



A kép illusztráció / Picture is for illustration only

Növényvédőszer-maradék vizsgálata Magyarországon 1967 és 2015 között*

* Jelen kéziratból a szerzők plenáris előadást tartottak a 62. Növényvédelmi Tudományos Napok keretében, 2016. február 16-án a Magyar Tudományos Akadémia Nagytermében.

1. Összefoglalás

A korszerű nagyüzemi növényvédelem nemzetközi szinten is példamutató kialakításával közel egyidőben szükségessé vált a növényvédőszer-maradékok koncentrációjának ellenőrzése a kezelt terményekben, talajban és felszíni vizekben. A korszerű műszerekkel felszerelt vizsgálólaboratóriumok fiatal, jólképzett és lelkes munkatársi gárdája az OÉTI módszereit folyamatosan továbbfejlesztette, és kidolgozta a sokrétű vizsgálati feladatoknak megfelelő eljárásokat, aminek eredményeként már 1976-ban kiadtuk a 4 kötetes egységes módszergyűjteményt, 1978-tól pedig már számítógépesen dolgoztuk fel és értékeltük a vizsgálati eredményeket.

Rendszeres továbbképzéssel és szigorú minőségbiztosítási követelményeket támasztva biztosítottuk, hogy a 20 vizsgálólaboratórium eredményei összehasonlíthatók legyenek. Ilyen metodikai háttérrel és magas szintű szakmai ismeretekkel rendelkező hálózat munkatársainak nem jelentett problémát a nemzetközi követelményeknek megfelelő Helyes laboratóriumi gyakorlat (GLP) szerinti, továbbá az ISO17025 követelményeknek megfelelő akkreditáció megszerzése, az Európai Unióhoz történt csatlakozást követően pedig a nemzetközi kongresszusokon és körvizsgálatokban a kiemelkedő szereplés.

Az ország gazdasági helyzete azonban nem tette lehetővé a nagyszámú vizsgálólaboratórium fenntartását. A vizsgálatok koncentrálását és a kevesebb, de nagyobb létszámú laboratórium működtetését indokoltá tette a nagyteljesítményű, drága műszerek optimális kihasználása is.

A laboratóriumok számának csökkentése a 90-es évek elején kezdődött, jelenleg 4 laboratórium 37 fővel, évente közel hat- hétezer mintaszámmal végzi a növényi és állati eredetű élelmiszerek, takarmányok növényvédőszer-maradék tartalmának ellenőrzését, valamint korlátozott számban környezet szennyezést feltáró vizsgálatokat is.

A vizsgálati követelmények fokozatosan növekednek. Napjainkban egy szermaradék-vizsgáló laboratóriumtól elvárják, hogy a mintákat 400-500 különböző szer maradárára és a toxikus metabolitjára vizsgálják meg napokon belül. Ezeknek az elvárásoknak csak a legkorszerűbb műszerekkel lehet eleget tenni, és e tekintetben komoly elmaradásunk van. Az EU átmeneti támogatási program keretében 2008-ban végrehajtott műszerfejlesztést és a kapcsolódó továbbképzést követően érdemi fejlesztésre és szervezett továbbképzésre nem, vagy csak igen korlátozott mértékben került sor. A 9-16 éves, a várható élettartamuk végső határán lévő műszerek cseréjére és a – folyamatosságot biztosító szerencsére zömében fiatal – munkatársi gárda rendszeres továbbképzésére haladéktalanul szükség van ahhoz, hogy a laboratóriumok el tudják végezni az élelmiszer-biztonsági célkitűzések megvalósításához nélkülözhetetlen, az uniós elvárásoknak megfelelő, ellenőrző vizsgálatokat.

¹ Nyugalmazott tudományos főtanácsadó, Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal

² Nemzeti Élelmiszerlánc Biztonsági Hivatal, Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság

2. A növényvédőszer-maradék vizsgálatok szükségessége és az analitikai hálózat kialakítása

Magyarországon az 50-es években az egész ország területén általánossá vált a burgonyabogár, az amerikai fehér szövőlepke, a bundásbogár, és a cukorrépa kártevők károsítása, amelyek ellen elsődlegesen a perzisztens DDT és egyéb klórozott szénhidrogén alapú növényvédő szerekkel rendeltek el kötelező védekezést. 1954-55-ben minden megyében megalakultak a megyei növényvédő állomások rendkívül szerény infrastrukturális háttérrel. 1958-ban a Gödöllői Agrártudományi Egyetemen elkezdődött a növényvédelmi szakmérnökök posztgraduális képzése. A növényvédelem rendszerszerű komplex fejlesztése dr. Nagy Bálint nevéhez fűződik, aki a magyar növényvédelmet az egész agrárágazat egyik meghatározó, az élő és nem élő környezet meghatározott elemeire és a társadalom egészére is kiható elemének tekintette [1].

Ennek az átfogó szemléletnek szerves elemét képezte a környezetben, az emberi és állati szövetekben felhalmozódó szerves klórozott szénhidrogének (DDT, aldrin, dieldrin, HCH) forgalmazásának betiltása a világon elsőként Magyarországon 1968-ban, továbbá a higany- és arzén-mentesítési program. Szükségessé vált az egyre fokozódó mennyiségű, a klórozott szénhidrogéneket helyettesítő, de azoknál sokkal mérgezőbb szerves foszforsavészter, karbamát és egyéb típusú rovarölő, gombaölő és gyomirtó szerek maradékának rendszeres ellenőrzése a kezelt növényi terményekben, talajban és felszíni vizekben. E célból került sor a Növényvédőszer-maradék analitikai csoport kialakítására 1967-ben, a MÉM Központi Növényvédelmi és Karantén Laboratórium (MÉM KNKL) részeként a Pest megyei Növényvédő Állomás keretében működő repülőgépes egység telephelyén, Budaörsön.

A Növényvédőszer-maradék analitikai csoport (NACs) széleskörű feladatai közül a legfontosabbak:

- az Országos Élelmezés és Táplálkozástudományi Intézet (OÉTI) korábbi vizsgálati tapasztalatának és módszereinek átvétele [2], új vizsgálati módszerek kifejlesztése;
- az új műszerek optimális működési paramétereinek meghatározása;
- a megyei növényvédőszer-maradék analitikai laboratóriumi hálózat megszervezése, szakmai irányítása, éves munkatervének összeállítása;
- a növényvédő szerek engedélyezés előtti hatékonysági vizsgálataihoz kapcsolódó szer-maradék szerkísérleti vizsgálatok rendszerének kialakítása, a vizsgálati eredmények értékelése;

- a növényvédő szerek alkalmazásakor használt védőeszközök (kesztyűk, szűrők, ruházat) hatékonyságának ellenőrzésére módszerek kidolgozása és a vizsgálatok végrehajtása;
- magyar növényvédőszer-ipar fejlesztésének metodikai segítése.

1968-1974 között került sor minden megyei növényvédelmi állomáson a növényvédőszer-maradék vizsgáló laboratórium kialakítására és felszerelésére korszerű üvegkolonnás gázkromatográfokkal (**1. ábra**), vékonyréteg kromatográfokkal, UV spektrofotométerekkel és egyéb, a vizsgálatokhoz szükséges eszközökkel. A Növényvédelmi Főosztályvezető utasítására sikerült elérni, hogy a laboratóriumokba jól képzett, lelkes vegyészek, vagy kémia-biológia-fizika szakos végzettségű munkatársak kerüljenek. A laboratóriumok létszáma 3-5 fő között változott.

A laboratóriumok a NACs által összeállított és a MÉM Növényvédelmi Főosztálya által jóváhagyott éves munkaterv alapján végezték a munkájukat az alábbi területeken:

- a növényi termékek növényvédőszer-maradék tartalmának meghatározása;
- növényvédőszer-maradékok vizsgálata talajban és felszíni vizekben;
- a növényvédő szerek engedélyezés előtti illetve technológiafejlesztő szerkísérletek végrehajtása;
- a vizsgálatok megbízhatóságának igazolására ellenőrző (mai szóhasználattal minőségbiztosítási) mérések rendszeres elvégzése;
- vizsgálati módszerek fejlesztése, adaptálása;
- a Növényvédelmi Főosztály utasítására speciális vizsgálatok végrehajtása;
- közreműködés a helyi problémák feltárásában.

3. A világszínvonalú szakmai munka megalapozása

3.1. Összehangolt módszerfejlesztés

Az első laboratóriumok kialakításától kezdve fontos szempontnak tekintettük minden megyei munkatárs bevonását a módszerfejlesztési program kidolgozásába és végrehajtásába. A módszerfejlesztés, más hazai intézmények gyakorlatával szemben nem a központi labor kizárólagos feladata volt. E tekintetben nem volt különbség a NACs és a megyei laboratóriumok munkatársai között. Egy-egy vegyületcsoport meghatározására alkalmas módszer kidolgozására, illetve egyes műszerek optimális működési körülményeinek a kidolgozására, alkalmazhatósági területének vizsgálatára munkacsoportokat hoztunk létre, amelyekben minden munkatárs képességeinek megfelelően, de teljes odaadással és lelkesedéssel részt vett.

3.2. Rendszeres elméleti és gyakorlati továbbképzések

A módszerfejlesztési és vizsgálati tapasztalatokat az éves továbbképzéseken, illetve évközi munkaértekezleteken cseréltük ki, illetve mutattuk be a gyakorlatban a kidolgozott módszerek végrehajtását, a műszerek optimalizálását. Az éves továbbképzések eleinte kéthetes, később 5 napos majd a 90-es évek végére 2-3 napos időtartamúak voltak. A továbbképzésekre a hálózat felkért munkatársai elméleti előadásokkal és gyakorlati bemutatókkal készültek. Ez tette lehetővé, hogy a mai színhez viszonyítva hiányos angol nyelvtudás ellenére a munkatársaink megismerhették a gáz- és vékonyréteg-kromatográfia, az UV-VIS spektrofotometria, polarográfia elméleti alapjait, helyes alkalmazásuk feltételeit, amelyek oktatása az egyetemeken rendkívül hiányos volt, és nem csak rutinszerűen, hanem tudatosan alkalmazták a rendelkezésükre álló műszereket. A továbbképzések a szakmai előnyökön túlmenően fontos szerepet játszottak a jó munkatársi kapcsolatok, közvetlen légkör kialakításában, ami lehetővé tette, hogy egységes, egymást segítő és nem egymással vetélkedő laborokból álló hálózat alakuljon ki.

3.3. Magas minőségi követelmények támasztása és betartásuk ellenőrzése

A laboratóriumok munkáját, a vizsgálatok helyes végrehajtását és az eredmények megfelelő dokumentációját az NACs évente 2-3 alkalommal a helyszínen ellenőrizte. 1974-ben bevezettük az úgynevezett tesztminta vizsgálatokat, melynek keretében évi négy alkalommal kaptak a laboratóriumok 8-12 különböző szermaradékot tartalmazó mintákat, melyekben azonosítani kellett a hatóanyagok maradványait és meg kellett határozni azok koncentrációját.

3.4. Nemzetközi kapcsolatok, tapasztalatok hasznosítása

A vizsgálati módszerek kiválasztásában, továbbfejlesztésében hasznosítottuk a Növényvédőszer-maradékokkal foglalkozó Codex Bizottság (CCPR) Análitikai és Mintavétel Munkabizottságában szerzett tapasztalatokat. A Codex munkában, az IUPAC Növényvédő szer kémiai bizottságában és a FAO WHO Növényvédőszer-maradékokkal foglalkozó szakértői bizottságban kialakított szakmai kapcsolatok fontos szerepet játszottak a későbbiekben a nemzetközi együttműködések területén is. A 90-es évek első felében meghirdetett kétoldali tudományos együttműködési pályázati lehetőséget kihasználva munkatársaink közel 50 hónapnyi időt töltöttek vezető angol, holland, német, osztrák és amerikai intézetekben valamint a partner intézetek munkatársait is vendégül láttuk laboratóriumainkban.

3.5. A vezetés támogatása

A Növényvédelmi Főosztály teljes mértékben támo-

gatta az összehangolt fejlesztő munkát, a továbbképzések megtartását, amelyet személyes hosszabb-rövidebb időtartamú részvételükkel is jeleztek. Ezt bizonyítja az is, hogy az első kéthetes továbbképzésen dr. Hargitai Ferenc főosztályvezető-helyettes végig részt vett. Értékelve az ott folyó szakmai munka színvonalát, a Növényvédelmi Főosztály, a MÉM KNKL valamint a későbbiekben a MÉM Növényvédelmi Központ vezetése támogatta a hazai és nemzetközi továbbképzések rendszeres megtartását, a részvételt a nemzetközi szervek munkájában, nemzetközi kooperációban, valamint az eredményeink közreadását nemzetközi szakmai konferenciákon, munkaértekezleteken.

