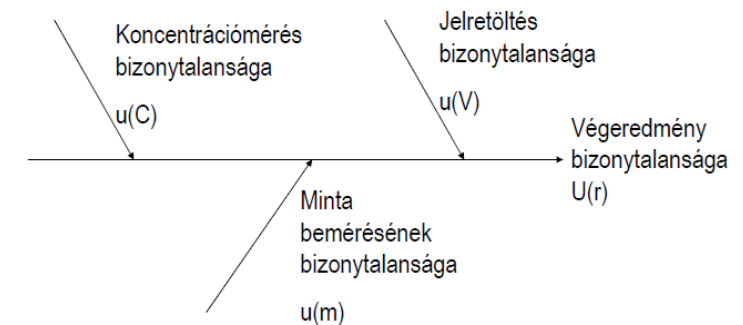
C_{old} : a mért koncentráció az oldatban [g/ml]

V_{old} : az oldat térfogata [ml]

M_b : a bemért minta tömege [g]

$$r = \frac{C_{old} \cdot V_{old}}{m_b}$$

- Halszálka diagram: Az egyetlen mérendő, azaz a kimenő mennyiség, több bemeneti mennyiség függvénye.



Bizonytalansági források az analitikában III.

2. Határozzuk meg a paraméterekhez tartozó bizonytalanságok nagyságát.

A bemeneti paraméterek becsléséhez tartozó mérési bizonytalanság A-típusú vagy B-típusú módszerrel határozhatóak meg.

A-típusú becslés: az adott mennyiség értéke több ismételt méréssel kerül meghatározásra. A mérési bizonytalanság a mérési sorozat statisztikai elemzésével számítható, ami a mérések korrigált tapasztalati szórásértéke.

Elegendő csak egyszer kiszámolni, ezután mindig lehet ezzel a modul bizonytalansággal számolni. A bizonytalanságként megadott érték korrigált tapasztalati szórása az átlagtól való átlagos eltérés normál Gaus-görbével írható le.

B-típusú becslés: külső adatok alapján kell számolni vele

- gyártó által adott bizonytalansági adatok (eszköz, standard oldat pl. 98% tisztaságú), kalibrálási bizonyítványokban található adatok (súly sorozat), alkalmazott műszerek, eszközök jellemzőivel kapcsolatos tapasztalati tényező, irodalmi adatok, kézikönyvi adatokhoz tartozó bizonytalanságok

Bizonytalansági források az analitikában IV.

3. Számoljuk ki a standard bizonytalanságokat.

- **A-típusú becslés** esetén: ez a bizonytalanságként meghatározott érték, vagyis a mért értékek (korrigált tapasztalati) szórása.
- **B-típusú becslés** esetén: A bizonytalanságot nem mi mérjük, hanem külső adatok alapján áll rendelkezésünkre

4. Egyes bizonytalansági források nagyságának és a mérési függvény ismeretében a teljes (kombinált) mérési bizonytalanság kiszámolása

