

# Élelmiszeranalitikai vizsgálati szabványok minőségbiztosítása

Nagy Edit

Magyar Szabványügyi Hivatal, ISO/TC 34 Titkárság, Budapest

Érkezett: 1990. november 8.

Az élelmiszerkereskedelem a különböző népek, országok, földrészek között szinte a történelem előtti időkre nyúlik vissza. A kereskedelem fejlődésével mindinkább előtérbe kerültek a minőségi szempontok, melyeket szerződésben kötöttek és kötnek ki. Vita esetén szükség van a megállapodás szerinti paraméter egyezményes vizsgálatra, erre szolgálnak az élelmiszeranalitikai szabványok (ICC, IDF, IFJU stb.) és regionális vagy az egész világra kiterjedő szabványosítási szervezetek (AOAC, FAO/WHO Codex Alimentarius, ISO) készíteneik. Kezdetben olyan módszereket szabványosítottak, melyeket hosszú évtizedek gyakorlata próbált ki, és az általános tapasztalat alapján meg lehetett egyezni, hogy milyen eltérések engedhetők meg a vizsgálati eredményekben ahhoz, hogy a termék minősége felől egyértelműen dönteni lehessen.

Az utóbbi évtizedekben az élelmiszerkereskedelem a hatalmas konkurenciaharc és az igényes piacokon egyre lényegesebb szerephez jutó egészségvédelmi szempontok miatt mind több és több paramétert kell garantálni. Vizsgálatukhoz szükség van nemzetközileg elfogadott szabványokra, melyek sok esetben a legkorszerűbb technikát is felhasználják. Természetszerűen itt már nem lehet évtizedek ösztönös tapasztalatára támaszkodni, tudatos minőségbiztosításra van szükség az analitikai szabványok megalkotásakor.

Ennek legfontosabb eszköze a körvizsgálat, melyet a módszer kidolgozása után először szűkebb körben, néhány laboratórium részvételével, esetleg metodikai variációk összevetésével végeznek el. Az így kialakított szabványtervezetet - miután nemzetközi szinten is megvitatták és minden részletében megállapodtak - nemzetközi körvizsgálataik szervezését és az eredmények statisztikai kiértékelését az ISO 5725 "Vizsgálati módszerek pontossága - Szabványos vizsgálati módszer ismételhetőségének és reprodukálhatóságának meghatározása körvizsgálat útján" c. szabvány vagy azzal tartalmilag azonos saját előírásaik szerint végzik. Ez azt jelenti, hogy az analitikai módszer minőségi jellemzőjeként két értéket, az ismételhetőséget ( $r$ ) és reprodukálhatóságot ( $R$ ) értékeit tartják döntőnek. Az ISO 5725-ben megadott definíciók szerint  $r$  az az érték, melyet a módszerrel végzett két független vizsgálat eredménye közötti abszolút eltérés 95% valószínűséggel nem halad meg, ha a vizsgálatokat ismételhetőségi feltételek mellett (tehát megegyező mintán, azonos módszerrel, azonos személy azonos laboratóriumban azonos felszerelést használva, párhuzamosan vagy rövid időn belül) végzik el. Hasonlóan  $R$  az az érték, melyet a módszerrel végzett két független vizsgálat eredménye közti abszolút eltérés 95% valószínűséggel nem halad meg, ha a vizsgálatok reprodukálhatósági feltételek mellett (tehát megegyező mintán, azonos módszerrel, más személy más laboratóriumban másik felszerelést használva) végzik el.

Napjaink élelmiszervizsgálati szabványok nemzetközi elfogadása általában csak körvizsgálati eredmények birtokában lehetséges. Vita alakult ki azonban arról, hogy miképpen foglalják bele a körvizsgálati eredményeket a vizsgálati leírásokba, milyen

módon utalnak a laboratóriumon belüli, illetve a laboratóriumok közötti megengedhető legnagyobb eltérésre?