Az évek során kiemelt figyelmet és támogatást kaptunk különösen dr. Nagy Bálint, dr. Hargitai Ferenc, Fésűs István és dr. Eke István főosztályvezetőktől illetve dr. Kovács Imre és Szabó János igazgatóktól. A vezetés támogatása és a megfelelő műszaki és személyi feltételek biztosítása nélkül a munkatársak szakmai felkészültsége és lelkesedése nem lett volna elegendő a nemzetközi szinten is kiemelkedő eredmények eléréséhez. A kiemelkedő szakmai munkát a felső vezetés is elismerte: 2012-ben és 2013-ben három, nyugdíjas éveiket megkezdő munkatársunkat a Magyar Ezüst Érdemkereszttel tüntette ki.

Az előbbieken bemutatott öt tényező együttes hatása azt eredményezte, hogy a megyei laboratóriumok jól szervezett, egységes rendszert alkottak, a növényvédőszer-maradék vizsgálati eredményeik laboratóriumtól függetlenül egyenértékűek voltak, az egymást segítő és az értelmes célokért jelentős plusz munkát is vállaló munkatársakkal nemzetközi szinten is jelentős és elismert eredményeket érthettünk el.

4. Az összehangolt, igényes szakmai munka eredményei

4.1. Egységes vizsgálati módszerkönyv kiadása

A szisztematikus módszerfejlesztés eredményeként a növényvédelmi szervezetben elsőként tudtuk kiadni 1976-ban a több laboratóriumban ellenőrzött módszereket valamint a vizsgálatok elméleti alapjait tartalmazó, 4 kötetes, a „Növényvédőszer-maradékok vizsgálati módszerei” című módszerkönyvünket [3] (2. ábra), mely alapját képezte a következő évtized vizsgálatainak. A könyv elkészítésében közreműködtek: Ambrus Á., Árpád Z., Bálint Sz., Dudar E., Csatlós I., Fülöp A., Hargitai F-né, Lantos J., Pápa Á., Sárvári L. és Szabó L.

4.2. Az eredmények közreadása nemzetközi kongresszusokon és szakfolyóiratokban

A magas színvonalú szakmai munka elismeréseként a Növényvédelmi Főosztály vezetése biztosította, hogy a hálózat több munkatársa részt vehetett és előadásokat tarthatott a Helsinkiben tartott 3. IUPAC Nemzetközi Növényvédő szer Kémiai Kongresszus-

tól kezdve (1974) minden (a 2010-ben, Ausztráliában megrendezett kivételével) IUPAC kongresszuson. A kituzások fedezetét a költségvetési támogatás mellett fokozatosan a nemzetközi projektekből és szakértői tevékenységekből származó bevételből biztosítottuk.

A vizsgálatok alapját képező, több növényvédőszer-maradék egymás melletti meghatározására alkalmas általános módszerünket a 4. IUPAC Kongresszuson 3 poszteren mutattuk be, majd azt követően három közleményben adtuk közre a legnagyobb nemzetközi szakfolyóiratban [4], [5], [6].

Ugyancsak az egyik IUPAC Kongresszuson mutattuk be a nagy nemzetközi figyelmet keltett oszlopxtraktációs módszert (Ottawa 1986). Az ezt leíró leíró közleményre több, mint 200 független hivatkozás történt [7]. A bemutatott poszterek színvonalát jelzi, hogy azokkal két alkalommal, a 10. és 13. kongresszuson Bazelben (Dr. Kadenczki Lajos - Suszter Gabriella), illetve San Franciscóban (Farkas Zsuzsa, Kerekes Kata, Horváth Zsuzsanna, Kötelesné Suszter Gabriella, Ambrus Árpád) első helyezést értünk el több száz poszter között (3. 4. ábrák).

4.3. Önképzés

Bár a hálózat elsődleges feladata a növényvédőszer-maradékok „rutinszerű” meghatározása volt, a szokásos növényvédőszer-maradék analitikai feladatok végrehajtása és a kapcsolódó módszerfejlesztés mellett, a vizsgálati eredmények megbízhatóságát, helyességét fokozó, az eredmények kiértékelését valamint a növényvédő szerek környezeti hatásának megítélését segítő intenzív kutató munka is folyt, jórészt a részvevő munkatársak túlmunkájával. A célirányos kutató munkát a módszerfejlesztési feladatok meghatározásával és nemzetközi kooperációban való részvétellel is segítettük. A hálózat munkatársai 185 szakcikket jelentettek meg nemzetközi és hazai folyóiratokban és 118 regisztrált előadást tartottak hazai és nemzetközi fórumokon. A releváns közlemények és előadások jegyzékét az elektronikus melléklet tartalmazza amely az Élelmiszervizsgálati Közlemények honlapján érhető el: <http://eviko.hu/hu-hu/Let%C3%B6lthet%C5%91-dokumentumok>

E fejlesztő munka „melléktermékeként” Ambrus Árpád elnyerte a kémiai tudományok kandidátusa címet [8], Ferenczi Miklósné [9], Füzesi István [10], Kadenczki Lajos [11], Károly Gabriella [12], Korsós Istvánné [13], Pápa Ágoston [14] Solymosné Majzik Etelka [15], Susán Mária [16] és Visi Györgyné [17] pedig elkészítette és megvédte egyetemi doktori értekezését.

4.4. Speciális szakmai feladatok sikeres megoldása

Világossá vált, hogy az éves szinten elvégzett 50000-80000 vizsgálati eredmény kézi feldolgozással csak aránytalanul nagy időráfordítással és csupán részben értékelhető. Ezért a növényvédelmi szervezetben el-

sőként 1978-ban kidolgoztuk a vizsgálati eredmények számítógépes értékelésének algoritmusát és külső szakértő bevonásával annak gyakorlati megvalósítását. A program fejlesztése és az eredmények feldolgozása meglehetősen kedvezőtlen feltételek mellett a MÉM központi IBM 360-as számítógépén történt rendszeresen hajnali 2-4 óra között biztosított gépidővel. A feldolgozás alap lekérdezési formátumát Hollandiai kollégáink is átvették. Azokat számos egyéb szempontú lekérdezéssel kiegészítve felhasználtuk az EU átmeneti támogatási projekt keretében kifejlesztett (2009) és jelenleg is használt számítógépes feldolgozási programban is. A rendelkezésünkre álló adatmennyiség nagyságának szemléltetésére említjük, hogy, a 2014-es évben közel 620000 vizsgálati eredmény feldolgozására és értékelésére került sor.

A módszer kidolgozásának kezdetén a Codex növényvédőszer-maradék vizsgálatok céljára kidolgozott mintavételi eljárás [18] megalapozására vizsgáltuk az egyedi terményekben (alma, paradicsom) és talajfúróval vett elemi mintákban található szermaradék koncentráció eloszlását [19], illetve a szerkísérletknél alkalmazott mintavételi eljárások hibáját [20]. Az elemi minták vétele véletlenszerűen kiválasztott helyekből nem volt egyszerű feladat (5. ábra), de a munkatársak nagy lelkesedéssel és pontosan hajtottak végre, mivel tudták, hogy használható eredményeket csak a vizsgálati terv pontos végrehajtásával kaphatunk. Az elemi minták szermaradék-eloszlására 1977-ben végzett vizsgálatok eredményeinek [19] figyelembevételével dolgozta ki a FAO/WHO szakértői ülés 1995-ben a növényvédőszer-maradékok akut expozíciója meghatározására javasolt eljárást [21].

A hibás átvételi gyakorlat eredményeként a termelők nagy mennyiségű nitrogént alkalmaztak a cukorrépa termesztésekor, aminek eredményeként a répa cukortartalma esetenként 7-8%-ra csökkent, túlterhelve a feldolgozó üzemeket és jelentősen csökkentve a százalékos cukorkihozatalt. A célirányos tápanyag-utánpótláson alapuló agrokémiai program kezdeti fázisában mi kaptuk a feladatot a répa és a talaj nitrogén tartalma meghatározási módszerének kidolgozására és az összefüggések feltárására a különböző helyekről vett minták vizsgálatában. A rendszeresen éjszakába nyúló sürgős vizsgálatokat a Komárom-megyei Növényvédő állomáson a Csongrád- és Hajdú-megyei munkatársakkal kiegészített csapattal végeztük el. Eredményeink hozzájárultak az okszerű tápanyag-utánpótlási szaktanácsadási rendszer kidolgozásához. Ez utóbbinak, illetve a megváltozott átvételi rendszernek az eredményeként a répa cukortartalma néhány év alatt 17-20%-ra nőtt. Vezetői döntés alapján, a laboratóriumok feladatkörének bővítésére a tervezett beltartalmi vizsgálatokkal nem került sor.

A Balaton vízminőségének rohamos romlásáért még bizonyos tudományos körökben is az intenzív mezőgazdasági termelést és állattartást tették felelőssé. A Vízgazdálkodási Kutató Intézettel (VITUKI) közösen végrehajtott FAO projekt keretében, a 80-as évek

elején, elsősorban a Somogy-, Veszprém-, Zala- és BAZ-megyei állomások bevonásával komplex vizsgálati programot terveztünk meg. A projekt keretében egyebek mellett egy éven át vizsgáltuk a Balatonba befolyó patakok, folyók növényvédőszer-maradék, NO_3^- , foszfor és szerves szén szennyezettségét és számos vízminőségi paramétert. Vizsgáltuk továbbá a környező településeknek a Balatonnal közvetlen kapcsolatban lévő felszínközeli talajvízének szennyezettségét, a Rakaca és Tetves patakok, mint modellterületek vízgyűjtőjén folytatott mezőgazdasági termelés, növényvédőszer-mobilitás és a vízminőség kapcsolatát. Az eredményeink egyértelműen bizonyították, hogy a Balaton vízminőségének romlásáért a csatornázatlan környező települések nagymértékben megnövekedett üdülőforgalmából származó tisztítatlan szennyvíz a felelős. Az eredmények meggyőzték az MTA keretében létrehozott Balaton Albizottság tagjait és a Kormány elé terjesztett javaslatban a Balatont körülvevő települések csatornázása és a szennyvíz megfelelő tisztítása szerepelt megoldási javaslatként. Az eredményt ismerjük; napjainkra a Balaton vize újra jó minőségben várja az üdülőket és a helyi lakosságot.

A növényvédőszer-maradék analitikai hálózatban folyó magasszintű szakmai munka elismeréseként mi kaptuk a feladatot az első FAO/WHO regionális növényvédőszer-maradék analitikai továbbképzés megtartására. Bár a magyar nyelvű szakmai továbbképzések programjának összeállításában és megtartásában jó gyakorlattal rendelkezünk, egy az európai analitikusok számára rendezendő továbbképzés komoly kihívást jelentett. Az előadások megtartására és a laboratóriumi gyakorlatok vezetésére dr. Ambrus Árpád, a továbbképzés vezetője, a magyar szakemberek közül Fülöp András, Hargitai Ferencné, dr. Kadencki Lajost, dr. Lantos Jánost, Visi Györgynét és az OÉTI-ből dr. Soós Katalint kérte fel. Külföldi előadóként Mr. Paul Baker (UK), dr. Roy Greenhalgh (Kanada) és dr. Peter Greve (Hollandia) vett részt a 15 bolgár, görög, jugoszláv, lengyel, máltai és portugál analitikus továbbképzésében a Heves-megyei Növényvédő állomáson 1983-ban. Az előadások és gyakorlatok anyagát a WHO könyv formában kiadta [22] A kéthetes továbbképzés alatt szoros szakmai kapcsolatok, barátságok alakultak ki, melyek máig tartanak. A nagyon sikeres rendezvényt további nemzetközi 20-25 fős továbbképzések követték, amelyeket a BAZ-megyei (1996, 1998 és 2015) Fejér-megyei (2001) laboratóriumokban és Budapesten (2012) tartottunk. Az évek során számos magyar intézmény munkatársát, illetve a FAO vagy a Nemzetközi Atomenergia Ügynökség (IAEA) ösztöndíjasát ismertettük meg a növényvédőszer-maradék analitika alapismerteteivel és helyes laboratóriumi gyakorlatával.