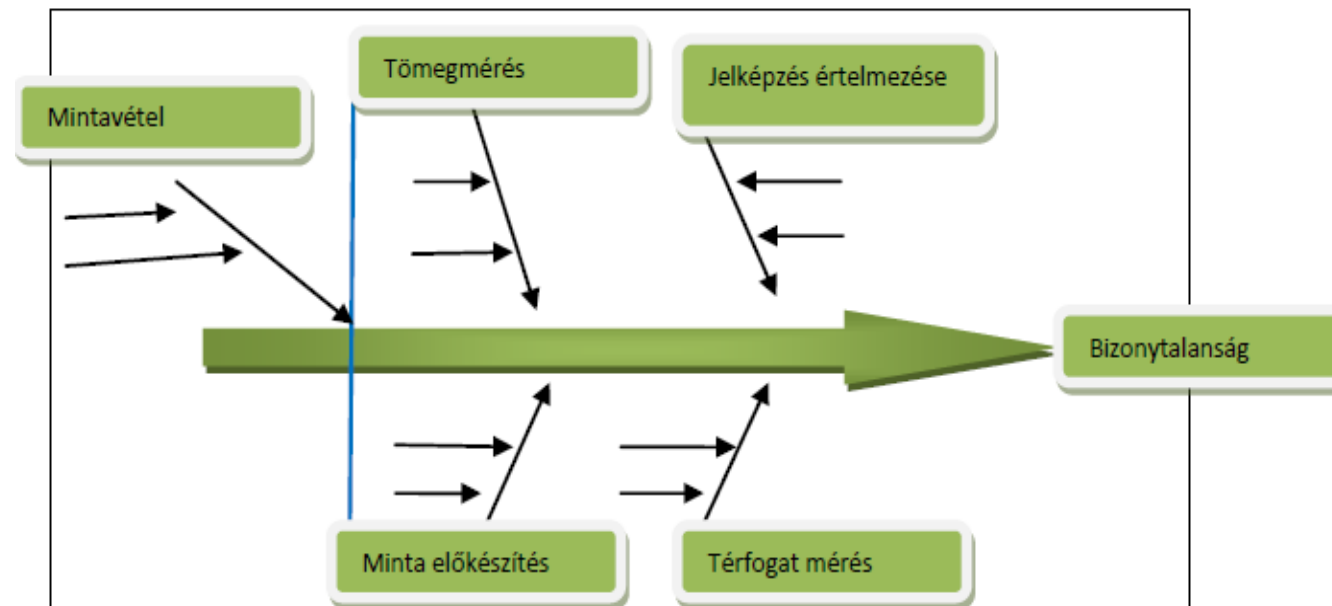
A végeredmény és a változók között függvénykapcsolat van, amely számszerűsíti, hogy melyik hiba milyen arányban jelenik meg a végeredményben, az egyes hibák mennyire befolyásolják a végeredményt.

Rangsorba kell állítani a hibákat, a felső és alsó 20% a domináns hiba, amit standard bizonytalansággal számolunk ki.

MSZ EN ISO/IEC 17025:2005

5.4.6.2. szakasz

- A vizsgálólaboratóriumoknak legyenek olyan eljárásaik, amelyek alkalmasak a mérési bizonytalanság becslésére, és ezeket az eljárásokat alkalmazniuk kell.



A mérési bizonytalanság becslése 1.

- **Valódi érték** - nagyságát általában nem ismerjük, a mérésekkel csak közelítjük, a mérések átlagával ($\bar{x}$) becsüljük.
- **Az átlagérték korrigált tapasztalati szórása ($s_{\bar{x}}$)** - a mérési bizonytalanság közelítéséhez használjuk:

$$s_{\bar{x}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

- **Kiterjesztett mérési bizonytalanság (konfidencia intervallum) (U)**
- Amikor a Laboratórium az ügyfél kérésére mérési bizonytalanságot ad meg, akkor a 95%-os valószínűségnek (p) megfelelő kiterjesztett bizonytalanságot (U) érti alatta
$$U = t \times s_{\bar{x}}$$
- ahol t , a Student-függvény megfelelő táblázatból kikeresett, $n-1$ szabadsági fokhoz tartozó értéke

A mérési bizonytalanság becslése 2.

- Ha az ügyfél kéri a mérési bizonytalanság megadását, akkor legalább 5 párhuzamos vizsgálatot végzünk a homogén laboratóriumi mintából, a beméréstől kezdve, és feljegyezzük a mérési eredményeket.

- Kiszámítjuk a mérési eredmények korigált tapasztalati szórását (s_x) ($n = 5$)

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

- Az átlagértékek korigált tapasztalati szórását a példában:

$$s_{\bar{x}} = \frac{1}{\sqrt{5}} \sqrt{\frac{0,0434}{5-1}} = 0,04658$$

$t_{95\%}$ érték ($n=5$ esetén $t_{95\%}=2,8$)

- Kiszámítjuk a konfidencia intervallumot (U): $U = t_{95\%} \times s_{\bar{x}} \quad U = 2,8 \times 0,04658 = 0,1304 \cong 0,13$

- A példa esetén az eredmény: $\bar{x} \pm U \quad (4,41 \pm 0,13) \text{ mg/kg.}$

- A mérési eredmény ilyen formában való megadásának a jelentése az, hogy a valódi érték 95% valószínűséggel 4,28 mg/kg és 4,54 mg/kg között van