A jelenlegi ISO (és hasonlóan a magyar) gyakorlat a vizsgálati leírásban eleve két párhuzamos vizsgálat elvégzését tartalmazza, és az eredmény kiszámításánál a párhuzamos eredmények átlagértékét számolja ki azzal a feltétellel, hogy az eredmények közti eltérés az ismételtelhetőség ( $r$ ) értékét nem haladja meg. Az utóbbi éveken azonban - mióta a laboratórium akkreditálási rendszer főként a fejlett ipari országokban széles körben elterjedt - mind többen vitatják a két párhuzamos vizsgálat elvégzésének szabványban történő előírását. Ismeretes ugyanis, hogy a gyakorlatban számos esetben (pl. nagysorozatú termékellenőrzés, üzemi közti sorozatvizsgálatok) nem végeznek párhuzamos vizsgálatot, és - éppen a statisztikai számításokra hivatkozva - csak a kiugró eredményeket felmutató mintákat mérik meg újra. Az akkreditált laboratórium azonban kötelezettséget vállal, hogy mindenkor szabvány szerint vizsgál, és mivel a szabvány két párhuzamosat ír elő kénytelen elvégezni a sokszor felesleges, többletköltséget okozó ismétléseket. Ezért felmerült az az igény, hogy a szabvány kötelező, normatív része csak az eljárás leírását tartalmazza, és ne utaljon a párhuzamosok számára, hiszen a parallel vizsgálat nem más, mint a körvizsgálat által már megállapított  $r$  érték ellenőrzése az adott laboratórium szintjén. Ezért a laboratórium vezetésére kell bízni, hogy a vizsgálat céljának vagy egyéb tényezőknek megfelelően maga döntsön arról, milyen gyakorlatiassággal kívánja ezt az ellenőrzést elvégezni. Ezzel szemben mások azon a véleményen vannak, hogy a nemzetközi szabványnak mindig döntő vizsgálati módszert kell rögzítenie, amelynek feltétele a minimálisan két párhuzamos vizsgálat elvégzése.

A kérdéssel a IUPAC által szervezett "Körvizsgálatokkal szabványosított módszerek elfogadásának és szerkesztésének összehangolása" elnevezésű nemzetközi munkacsoport is foglalkozott, és jelenlegi - nem végleges - álláspontja szerint az analitikai vizsgálati szabvány szorítkozzon mindazon információk leírására, melyek a vizsgálat egyszeri elvégzéséhez és a nyert eredmény kiszámításához szükségesek. Ezen túlmenően legyen ellátva informatív, ún. minőségbiztosítási fejezettel, melynek két részre kell tagolódnia. Az első rész általános elveket tartalmazzon (a pontosság meghatározására szolgáló eljárásokat stb.), a második rész pedig az adott módszerre vonatkozó adatokat ( $r$  és  $R$  érték, érzékenység, "bias" érték stb.). A munkacsoport tevékenysége jelenleg is folytatódik.

Az ISO keretén belül az élelmiszerszabványosítással a 34. számú "Mezőgazdasági élelmiszertermékek" Műszaki Bizottság foglalkozik, melynek Titkárságát az ISO megbízásából a Magyar Szabványügyi Hivatal működteti. A Műszaki Bizottság szabványállománya mintegy 400, zömmel élelmiszervizsgálati szabvány. Évente kb. 20 új vagy átdolgozott eljárás jelenik meg. A Titkárság most azzal a problémával került szembe, hogy a fentiekben vázolt vita veszélyezteti az ISO élelmiszeralitikai szabványainak egységes műszaki szemléletét, mivel egyes albizottságok ragaszkodnak a parallel vizsgálatok elvégzésének normatív előírásához, tekintettel arra, hogy ez a jelenlegi gyakorlat, mások viszont az IUPAC munkacsoport véleményét teszik magukévá.

Az ISO/TC34 Titkársága, és a Műszaki Bizottság keretében működő Kiadói Bizottság, tekintetbe véve, hogy a IUPAC munkacsoport végleges álláspontjának 160

kialakítása és a vonatkozó általános ISO előírások annak alapján történő átdolgozása még hosszú éveket vehet igénybe, és az ISO élelmiszevizsgáló szabványok egységességét ez idő alatt is kívánatos biztosítani, kidolgoz és a tagállamok elé terjeszt egy átmeneti szerkesztési modellt.