Az előbbieken ismertetett egységes vizsgálati rendszerrel, szakmai felkészültséggel és minőségbiztosítási programmal a birtokunkban nem jelentett problémát az OECD Helyes Laboratóriumi Gyakorlat (GLP) irányelvei szerinti munkarend bevezetése. A felkészü-

lés első fázisaként a korábbi jól bevált gyakorlatnak megfelelően, megyei laboratóriumok munkatársaiból kiválasztott csoporttal készítettük el a szabványműveleti utasításokat, amelyeket a második fázisban a laboratóriumokban kellett aktualizálni és a napi munkarendbe bevezetni. A felkészülési program jóváhagyását követően egy éven belül, 1992-ben sor került a GLP minősítés megszerzésére kiválasztott laboratóriumok nemzetközi akkreditálására. A bizottságot dr. David Moore, az OECD GLP Paneljének korábbi elnöke és az angol GLP felügyelet igazgatója, dr. Peter Greve a CCPR Analitikai Munkabizottsága elnöke és dr. Perjés Gézáné, az OGYI GLP felügyeleti egységének inspektora alkotta. A neves nemzetközi szakemberek közreműködésével végzett akkreditációra azért volt szükség, mert abban az időben a magyar GLP akkreditálási rendszert még nemzetközi szinten nem ismerték el. Az akkreditáció során szerzett igen pozitív tapasztalatok alapján dr. David Moore javaslatára Magyarországot meghívták az OECD GLP Panelbe – már egy évvel korábban, mint ahogy Magyarország tagja lett az OECD-nek.

5. Nemzetközi megméréstetés

Magyarország uniós csatlakozását követően kötelezővé vált a hatósági ellenőrző feladatokat ellátó (OFL) és a nemzeti referencia laboratóriumok (NRL) részvétele a nemzetközi körvizsgálatokban. Ezek a körvizsgálatok, (proficiency tests) igen komoly szakmai feladatot jelentenek, mert évente több alkalommal különböző mintákból kell 15-22 hatóanyag-maradékát és esetenként metabolitját azonosítani és mennyiségileg meghatározni.

Az értékelési szempontok igen szigorúak. A részletek mellőzésével, a fő elvi alapjukat az alábbiakban ismertetjük. Ha a mintában lévő szermaradékokat a laboratóriumok pontosan határozzák meg, akkor a mérési eredmények normál eloszlásnak megfelelően szórnak. A μ (átlag) $\pm s$ (standard deviáció) tartományban az eredmények 68%-a, a $\mu \pm 1.96s$ (kerekítve 2) tartományban 95 %-a, a $\mu \pm 3 s$ tartományban 99.7%-a várható. A szokásos gyakorlat szerint az eredményeket jónak tekintjük, ha azok a $\mu \pm 2s$ tartományba esnek. A proficiency teszteknel ennél sokkal szigorúbb feltételeket szabnak. A jelentett eredményekből robusztus statisztikai módszerekkel meghatározzák az átlagértéket (μ) és a jellemző szórást (σ), melyekből számolt z-érték [$z_i = (x_i - \mu) / \sigma$] képezi az értékelés alapját az alábbi összefüggés alapján.

$$AZ^2 = \frac{1}{n} \sum z_i^2$$

Az 'A' kategóriába kerülnek azok a laborok, amelyek a mintában lévő szermaradékoknak közelítőleg $\geq 90\%$ -át helyesen azonosítják, és nem jeleznek olyan szermaradékot, ami nincs jelen a mintában (hibás pozitív detektálás). 'B' kategóriába kerülnek azok az elégtelen minősítésű laborok, melyek nem teljesítették az 'A' kategória feltételeit.

Az 'A' kategórián belül jó minősítést kapnak azok a laborok, melyek az AZ^2 száma ≤ 2 , megfelelőek azok melyek a $2 < AZ^2 < 3$ tartományba esnek, és nem megfelelőek, ha az AZ^2 érték ≥ 3 .

Jól látható, hogy az $Z \leq 1$ eredményeket jutalmazták, mivel a Z^2 csökken, míg a $Z > 1$ eredményeket már büntetik. Például, ha az egyik szermaradék meghatározási eredménye alapján a számított z érték 1.5 (normál gyakorlat szerint jó eredmény), addig a PT (proficiency test) tesztekben számított AZ^2 érték 2.25 és az eredmény csak „megfelelő”. Figyelembe véve, hogy egy-egy tesztminta vizsgálatban esetenként több, mint 160 laboratórium vesz részt, a magyar laboratóriumok **1. táblázatban** összesített eredménye kiválónak minősíthető.

A résztvevő európai laboratóriumok és a magyar növényvédőszer-maradék analitikai laboratóriumok teljesítményét a **6-13. ábrák** szemléltetik. Az ábrákon jól látható, hogy az A-kategóriás laborok teljesítménye is tág határok között változik. A magyar növényvédőszer-maradék analitikai laboratóriumok folyamatosan a legjobbak között vannak, és több alkalommal a legjobb eredményt érték el, megelőzve a sokkal jobban felszerelt „nagynevű” laboratóriumokat.

A körvizsgálatok során több labor is éveken keresztül egyenletesen kiemelkedően teljesített a különböző

kategóriákban. Ezért egy korán elhunyt kiváló svéd analitikus emlékére megalapították az Arne Anderson díjat, amelynek az a célja, hogy megjutalmazza és kiemelje a névtelenségből ezeket a hatósági laboratóriumokat. Az elbírálásnál kategóriánként az utolsó három év eredményeit veszik figyelembe. A az Arne Anderson díjat először 2013-ban osztották ki négy témakörben, ezek közül gabona kategóriában a BAZ-megyei laboratóriumunk legjobb teljesítményével nyert (**13. ábra**). A velencei Növényvédőszer-analitikai Laboratórium 185 résztvevő laboratórium között az első helyen végzett.

6. Jelen és jövő

A laboratóriumok munkatársai között nagyon jó a személyes kapcsolat, esetenként barátságok alakultak ki. A kollégák örömmel vettek részt a közös célok együttes megvalósításában. A laborok fokozatos megszűntetése nem befolyásolta a volt munkatársak kapcsolatát, akik közül közel hatvanan örömmel vettek részt a két munkatársuk nyugdíjazása alkalmából Fácánkerten rendezett kitűnő hangulatú találkozózn (**14. ábra**). Ezen dr. Nagy Bálint, dr. Hargitai Ferenc és dr. Eke István, a Növényvédelmi Főosztály volt vezetői is részt vettek.

Az 1970-es évek elején kialakított 20 laboratóriumból többszöri átszervezés után csak 4 maradt, ösz-

1. táblázat: Az elmúlt évek AZ^2 PT eredménye¹
Table 1: PT AZ^2 results of recent years¹

| | BAZ | Csongrád | Fejér | Somogy | Szolnok |
|------|----------------|-----------------|--------------------|--------|---------------------|
| 2006 | 0.7 | 0.4 | 0.4 | 0.70 | 0.4 |
| 2007 | * | 1.0 | 0.4, 0.3, 0.8 | 0.50 | 0.5 |
| 2008 | 0.4 | 0.5 | 0.4, 0.4, 0.5, 1.2 | 0.40 | 0.3 |
| 2009 | 0.4 | 0.8 | 0.6, 0.7, 1.0 | 0.80 | 1.7 |
| 2010 | 0.6 | 1.1 | 0.39, 1.5, 1.6 | 0.28 | 1.4 |
| 2011 | 0.5 | 1.2, 2.0 | 0.1, 0.72, 0.8 | 0.52 | 0.6, 1.0 |
| 2012 | 2.0, 0.1 | 1.1, 1.37, 1.2 | 0.2, 0.2 | ** | 0.2, 0.4 |
| 2013 | 0.2, 0.1 | 0.7, 0.7, 0.7 | 0.2, 0.7, 0.1 | | 0.2-0.5 |
| 2014 | 0.4, 0.4, 0.78 | 0.79, 0.80, 1.5 | 0.3, 1.06, 1.0 | | 0.3, 1.02, 1.0 |
| 2015 | 0.2, 0.39, 0.4 | 0.19, 0.5, 0.7 | 0.1, 0.12, 0.2 | | 0.24, 0.3, 0.3, 1.7 |

¹:Az összeállítás nem teljes. / The list is not complete.

* Hibás standardbemérés miatt az eredmény nem volt értékelhető / Result could not be evaluated because of an erroneous weigh-in.

** A laboratórium működése megszűnt / Laboratory ceased to operate

szesen 37 fős létszámmal, amiből 20 fő egyetemi végzettségű. A laboratóriumok 2011 óta a Nemzeti Élelmiszerláncbiztonsági Hivatal (NÉBIH) szervezeti egységeként folytatják munkájukat, és a tevékenységi körük jelentősen bővült a növényvédőszer-maradékok vizsgálatával az állati eredetű élelmiszerekben, takarmányokban, borban és a környezetvédelmi vizsgálatok keretében a méhtetekben. A laboratóriumok számának csökkentését részben szakmai szempontok is indokolták. A jelenlegi nagyteljesítményű, speciális szakmai ismereteket igénylő műszereket 4-5 fős laboratóriumokban kihasználni nem lehet. A magas beszerzési és üzemeltetési költségek csak optimális kihasználtság mellett térülnek meg. Az élelmiszerbiztonsági, környezetvédelmi célkitűzések megvalósulásának ellenőrzésére és a szükséges növényvédelmi technológiafejlesztő vizsgálatok elvégzésére a jelenlegi laboratóriumi kapacitás szűkösön, de elegendő (15. ábra). Annak további csökkentése azonban jelentősen kockáztatná az alapfeladatok ellátását, valamint az előbbi kormányzati célkitűzések megvalósulását.

A jelenlegi vizsgálati színvonal és teljesítmény fenntartását számos tényező negatívan befolyásolja.

A laboratóriumok munkájának koordinálását, egyéb feladatai mellett, egy személy végzi a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH) Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság munkatársaként.

A korábban jól bevált és nagyon eredményes laboratóriumok közötti együttműködés gyakorlatilag megszűnt, ami jelentős többletmunkát eredményez, ugyanis azonos feladatokat egy helyett minden laborban el kell végezni.

Az EU Átmeneti Támogatási Projekt keretből 2007-ban beszerzett műszerek élettartamuk vége felé járnak. Az alkatrészek beszerzése a gyártók megszű-

nése, a gyártmányprofilát átvevő cégek üzletpolitikája miatt egyre nehezebb. A nemzetközi normák alapján egy gyártó 10 évig köteles például alkatrészt biztosítani. A jelenleg, a nagyon gondos kezelés és karbantartás eredményeként, a 9-17 éves még üzemképes műszerek bármikor javíthatatlanná válhatnak, ami lehetetlenné teszi a munkatervben szereplő vizsgálatok elvégzését. A 2013-14-ben üzembe állított 3 db LC-MS/MS készülék javítja a vizsgálati feltételeket, de biztosítani kellene a feltételeket a már biztonságosan nem szervizelhető műszerek folyamatos pótlására is.

Az EU Átmeneti Támogatási Projekt keretében, nemzetközi rangú szakértők bevonásával, 2008-2009-ben rendezett a szakterület minden ágát átfogó továbbképzés óta – ennek előadásait kétkötetes könyv formában is kiadták [23] – új ismereteket adó szakmai továbbképzésre nem került sor. A nagyteljesítményű műszerek optimális kihasználásához, a komplex vizsgálati módszerek (például a számos specifikus variánsban alkalmazandó QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe eljárás) előnyeinek megismerésére szükség lenne a legújabb tudományos ismeretek és metodikai tapasztalatok megismerésére és gyakorlati alkalmazására. Nagyon sajnálatos, hogy a NÉBIH vezetése nem élt azzal a rendkívüli lehetőséggel, hogy a 2015-ben rendezett nemzetközi továbbképzésen, Miskolcon előadást tartó két kiemelkedő nemzetközi szaktekinélyt (Michelangelo Anastasiades és Lutz Alder) felkérje a magyar vegyészek egy-egy napos továbbképzésére.

Ha a jelenlegi vizsgálati színvonalat és nemzetközi rangot fenn akarjuk tartani, a fenti problémák megoldására sürgős megoldásokat kell találni.

7. Köszönetnyilvánítás

Az anyag összeállításához adatokat szolgáltató munkatársak közreműködése, értékes javaslatai nélkülözhetetlenek voltak e közlemény elkészítéséhez.