	Mérési eredmények (x_i) mg/kg
1	4,53
2	4,28
3	4,35
4	4,39
5	4,50
	Átlag = 4,41

A hatósági ellenőrzés jogi háttere

- AZ EURÓPAI PARLAMENT ÉS A TANÁCS 882/2004/EK RENDELETE (2004. április 29.) a takarmány- és élelmiszerjog, valamint az állat-egészségügyi és az állatok kíméletére vonatkozó szabályok követelményeinek történő megfelelés ellenőrzésének biztosítása céljából végrehajtott hatósági ellenőrzésekről
- 2008. évi XLVI. törvény alapján, a hatósági ellenőrzés célja annak megállapítása, hogy az élelmiszerek, valamint az élelmiszer-előállítás és élelmiszer-forgalmazás során velük érintkező személyek, tárgyak, anyagok megfelelnek-e a fogyasztók egészségének, érdekeinek és a piaci verseny tisztaságának védelmére vonatkozó jogszabályoknak.
- A hatósági ellenőrzésnek ki kell terjednie minden belföldön előállított és forgalomba kerülő élelmiszerre, függetlenül attól, hogy azt hol állították elő.
- A hatósági ellenőrzés kiterjed az élelmiszer-előállítás, az országba való behozatal és az élelmiszer-forgalmazás minden szakaszára.



Hatósági eljárás



- Milyen bizonyíték használható fel a tényállás tisztázására?
- Az 2008. évi XLVI. törvény alapján, az élelmiszer-ellenőrző hatóság által felhatalmazott és szolgálati igazolvánnyal ellátott személyek végzik
- A szemlét végző személy mintavételt eszközölhet, egyéb bizonyítást folytathat le
- A vizsgálathoz szükséges mértékben, térítésmentesen mintát vehetnek és azt elszállíthatják. Az ellenőrzött kérésére – néhány speciális eset kivételével - ellenmintát kell venni.
- A mintavételről a helyszínen jegyzőkönyvet kell készíteni.

Hatósági eljárás jogi eszközei

- Olyan bizonyíték használható fel, amely alkalmas a tényállás tisztázásának megkönnyítésére
- Bizonyítási eszközeinek egyike a mintavétel
- Bizonyíték különösen:
 - Ügyfél nyilatkozata
 - Irat
 - Tanúvallomás
 - Szemléről készült jegyzőkönyv
 - Tárgyi bizonyíték
- A szemle során szemlét végző személy hatásköre gyakorlásának keretei között a megfigyelni kívánt területre, építménybe és egyéb létesítménybe beléphet, ott a szemle tárgyával összefüggő bármely iratot, tárgyat, munkafolyamatot megvizsgálhat, a szemletárgy birtokosától és a szemle helyszínén tartózkodó bármely más személytől felvilágosítást kérhet, a helyszínről, a szemletárgyról, folyamatokról fényképet vagy kép- és hangfelvételt készíthet, mintavételt eszközölhet, továbbá egyéb bizonyítást folytathat le.



Laboratóriumok az Éltv. hatósági ellenőrzésében

- Jogvita eldöntésére nem állami laboratóriumban végzett vizsgálat csak akkor használható fel, ha a nem állami laboratórium működését az élelmiszerlánc-felügyeleti szerv engedélyezte.
- Az élelmiszerlánc-felügyeleti szerv a hivatalból indított eljárásában hozott döntéseinek megalapozásához szükséges laboratóriumi vizsgálathoz állami laboratóriumot vehet igénybe. Amennyiben kapacitás hiánya miatt nem vehető igénybe állami laboratórium, az élelmiszerlánc-felügyeleti szerv az adott vizsgálatra akkreditált nem állami laboratóriumot is igénybe vehet laboratóriumi vizsgálat elvégzéséhez.

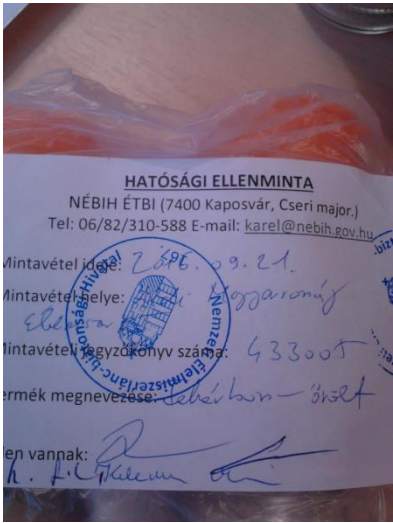
Ellenminta a hatósági eljárás során

- Engedélyezett és akkreditált vizsgálólaboratóriumban kell elvégeztetni az ellenminta vizsgálatát