E modell abból indul ki, hogy a szabványos vizsgálat elvégzésével mindenkor egy független vizsgálati eredmény (single test result) legyen nyerhető. A vizsgálati módszerek természetesen különböznek, és számos esetben csak az egyes vizsgálati lépések vagy akár az egész eljárás megismétlésétől és az eredmények átlagolásától várható biztonságos eredmény. Ilyen esetben a műszaki szempontok szemellettartásával ezeket az ismétléseket a vizsgálati módszer részeként le kell írni, de az így kapott eredményeket csak köztes (intermediate) eredménynek tekinthetjük, és az átlagolásukkal nyert érték tekintendő egy független vizsgálati eredménynek. Úgy gondoljuk pl., hogy a teljes eljárás ilyen megismétlése (a beméréstől kezdve) a modern mérlegek nagy pontosságát figyelembevéve csak egyes kivételes esetekben lehet szükséges, ha olyan paramétert mérünk, mely a laboratóriumi mintában egyenetlenül oszlik el, és a minta biztonságos homogenizálása nem lehetséges, így illékony zárványok meghatározása esetén vagy egyes mikrobiológiai vizsgálatoknál. Más esetekben, pl. bizonytalan vizuális végpontjelzésű titrálásoknál elegendő lehet a titrálás többszöri megismétlésének előírása, egy bemérésből, azonos standard nélkül dolgozó kromatográfiai eljárásoknál stb. A fenti példák azt kívánják szemléltetni, hogy az eddigi automatikusan előírt két párhuzamos vizsgálat helyett az egyes vizsgálati lépések megismétlésének előírásaival a szakértői szempontok jobban érvényre juttathatók. Mindezen esetekben lehetséges, sőt szükséges a köztes (intermediate) eredményekre vonatkozó elfogadhatósági kritériumok megadása a szabványban, azonban ezeknek előzetes tanulmányokon kell alapulnia, és nem nyerhetők a körvizsgálatokból, mivel ott a köztes eredményekből számított egyes vizsgálati eredmények (single test result) összehasonlításából nyerik a korábban ismertetett definíció szerinti ismételhetségi és reprodukálhatósági értékeket.

Mindebből következik, hogy míg a szabvány normatív (kötelező) része az egy vizsgálati eredmény nyeréséhez szükséges eljárást rögzíti, a módszer minőségbiztosítását jellemző körvizsgálati adatokat (minták jellemzése, résztvevő laboratóriumok száma, mért paraméterre kapott átlagérték,  $r$  és  $R$  érték, ezek szabvány-eltérése és variációs koefficiense) informatív mellékletben táblázatosan adjuk meg. Ezen kívül javasoljuk a mellékletben a definíció szerint szövegesen is megadni az  $r$  értéket, annak kiemelésére, hogy a körvizsgálattal nyert  $r$  érték parallel vizsgálatokkal történő ellenőrzése egy laboratóriumon belül már nem a módszer kontrollját jelenti, hanem alkalmas az adott laboratórium munkájának minőségbiztosítására. Ha a laboratórium a vizsgálatot több párhuzamban kívánja elvégezni, és bizonylatára az egyes vizsgálati eredmények (single test results) átlagértékét, az un. végső számított eredményt (final quoted test result) vezeti fel, akkor erre a bizonylaton utalni kell.

Az informatív részben ugyancsak szövegesen is megadott  $R$  érték nemcsak az egyes vizsgáló laboratóriumok eredményeinek összehasonlító szempontjából fontos, hanem támpontot nyújt arra is, hogy az adott terméket egy hibahatáron kívül minősítsék, minőségi kifogással éljenek, árakat kalkuláljanak stb.

Az itt ismertett modell-javaslatot az ISO/TC 34 Titkárság azzal a megfontolással is terjeszti a tagállamok elé, hogy az élelmiszeranalitikusok véleményéből remélhetőleg kialakuló közös állásfoglalás nemcsak a TC 34 szabványainak átmeneti egységesítésében lesz alkalmazható, hanem adaptálva a kémiai vizsgálatok egyéb területeire is, hozzájárul az ISO-ban, ill. a IUPAC munkacsoportban végzett harmonizáló munka sikeréhez.

Kérjük és várjuk a magyar szakemberek véleményét és állásfoglalását.