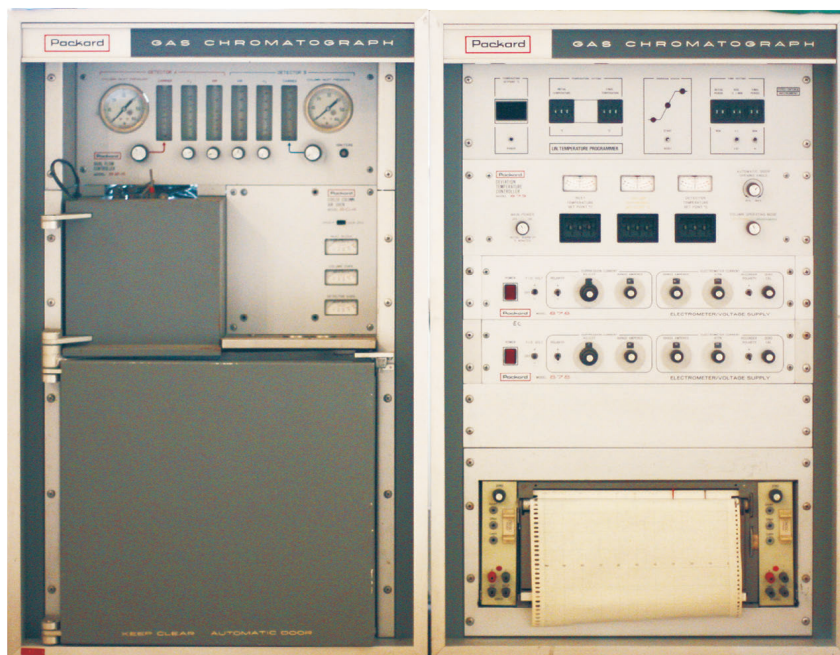


A kép illusztráció / Picture is for illustration only

*A fotó a NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság Múzeumában készült Velencén.
The picture was made at the Museum of Directorate of Plant Protection and Soil Conservation
(National Food Chain Safety Office) at Velence, Hungary*

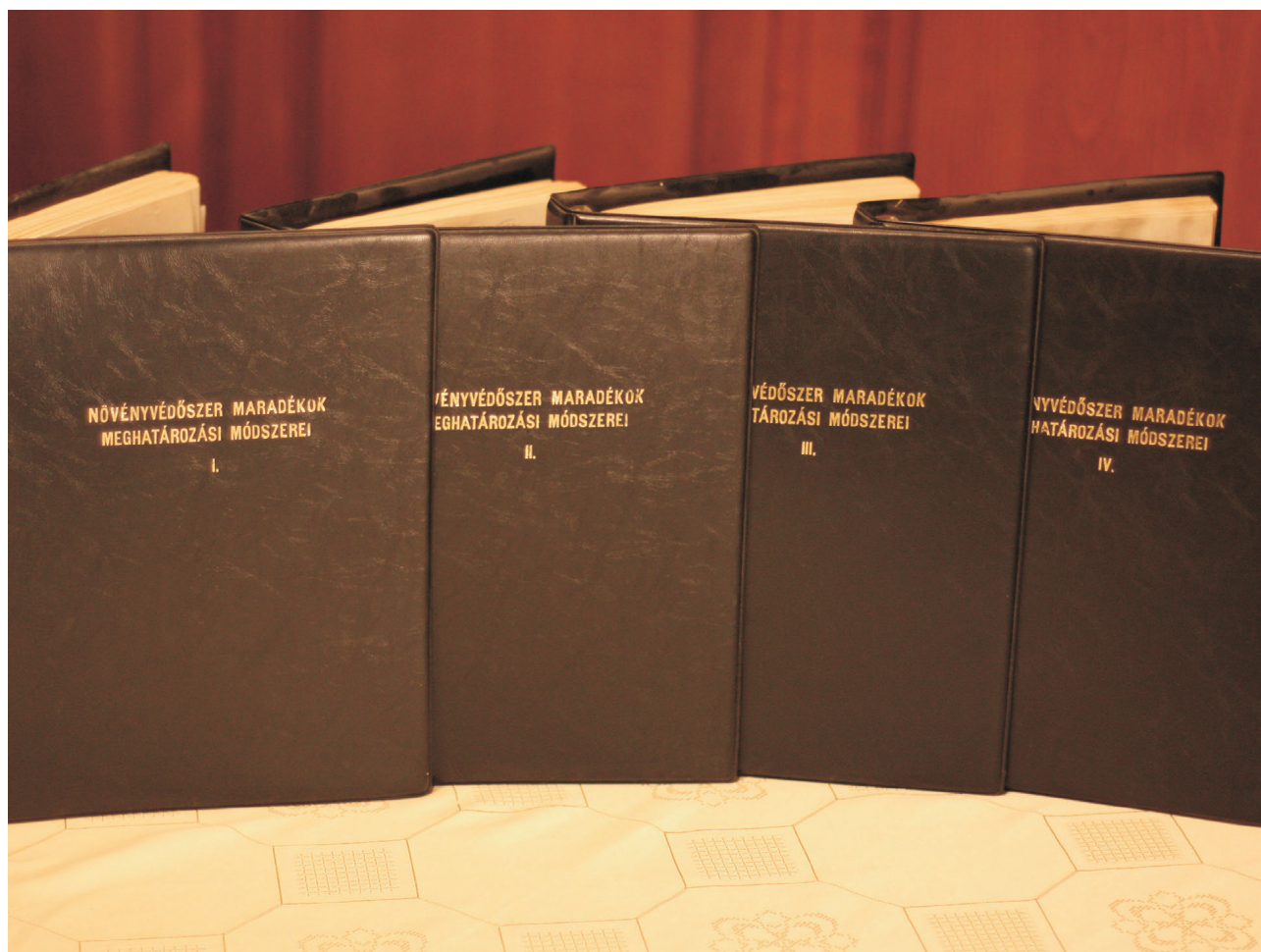
8. Irodalom

- [1] Eke I. (2015): A magyar növényvédelem aranykora. Magyar mezőgazdaság, 69. 46, p.20-22.
- [2] Cielezky, V. (1967): Peszticid-maradékok vizsgálati módszerei. (Jegyzet)
- [3] Ambrus Á., Árpád Z., Bálint Sz., Dudar E., Csatlós I., Fülöp A., Hargitai F-né, Lantos J., Pápa Á., Sárvári L., Szabó L. (1976): Növényvédőszer maradékok vizsgálati módszerei I-IV. MÉM Növényvédelmi és Agrokémiai Központ
- [4] Ambrus Á. Lantos J., Visi E., Csatlós I. Sárvári L. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, I. Extraction and cleanup. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.733-742.
- [5] Ambrus Á., Hargitai É., Károly G., Fülöp A., Lantos J. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, II. Thin Layer Chromatographic Determination, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.743-748.
- [6] Ambrus Á., Visi É., Zakar F., Hargitai É., Szabó L., Pápa Á. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, III. Gas Chromatographic Analysis and Confirmation J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.749-765.
- [7] Kadenczki L., Árpád Z., Gardi I., Ambrus Á., Gyórfi L. (1992): Column Extraction of Residues of Several Pesticides from Fruit and Vegetable Samples - a Simple Multiresidue Analysis Method, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 75. 1, p.53-61.
- [8] Ambrus Á. (1978): Karbamát alapú növényvédőszer maradékok meghatározása ismeretlen eredetű mintákban egyéb típusú hatóanyag maradékok mellett. Kandidátusi Értekezés. Magyar Tudományos Akadémia.
- [9] Ferenczi M-né. (1999): Növényvédőszer hatóanyagok környezetvédelmi vizsgálata a Balaton vízgyűjtőjén lévő szántóföldi modellterületen. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [10] Füzesi I. (1975): Diquat maradvány hatásának vizsgálata szarvasmarhákban. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [11] Kadenczki L. (1978): Karbofurán, dioxakarb és karbaril inszekticid karbamátok gázkromatográfiás meghatározása foszforilezés után. Doktori értekezés. Kossuth Lajos Tudományegyetem, Debrecen.
- [12] Károly G. (1985): Gyomirtószer és a talaj kapcsolatának vizsgálata. Doktori értekezés. Veszprémi Egyetem.
- [13] Korsós I-né (1983): Növényvédő szerek hatóanyagainak szűrővizsgálatára és azonosítására alkalmas vékonyréteg kromatográfiás elválasztási rendszer kifejlesztése. Doktori értekezés. Kossuth Lajos Tudományegyetem, Debrecen.
- [14] Pápa Á. (1986): Növényvédőszer-maradékok vizsgálata komlóban és sörben. Budapesti Műszaki Egyetem.
- [15] Solymosné Majzik E. (2006): Növényvédő szer hatóanyagok koncentrációjának meghatározása különböző SPE módszerek alkalmazásával felszín alatti és felszíni vízmintákból. Doktori értekezés Pannon Egyetem, Veszprém.
- [16] Susán M. (1980): A peszticid szint alakulása balatoni halakban. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [17] Visi Gy-né (1985): Növényvédő szerek vízben való koncentráció csökkenésének vizsgálata akvárium modell rendszerekben, Doktori értekezés, Veszprémi Egyetem.
- [18] Codex Secretariat. Recommended method of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs, 2002. www.codexalimentarius.org/input/download/standards/361/CXG_033e.pdf (accessed January 6, 2016).
- [19] Ambrus Á. (1979): The Influence of Sampling Methods and other Field Techniques on the Results of Residue Analysis, in Frehse H., Geissbühler H., (eds) Pesticide Residues. Pergamon Press, p. 6 -18.
- [20] Ambrus Á. Lantos J. (2002): Evaluation of the Studies on Decline of Pesticide Residues, J. Agric Food. Chem. 50. p. 4846-4851.
- [21] WHO. (1997): Guidelines for predicting dietary intake of pesticide residues, 2nd revised edition Unpublished document (WHO/FSF/FOS/97.7). <http://www.who.int/foodsafety/publications/pesticides/en/> (accessed 9. January 2016.)
- [22] Ambrus Á. (1984): Greenhalgh R. Pesticide Residue Analysis, WHO European Regional Office, Copenhagen
- [23] Ambrus Á., szerk. (2010): Methods for Safety Assessment of Food - Élelmiszerbiztonság Megítélési Módszerei. Proceedings of Training Workshops Vol.I ,II Edison House Holding Zrt, Budapest, ISBN 978-963-88947-0-0,

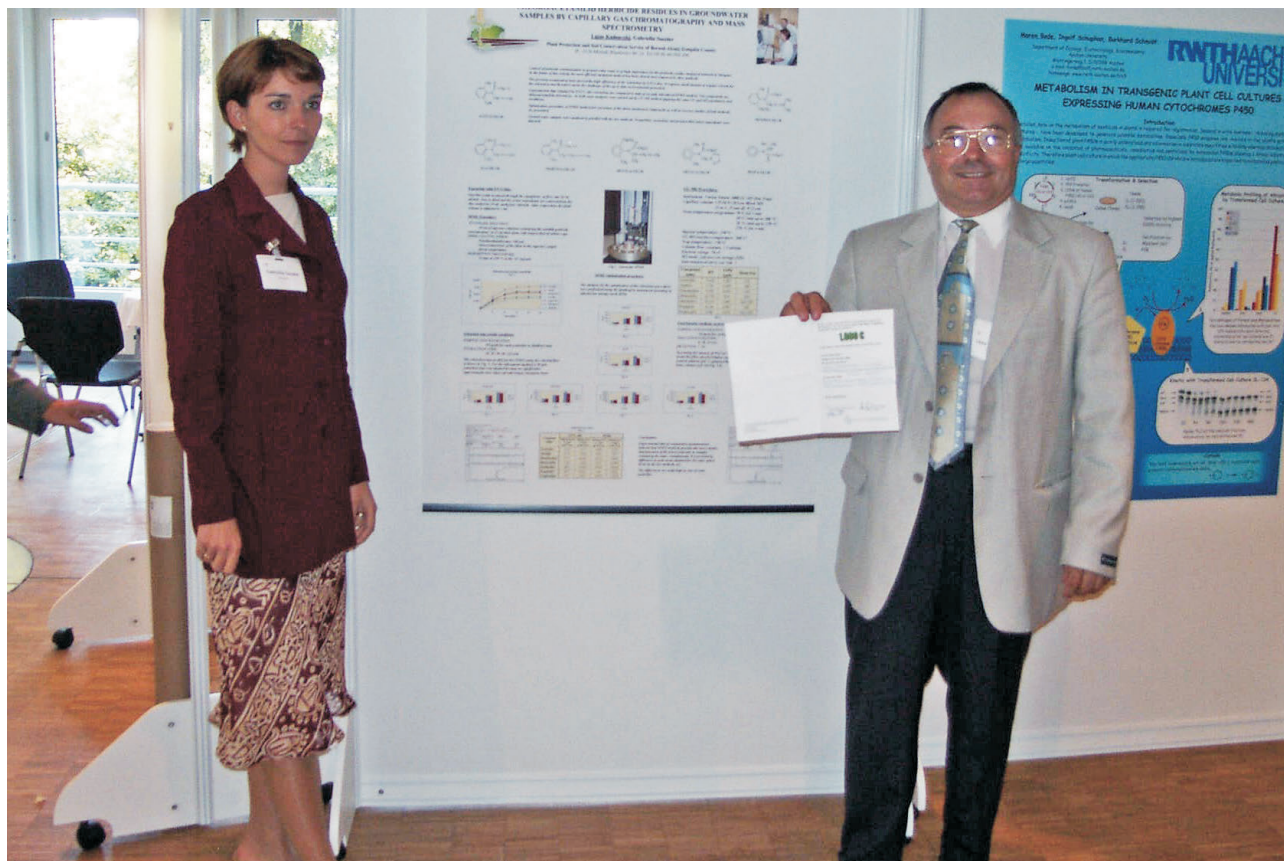


1. ábra A Packard 7400-as típusú gázkromatográf
Figure 1 The Packard 7400 gas chromatograph