Ellenminta eltérő eredménnyel zárult vizsgálata során a hatóság megvizsgálja:

- Engedélyezett és akkreditált (egyenértékű) laboratóriumban történt-e a vizsgálat
- A vizsgálati módszerek azonosak, egyenértékűek voltak-e
- Egyenlő eredményeket kaptak-e

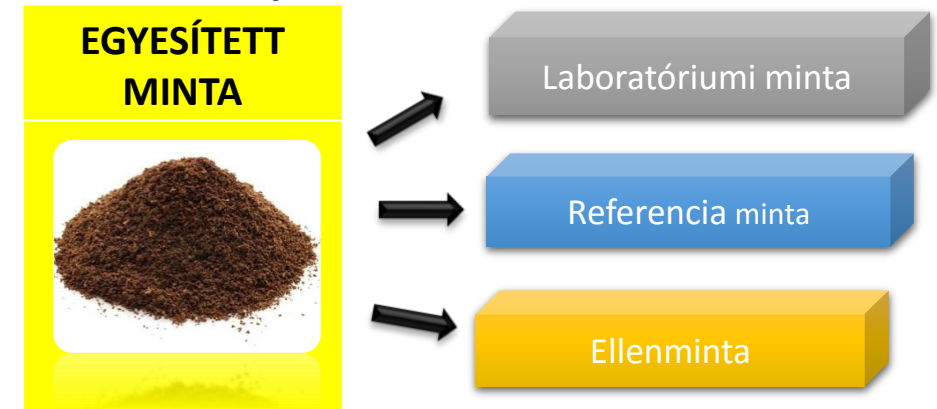
Két mérési eredmény akkor tekinthető elfogadhatónak, ha a két laboratórium mérési tartományai átfedik egymást.



A minta és ellenminta eredményeinek összehasonlítása

Két mérőssorozat várható értékének összevetése

1. Szórások összehasonlítása
2. Szórások azonossága esetén t statisztika (Excel Analysis ToolPak)
3. Eltérő szórások esetén Welch próba (t-érték számítása)



Ha a kiszámolt t-érték eléri vagy meghaladja a táblázati t-értéket (szabadsági fok, valószínűség), akkor a két közép érték különböző – **ebben az esetben szükséges a harmadik döntő minta vizsgálata**



Eltérő ellenminta vizsgálati eredmény

- Amennyiben van döntő minta, ennek vizsgálata eldöntheti a tétel sorsát
- Azonban a harmadik vizsgálat, szintén járhat az előző két vizsgálattól eltérő eredménnyel

Ebben az esetben, nem áll fenn megdönthetetlen bizonyíték, így kiegészítő bizonyításra, ismételt mintavételre és vizsgálatokra van szükség.