## Irodalom

- [1] ISO 5725-1986 Precision of test methods - Determinations of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- [2] The harmonization of protocols for the adoption of standardized analytical and for the presentation of their performance characteristics. Report of the 2. IUPAC Harmonization Workshop, prepared by W.P. Pocklington, 1990.

### **Élelmiszeranalitikai vizsgálati szabványok minőségbiztosítása**

*Nagy Edit*

Az analitikai szabványok minőségbiztosítása körvizsgálatok útján történik, melyek az adott módszer ismételhetőségi ( $r$ ) és reprodukálhatósági ( $R$ ) értékeit határozzák meg. Mind az ISO, mind a magyar élelmiszeranalitikai szabványokban a jelenlegi gyakorlat szerint kötelezően előírják két párhuzamos vizsgálat elvégzését, és végeredményként azok átlagértékét adják meg, amennyiben eltérésük az  $r$  értéket nem haladja meg. Nemzetközi vélemények alapján az ISO/TC 34 "Mezőgazdasági élelmiszertermékek" Műszaki Bizottságának Titkársága és Kiadói Bizottsága azt javasolja, hogy a jövőben a szabvány normatív része csak a vizsgálati módszert írja le, és ne utaljon a párhuzamos vizsgálatok számára, a minőségbiztosítást szolgáló körvizsgálati eredményeket pedig informatív mellékletben adják meg.

### **Quality assurance of food analytical standards**

*Nagy, E.*

Quality assurance of analytical standards is performed through interlaboratory tests, determining the repeatability ( $r$ ) and reproducibility ( $R$ ) values of the given method. According to present practice, both ISO and Hungarian food analysis standards prescribe compulsorily the performance of determinations in duplicate and the final result is given as their average if the difference is not higher than the " $r$ " value. On the basis of international opinions, the secretariate of Technical Committee and the Editorial Board of ISO/TC 34 "Agricultural food products" proposes that the normative part of standards should describe only the investigation method, not referring to the number of parallel determinations; the result of interlab test results, serving for quality assurance should be given in an informative supplement.

## Обеспечение качества стандартов по аналитическому испытанию пищевых продуктов

*Э. Надь*

Обеспечение качества аналитических стандартов осуществляется путем проведения межлабораторных испытаний, которые определяют величины повторяемости ( $r$ ) и сходимости ( $R$ ) данного метода. Соответственно современной практике как в стандартах ИСО, так и в венгерских стандартах по аналитическому испытанию пищевых продуктов в обязательном порядке предписывается проведение двух параллельных и в качестве результата испытаний дается их средняя арифметическая величина, при условии, что их расхождение не превышает величину  $r$ . На основе международных мнений, секретариат технической комиссии ИСО/ТЦ 34 „Сельскохозяйственные продукты и продукты питания“ и издательская комиссия предлагают, чтобы в будущем нормативная часть стандарта должна содержать лишь только описание метода испытания и не должна ссылаться на проведение параллельных испытаний, а обеспечивающие качество результаты межлабораторных испытаний будут приведены в информационном приложении.

### Qualitätssicherung der lebensmittelanalytischen Methodenstandards

*Nagy, E.*

Die Qualitätssicherung von analytischen Methodenstandards erfolgt in Form von Ringversuchen, wodurch die Wiederholbarkeit ( $r$ ) und Vergleichbarkeit ( $R$ ) ermittelt werden können. Sowohl die ISO als auch die ungarischen lebensmittelanalytischen Standards schreiben nach der gegenwärtigen Praxis die Durchführung von zwei Paralleluntersuchungen vor und geben deren Mittelwert als Endergebnis an, wenn die Abweichung nicht größer ist als  $r$ . Aufgrund von internationalen Expertenmeinungen schlagen das Sekretariat und der Verlagsausschuß der ISO/TC 34 "Landwirtschaftliche Lebensmittelprodukte" vor, daß künftig der verbindliche Teil nur die Untersuchungsmethode beschreibt und auf die Anzahl der Paralleluntersuchungen nicht verweisen sollte sowie daß die Ringversuchsergebnisse für die Qualitätssicherung in einer informativen Anlage angegeben werden sollten.