A fotó a NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság múzeumában készült Velencén.
The picture was made at the Museum of Directorate of Plant Protection and Soil Conservation
(National Food Chain Safety Office) at Velence, Hungary



2. ábra. Az egységes növényvédőszer-maradék analitikai vizsgálati módszereket tartalmazó 4 kötetes módszerkönyv
Figure 2 The four-volume method book containing coherent pesticide residue analytical methods



3. ábra. A 10. Nemzetközi IUPAC Növényvédőszer kémiai kongresszuson első díjjal értékelt poszter a szerzőkkel. XXX
Figure 3 The first place poster at the 10th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry with the authors

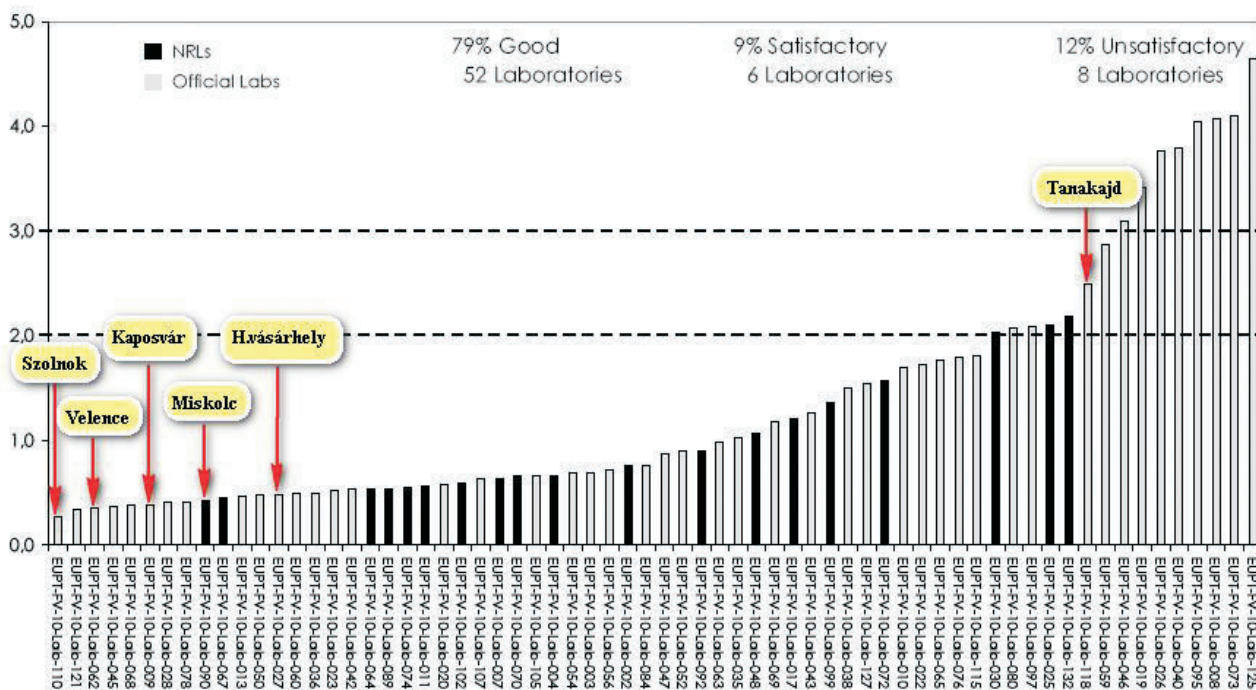


4. ábra. A 13. Nemzetközi IUPAC Növényvédőszer kémiai kongresszuson első díjjal értékelt poszter a szerzőkkel. XXX
Figure 4 The first place poster at the 13th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry with the author

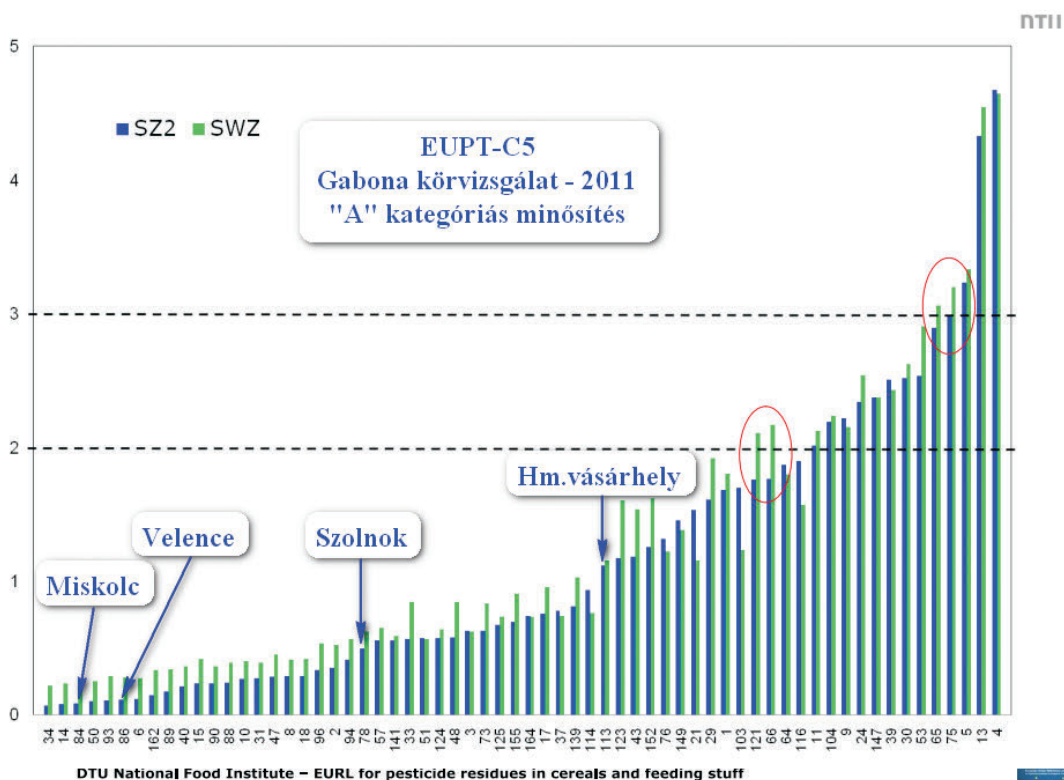


5. ábra. Elemi minták vétele a véletlen mintavétel eljárással kiválasztott helyekről
 Figure 5 Taking incremental samples from randomly selected locations

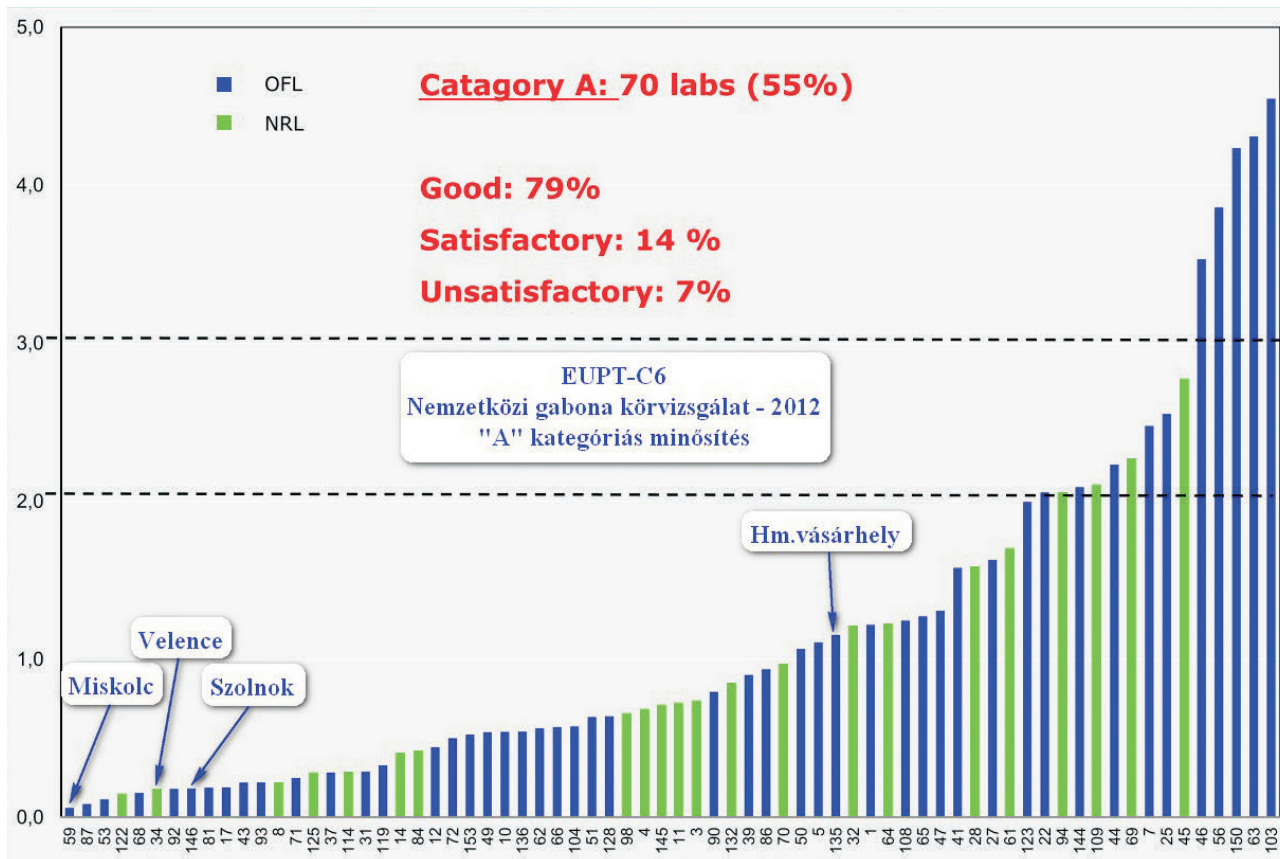
EUPT-FV-10 - Graphical Representation for Laboratories in Category A