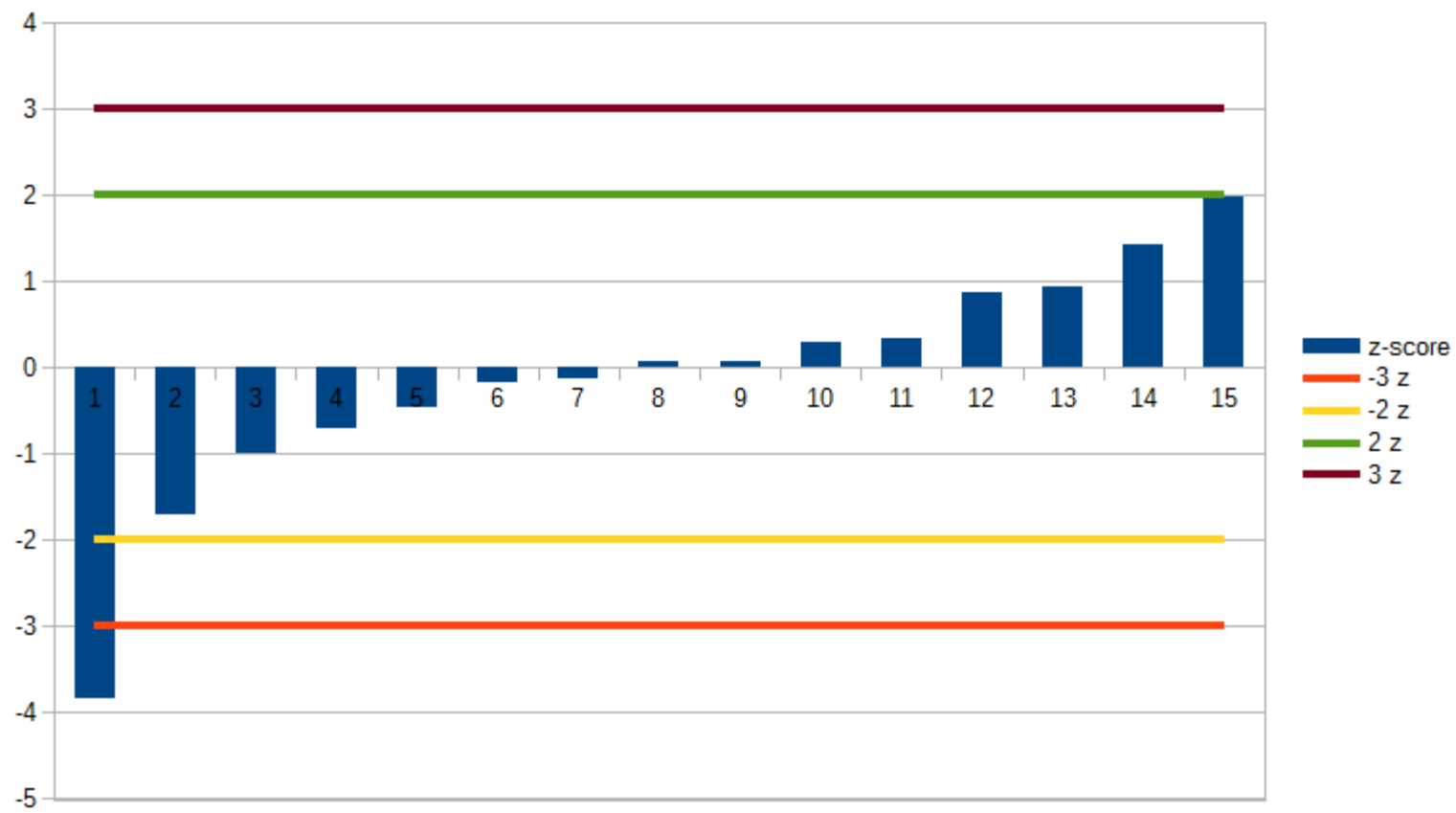
A hatóság az ELŐVIGYÁZATOSSÁG ELVE alapján, a szükséges intézkedést meghozza

- Forgalomból kivonás a bizonyítás végéig

Az intézkedéssel okozott kár sem kártérítési, sem kártalanítási igényt nem keletkeztet, ezért a birtokos számára ezek meg nem térülő veszteséget jelentenek.