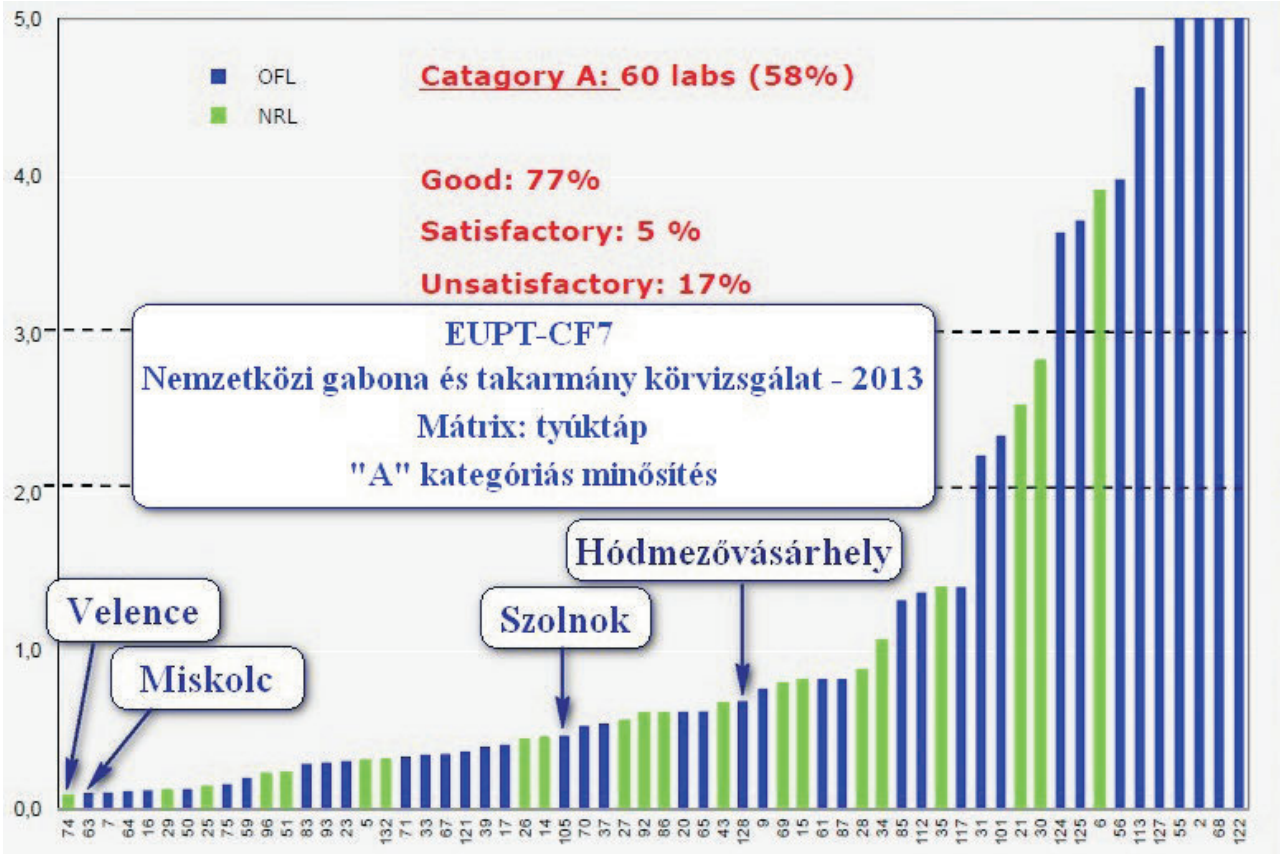
6. Korábbi évek egyik eredménye zöldség-gyümölcs multi módszerben, szintén A kategóriában, 2008-ban.
 Figure 6 One of the results from an earlier year for the fruit and vegetable multi method, also in category A, in 2008.



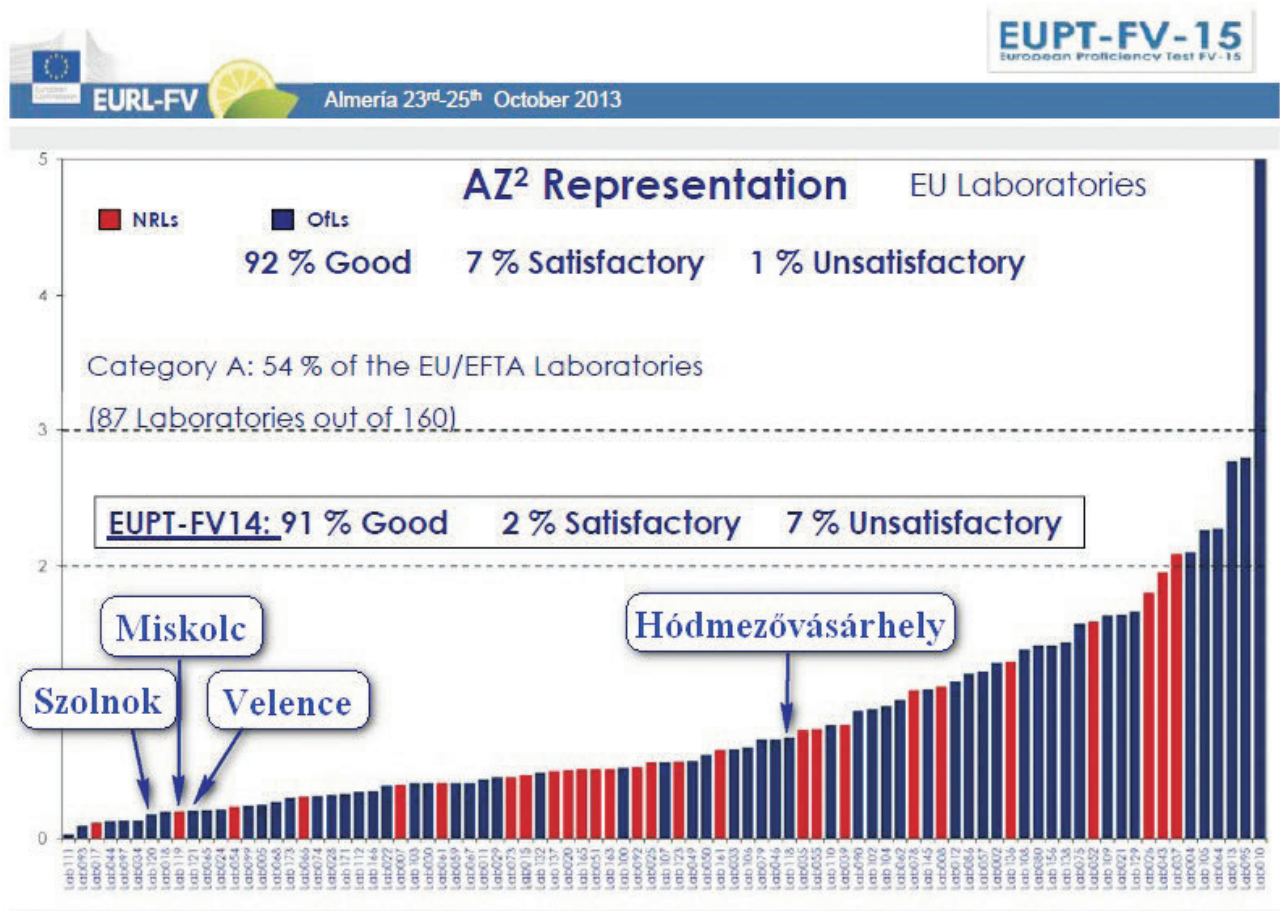
7. ábra. EU-PT-C5 Az A kategóriás laborok teljesítménye. A késsel jelzett értékek az AZ² értékek. A zölddel jelzettek a korábban alkalmazott súlyozott átlagos módszerrel számított eredmény.
Figure 7 EU-PT-C5 Performance of category A laboratories. AZ² values are indicated by blue color. Green color indicates results calculated using the earlier weighted average method.



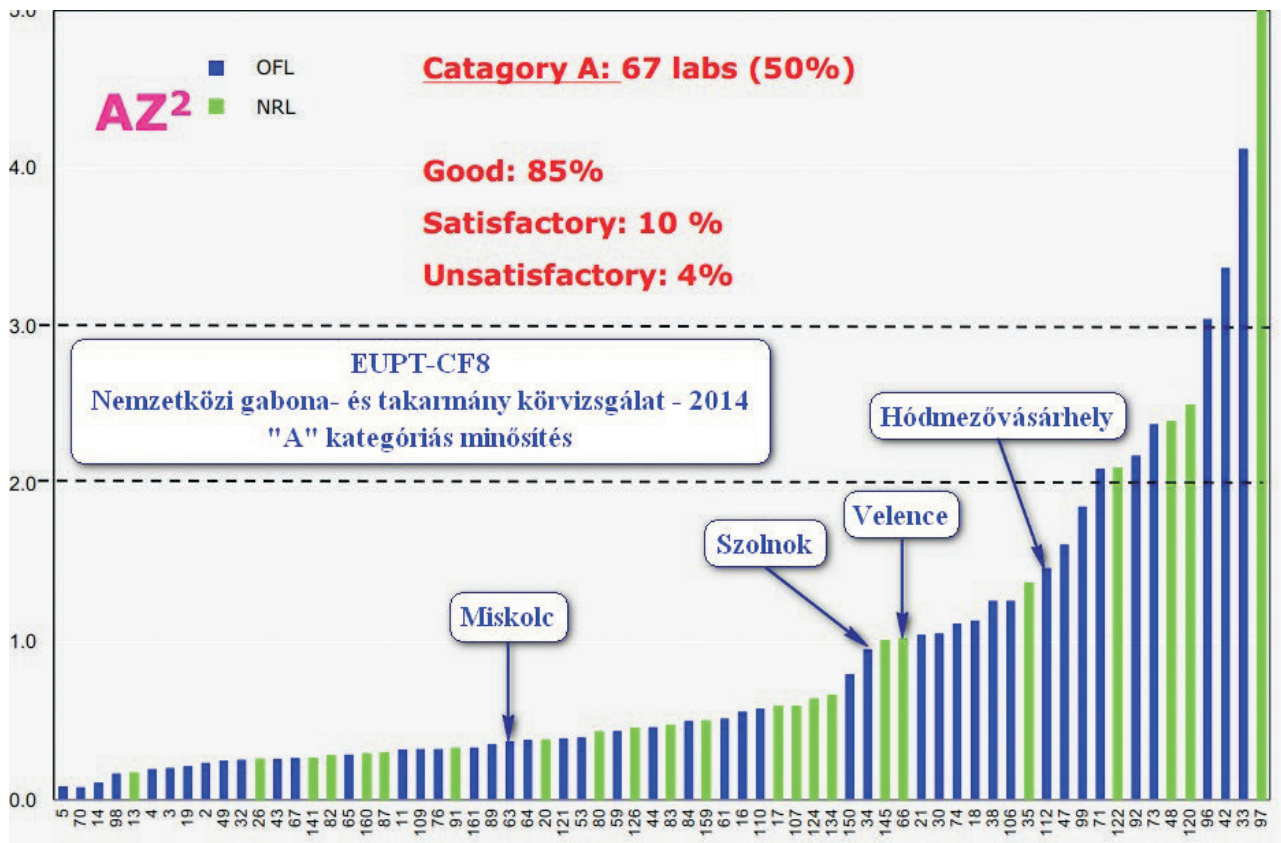
8. ábra. EU-PT-C6 Nemzetközi gabona körvizsgálat 2012.
Figure 8 EU-PT-C6 International grain proficiency program 2012.



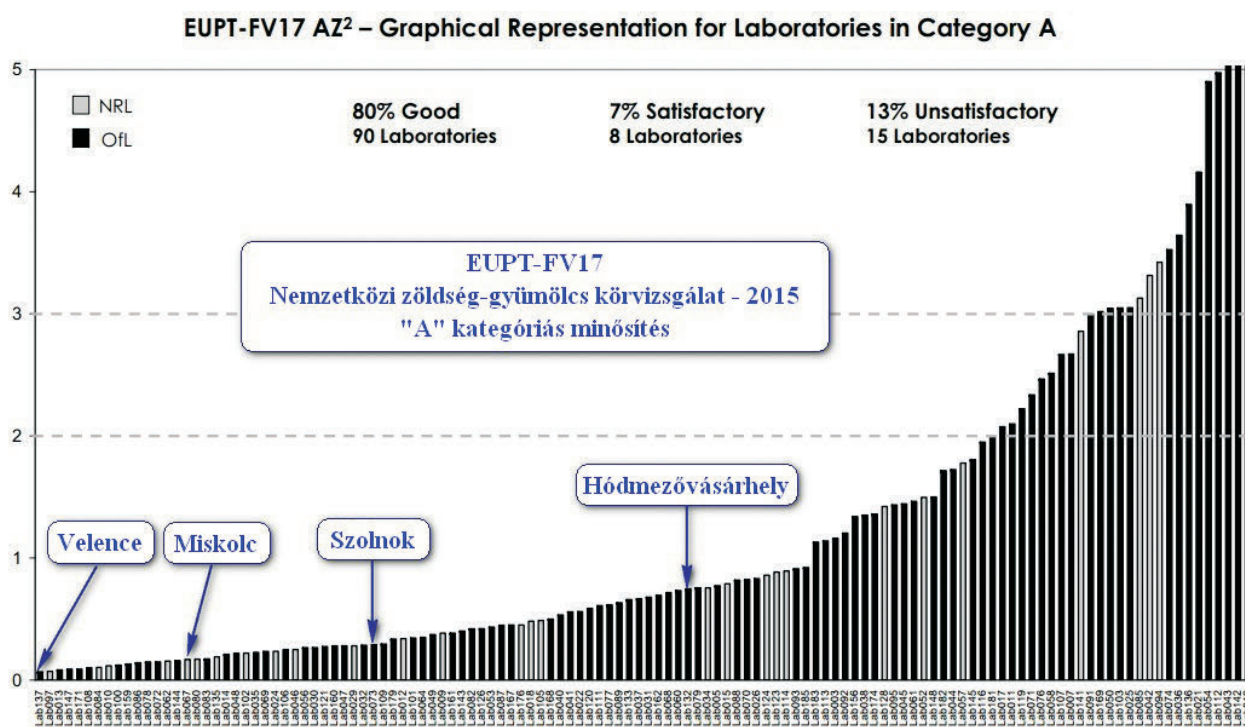
9. ábra EuPT-CF7 2013. Gabona és takarmány (tyúktáp) 120 résztvevő
 Figure 9 EuPT-CF7 2013. Grain and feedstock (chicken feed), 120 participants



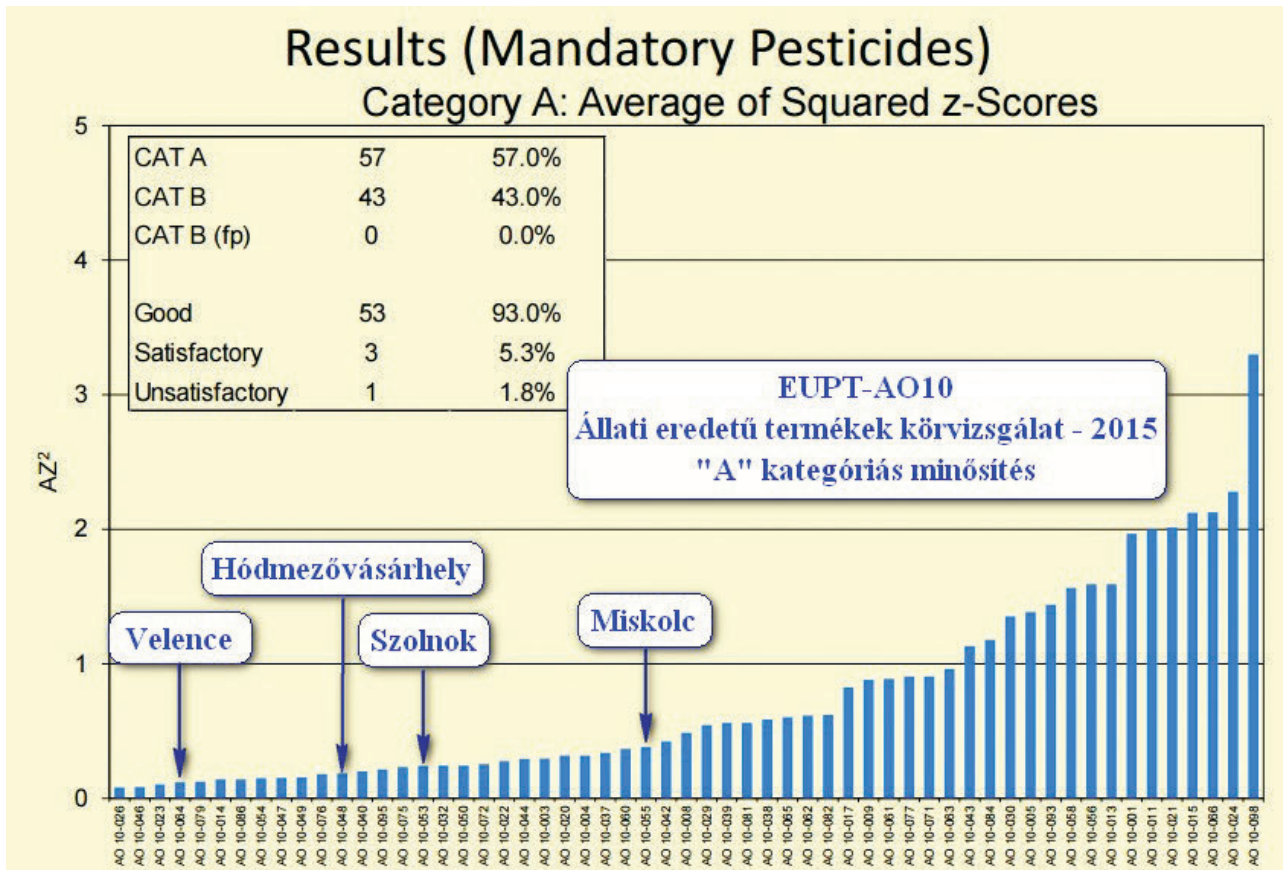
10. ábra Zöldség gyümölcs multi módszer 160 résztvevőből 54% az A kategóriás 2013-ban
 Figure 10 Fruit and vegetable multi method, 54% of 160 participants in category A in 2013



11. ábra Gabona takarmány körvizsgálat 2014
Figure 11 Grain feedstock proficiency program 2014



12. Zöldség gyümölcs multi módszer A kategóriája 2015-ben
Figure 12 Category A of the fruit and vegetable multi method in 2015



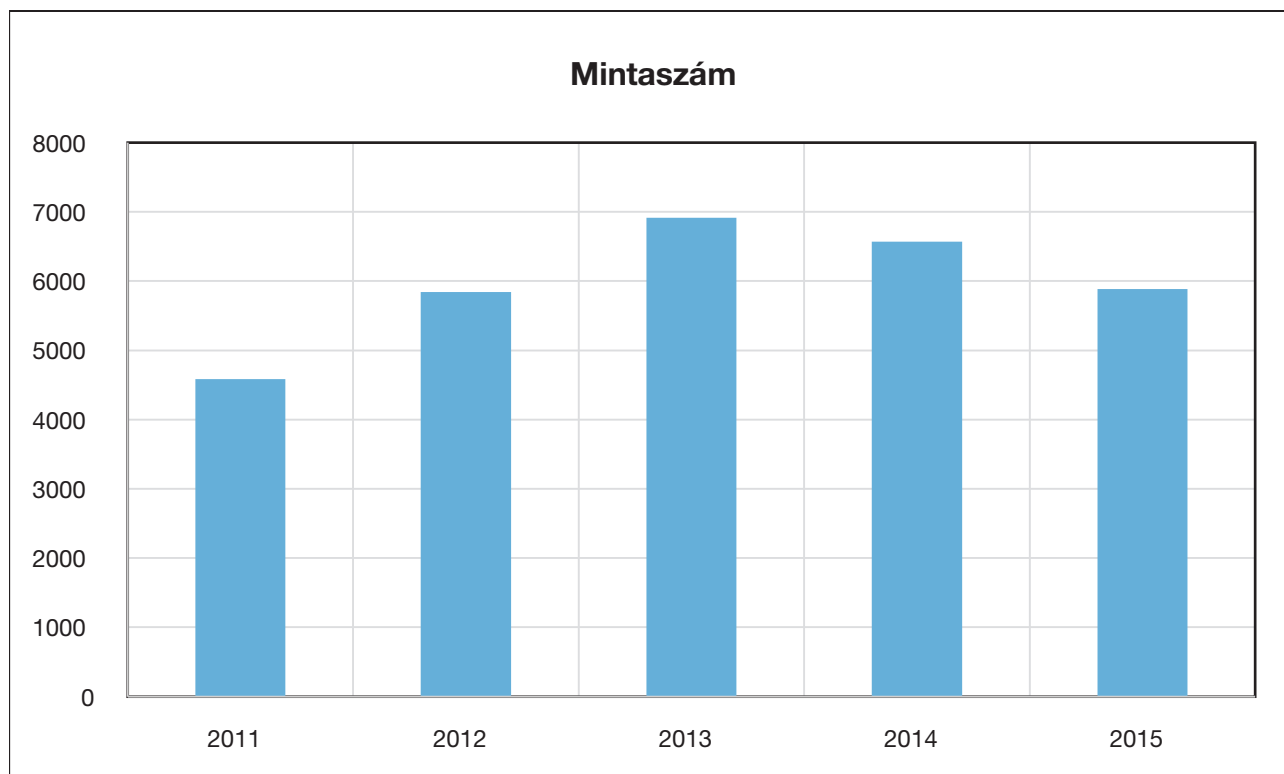
13. Állati eredetű termékek körvizsgálat 2015-ban
Figure 13 Proficiency program for products of animal origin invizsgálat 2015



14. ábra A BAZ-megyei laboratórium Arne Anderson díja.
Figure 14 Arne Anderson prize of the BAZ county laboratory.



15. ábra Vegyésztalálkozó Fácánkert 2006.05.20.
Figure 15 Chemists' meeting in Fácánkert, May 20, 2006



16. A vizsgált minták számának éves alakulása
Figure 16 Annual numbers of samples analyzed

TELJESÍTMÉNYBEN GYŐZTES NITROGÉN / FEHÉRJE tartalom mérő Dumas automata analizátorok



- * élelmiszerek
 - * talajok
 - * gabonák
 - * növények
 - * bio-iszapok
- vizsgálatához



Egyedülálló előnyök:

- * gyors és olcsó mérés: 4 perc/minta (napi >300 minta)
- * makro bemérés: 1g-ig / 5g-ig, detektálás: 500 mg N abs.
- * egyszerű felépítés, olcsó üzemeltetés CO2 gázzal, felügyelet nélkül
- * önregeneráló redukciós egység: karbantartás 2000 mérésenként
- * megbízható eredmények, kétfokozatú tökéletes égetés
- * évekig stabil kalibráció - egyetlen kalibráció minden mintára
- * extrém hosszú élettartam: a fő egységekre **10 év garancia**
- * bemérés 5mL-es acéltégelybe, mintaelőkészítés nélkül (MAX)

Árpád Ambrus¹, Adrien Vásárhelyi²

Received: 2015. September – Accepted: 2015. December

*Pesticide residue analysis in Hungary between 1967 and 2015**

* On the base of present article a plenary lecture held on February 16, 2016, within the framework of the 62nd Plant Protection Days at Hungarian Academy of Sciences.

1. Summary

Around the same time of the development of modern large scale plant protection, exemplary even on an international level, it became necessary to check pesticide residue concentrations in treated crops, soils and surface waters. OÉTI methods were continuously improved by the young, well-trained and enthusiastic staff of the testing laboratories equipped with state-of-the-art instruments, and procedures satisfying the needs of wide-ranging analytical tasks were developed, as a result of which a four-volume integrated method collection was already published in 1976, and from 1978 analytical results were already processed and evaluated with the help of computers.

By regular training courses and by prescribing strict quality assurance requirements, we ensured that the results of the 20 testing laboratories were comparable. For the staff of a network, having such a methodological background and this high level professional knowledge, it was not a problem to obtain accreditation, in accordance with international requirements, according to the Good Laboratory Practice (GLP) and standard ISO 17025, and then to participate outstandingly in international conferences and proficiency testing schemes after joining the European Union.

However, the economic state of the country did not allow for a large number of testing laboratories to be maintained. Concentration of the analyses and operating a smaller number of laboratories but with larger staffs were also justified by the optimal utilization of high performance, expensive instruments.

Reduction in the number of laboratories started at the beginning of the 90's, and currently there are 4 laboratories with 37 employees, performing the pesticide residue content inspection of nearly six to seven thousand samples of foods and feeds of animal or plant origin, and also a limited number of analyses investigating environmental pollutions.

Analytical requirements are continuously becoming stricter. Today, a pesticide residue testing laboratory is expected to analyze samples for the residues of 400-500 different pesticides and their toxic metabolites, within days. These expectations can only be met by using state-of-the-art instruments and, in this respect, we are seriously lagging behind. Following the instrument purchases and training courses held in 2008 within the framework of the EU transition facility programme, substantial purchases and organized training courses were very limited or non-existent. Replacement of the instruments that are 9 to 16 years old being at the very end of their expected life span, and regular training of the staff that, fortunately, consists mainly of young people, thus ensuring continuity, are necessary without delay for laboratories to be able to perform the control inspections essential for the realization of food safety objectives, satisfying EU requirements.