Körvizsgálat z-score



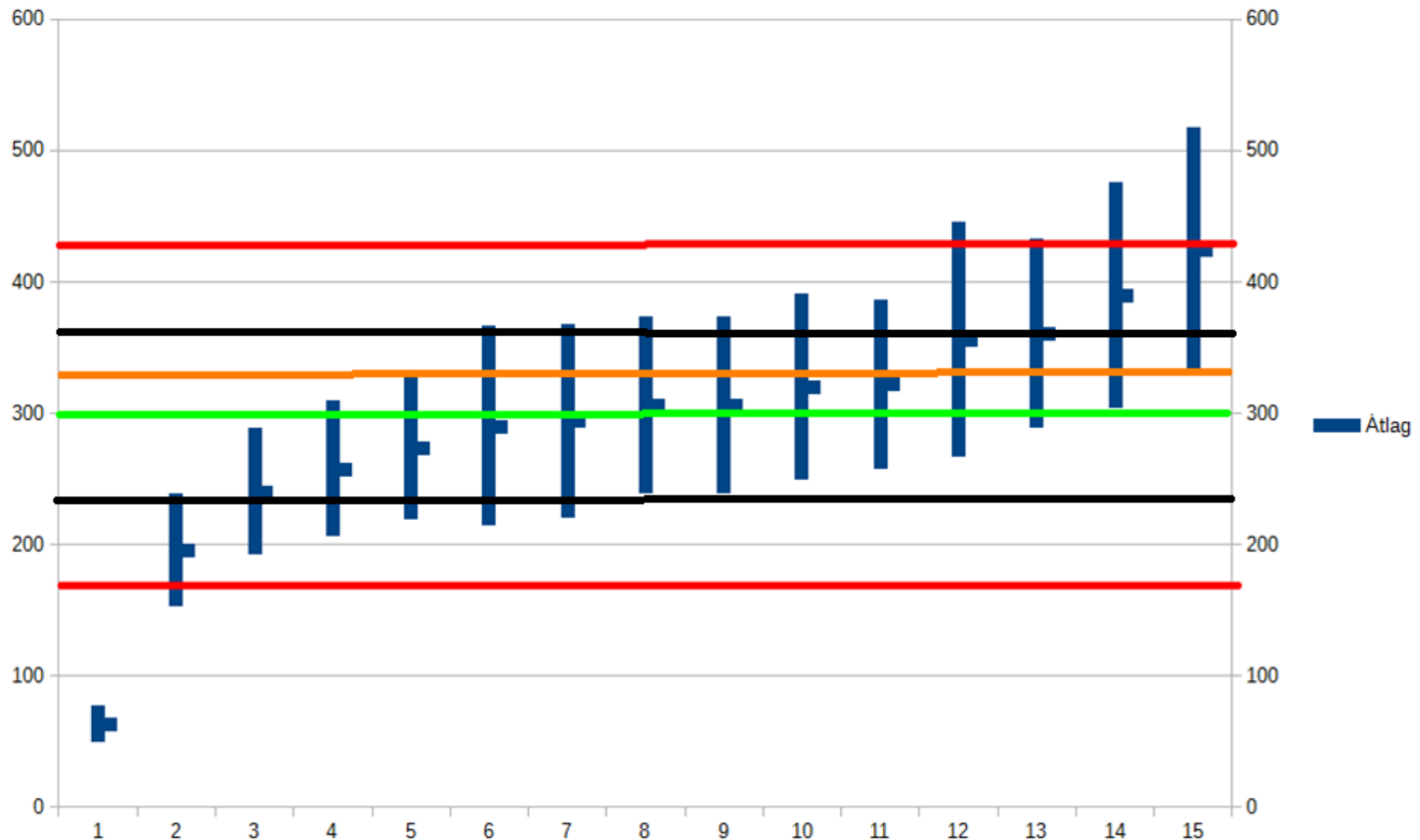
Mérési eredmények

Eredmények száma:	15	Hozzárendelt érték (robosztus átlag):	301,25
Átlag :	293,18	Hozzárendelt érték szórása (robosztus szórás):	70,45
Szórás:	86,02	Robosztus r.s.d. %:	23,38
CV%:	29,34	Hozzárendelt érték bizonytalansága u(x):	22,74
Medián:	306	Célszórás sd (Horwitz):	57,72

átlag U: 64,6

X	U
63,4	13,9
195,6	43,0
240	48,0
257,7	51,5
273	54,0
290	76,0
294	73,5
306	67,3
306	67,3
320	70,4
322	64,4
356	89,0
360	72,0
390	85,8
424	93,3

Mért értékek az elfogadási tartománnyal és a mérési bizonytalansággal



Összefoglalás

- **1. Statisztikai elemzés:** a minta és az ellenminta mérési eredménye azonosnak tekinthető
- Eldöntés: kétmintás t-próba és Welch próba
- A kétmintás F-próba és a t-próba végrehajtásához szükségesek a párhuzamos mérések egyedi adatai
- **2. Hatósági értékelés:** a minta és az ellenminta mérési eredménye azonosnak tekinthető, ha a mérési tartományok átfedik egymást. Ezután a minta minősítését kell összevetni:
 - **A. Hatósági döntés:** a minta akkor nem megfelelő, ha a középérték a konfidencia intervallum figyelembe vételével meghaladja a határértéket
 - **B. Ideális előállítói döntés:** a maximális biztonság érdekében akkor fogadja el a terméket megfelelőnek, ha a középérték a konfidencia intervallum figyelembe vételével a határértéknél kisebb

Köszönöm szépen a figyelmet!

dr. Nagy Attila

E-mail: nagyattila@nebih.gov.hu