¹ Retired senior scientific adviser, National Food Chain Safety Office

² National Food Chain Safety Office, Directorate of Plant Protection, Soil Conservation and Agri-environment

2. The need for pesticide residue analysis and development of the testing network

In the 50s, damages due to the potato beetle, the fall webworm, the blossom feeder scarab and sugar beet pests had become commonplace all over Hungary, against which mandatory protection was ordered, using primarily persistent DDT and other chlorinated hydrocarbon pesticides. In 1954-55, county plant protection stations were established in every county, with extremely modest infrastructural backgrounds. In 1958, graduate training of plant protection special engineers was launched at the Gödöllő University of Agriculture. Systematic and complex development of plant protection is associated with the name of dr. Bálint Nagy, who considered Hungarian plant protection as a major element of the whole agricultural sector, affecting certain elements of the living and non-living environment, as well as society as a whole [1].

Integral elements of this comprehensive approach were the ban on organic chlorinated hydrocarbons (DDT, aldrin, dieldrin, HCH) that accumulate in the environment and human and animal tissues, instituted in Hungary in 1968, a world first, as well as mercury and arsenic removal programs. It became necessary to check regularly the residues of the ever-increasing amounts of the much more toxic organophosphorus, carbamate and other types of insecticidal, fungicidal and herbicidal agents replacing chlorinated hydrocarbons in treated crops, soils and surface waters. To this end, the Pesticide residue analytical group to section was established in 1967 as part of the MÉM Central Plant Protection and Quarantine Laboratory (MÉM KNKL) at the Budaörs site of the aerial plant protection unit operating within the framework of the Pest County Plant Protection Station.

Of the wide range of tasks of the Pesticide residue analytical group (NACs), the most important ones were as follows:

- taking over of the previous analytical experience and methods of the National Institute for Food and Nutrition Science (OÉTI) [2], development of new analytical methods;
- determination of the optimal operating parameters of the new instruments;
- organization of the county pesticide residue analytical laboratory network, its professional management, compilation of annual work programs;
- establishing a system of pesticide residue analyses, related to pesticide pre-authorization efficacy studies, evaluation of the test results;
- development of methods for verifying the effectiveness of protective equipment (gloves, filters, clothing) used during the application of pesticides, performing the analyses;

- methodological assistance to the development of the Hungarian pesticide industry.

Between 1968 and 1974, Pesticide residue testing laboratories were established and equipped with modern glass column gas chromatographs (**Figure 1**), thin layer chromatographs, UV spectrophotometers and other equipment necessary for the analyses. By orders of the Plant Protection Department Director, well-trained, enthusiastic chemists or people with degrees in chemistry/biology/physics were hired by the laboratories. The number of employees at each laboratory varied between 3 and 5 people.

Based on the annual work plan compiled by the NACs and approved by the Plant Protection Department of MÉM laboratories operated in the following areas:

- determination of the pesticide residue content of products of plant origin;
- testing of soils and surface waters for pesticide residues;
- performing pre-authorization and technology development pesticide experiments;
- performing regular control (what is called today quality management) measurements to verify the reliability of the analyses;
- development and adaptation of test methods;
- carrying out special analyses by the orders of the Plant Protection Department;
- assistance in investigating local problems.

3. Laying the foundation for world-class professional work

3.1. Coordinated method development

From the establishment of the first laboratories, we considered it an important aspect to involve all county employees in the development and implementation of the method development program. As opposed to the practice of other Hungarian institutions, method development was not the sole responsibility of the central laboratory. In this respect, there was no difference between the employees of the NACs and of the county laboratories. To develop a method suitable for the determination of a certain class of compounds, or to find the optimal operating conditions of certain instruments and their area of applicability, working groups were established, in which all of our colleagues participated according to their capabilities, but wholeheartedly and enthusiastically.

3.2. Regular theoretical and practical training courses

Experience in method development and analysis was exchanged at annual trainings and workshops during the year, where carrying out of the methods developed and instrument optimization were also demonstrated. The length of annual training courses was two weeks in the beginning, later it was five days and, by the end

of the 90s, it was only 2 or 3 days. Members of the staff of the network were asked to prepare for the trainings with theoretical lectures and practical demonstrations. This made it possible that, in spite of a lack of English skills, compared to today's levels, our colleagues could get acquainted with the theoretical basis of gas and thin layer chromatography, UV-VIS spectrophotometry and polarography, conditions for their proper use, the teaching of which was highly deficient at the universities, and they could use the instruments available to them not only routinely, but consciously. In addition to the professional advantages, trainings played an important role in establishing good work relations and a friendly atmosphere, making it possible to develop a united network of laboratories helping each other, and not competing with each other.

3.3. Setting high quality requirements and monitoring compliance with them

The work of the laboratories, performing the analyses correctly and proper documentation of the results were checked by NACs on-site 2-3 times a year. In 1974, we introduced the so-called test sample analyses, in which laboratories received samples containing 8-12 different pesticide residues four times a year, and they had to identify the active ingredients and determine their concentrations.

3.4. Utilizing international relationships and experience

When selecting and developing analytical methods, the experience gained in the Work Group on Methods of Analysis and Sampling of the Codex Committee on Pesticide Residues (CCPR) was utilized. Professional relationships established while participating in the Codex work, in the IUPAC Committee on Pesticide Chemistry and the FAO WHO expert committee on pesticide residues played an important role later in the area of international cooperations. Utilizing the bilateral scientific cooperation opportunities announced in the first half of the 90s, our colleagues spent nearly 50 months' time at leading English, Dutch, German, Austrian and American institutes, and employees of partner institutions were also hosted in our laboratories.

3.5. Management support

Coordinated development work and the holding of training courses was fully supported by the Plant Protection Department, indicated by their participation for shorter or longer periods. This is evidenced by the fact that the deputy head of the department, dr. Ferenc Hargitai was present for the full two weeks of the first training course. Appreciating the level of professional work, the management of the Plant Protection Department, the MÉM KNKL, and later the MÉM Plant Protection Center supported the regular organization of domestic and international training courses, participation in the work of international bodies and in international cooperations, and also publication of the results at in-

ternational professional conferences and workshops.

Throughout the years, we received special attention and support from department heads dr. Bálint Nagy, dr. Ferenc Hargitai, István Fésűs and dr. István Eke, and from directors dr. Imre Kovács and János Szabó. Without the support of the management and ensuring proper technical and human resources, the professionalism and enthusiasm of our colleagues would not have been enough to produce outstanding results on an international level. The excellent professional work was also recognized by senior management: three of our colleagues, entering their retirement years, were awarded the Hungarian Silver Cross of Merit in 2012 and 2013.

As a result of the combined effect of the five factors described above, county laboratories formed a well-organized, coherent unit, pesticide residue analytical results were equivalent, regardless of the laboratory, and with employees helping each other and willing to put major extra effort into their work for meaningful goals, internationally significant and recognized results could be achieved.

4. Results of coordinated, high quality professional work

4.1. Publication of an coherent analytical method book

As a result of systematic method development, within the plant protection organization we were the first to publish in 1976 a four-volume method book titled "Analytical methods of pesticide residues", containing methods checked in several laboratories and the theoretical basis of the analyses [3] (Figure 2), which served as the foundation for the analyses of the next decade. The following colleagues were involved in the preparation of the book: Á. Ambrus, Z. Árpád, Sz. Bálint, E. Dudar, I. Csatlós, A. Fülöp, F. Hargitai, J. Lantos, Á. Pápa, L. Sárvári and L. Szabó.

4.2. Publication of the results at international conferences and in scientific journals

As a recognition of high level professional work, the management of the Plant Protection Department made it possible for several employees of the network to participate in and present lectures at all IUPAC congresses starting from the IUPAC 3rd International Congress of Pesticide Chemistry in Helsinki in 1974 (with the exception of the one held in Australia in 2010). Funds to cover travel expenses were obtained from budget support, as well as from the gradually increasing revenue from international projects and expert activities.

Our general method suitable for the simultaneous determination of several pesticide residues, which formed the basis for the analyses, was presented as three posters at the 4th IUPAC Congress, and then it was published in three papers in the most prestigious scientific journal [4], [5], [6].

The column extraction method, generating great international attention, was also introduced at an IUPAC Congress (Ottawa 1986). There have been more than 200 independent references to the paper describing this [7]. The level of the posters presented is indicated by the fact that they were awarded first place positions among hundreds of posters twice, at the 10th and 13th congresses in Basel (Dr. Lajos Kadenczki and Gabriella Suszter) and in San Francisco (Zsuzsa Farkas, Kata Kerekes, Zsuzsanna Horváth, Gabriella Köteles-Suszter, Árpád Ambrus) (Figures 3 and 4).

4.3. Self-education

Although the primary task of the network was “routine” determination of pesticide residues, in addition to the carrying out the usual pesticide residue analytical tasks and related method development, intensive research work was also performed, increasing the reliability and correctness of the test results and facilitating the evaluation of the results and the assessment of the environmental impact of pesticides, mainly through the extra effort of participating colleagues. Targeted research work was also helped by the definition of method development tasks and by participating in international cooperations. 185 professional articles have been published in national and international journals by the network staff and 118 lectures were held on registered national and international forums. The list of relevant publications and lectures presented at international forums is contained in an electronic annex to this paper, available at the website of the Journal of Food Investigations: <http://eviko.hu/en-us/Downloads>

As a “byproduct” of this development work, Árpád Ambrus was awarded a candidatorial degree in the chemical sciences [8], while Miklósné Ferenczi [9], István Füzési [10], Lajos Kadenczki [11], Gabriella Károly [12], Istvánné Korsós [13], Ágoston Pápa [14] Etelka Solymos-Majzik [15], Mária Susán [16] and Györgyné Visi [17] prepared and successfully defended their doctoral theses.

4.4. Successful solving of specific professional tasks

It became clear that manual processing of the 50,000 to 80,000 analytical results obtained each year could only be done by spending disproportionate amounts of time on it, and even then, only partially. Therefore, the algorithm for computerized evaluation of the analytical results was developed in 1978, being the first within the plant protection organization, and its practical realization was achieved with the involvement of an external expert. Development of the program and processing of the results were done under rather unfavorable conditions on the central IBM 360 computer of MÉM, with machine time regularly provided between 2 and 4 am. The basic query format of the processing was also adopted by our Dutch colleagues. It was also used, complemented by several queries of other aspects, in our currently used computerized processing program developed within the framework of the EU

transition facility programme (2009). The increase in data volume can be illustrated by mentioning the fact that nearly 620,000 analytical results were processed and evaluated in the year 2014.

At the beginning of method development, to support the sampling process developed for Codex pesticide residue analyses [18], the pesticide residue distributions in individual crops (apple, tomato) and in incremental samples taken using a hand auger were investigated [19], as well as the errors of the sampling procedures used in pesticide experiments [20]. Taking incremental samples from randomly selected location was no easy task (Figure 5), but it was performed by our colleagues with great enthusiasm and precision, because they knew that useful results could only be obtained by carrying out the analytical study plan accurately. The procedure recommended for the determination of acute pesticide residue exposure was developed by the FAO/WHO expert meeting in 1995 [21], taking into consideration the analytical results obtained in 1977 for the pesticide residue distribution of incremental samples [19].

As a result of the faulty financial takeover practice, large amounts of nitrogen were used by producers when growing sugarbeet, resulting in beet sugar contents of 7-8% in some cases, overloading processing plants and decreasing percentage sugar yields significantly. It was our task in the initial phase of an agrochemical program based on targeted fertilization to develop a method for the determination of the nitrogen content of beet and soil, and to explore the relationship between them by analyzing samples taken from different locations. Urgent analyses, regularly lasting late into the night, were performed at the Komárom county Plant Protection Station by a team complemented by colleagues from Csongrád and Hajdú counties. Our results contributed to the development of the rational fertilization advisory system, thanks to which, and to the modified collection system, the sugar content of beet increased to 17-20% within a few years. Based on management decisions, the range of tasks of the laboratories was not extended with the planned nutritional analyses.

The rapid deterioration of the water quality of Lake Balaton was blamed on intensive agricultural production and livestock farming, even in certain scientific circles. Within the framework of an FAO project performed together with the Water Management Research Institute (VITUKI), a complex analytical program was designed at the beginning of the 80's, mainly involving the Somogy, Veszprém, Zala and BAZ county stations. In the project, among other things, pesticide residue, NO₃⁻, phosphorus and organic carbon contaminations and several water quality parameters of streams and rivers flowing into the Balaton were analyzed for a year. The contamination of shallow groundwaters of surrounding settlements in direct contact with Balaton were also investigated, as well as the relationship between agricultural production performed in the catchment ar-

reas of the Rakaca and Tetves creeks, as model areas, pesticide mobility and water quality. Our results clearly demonstrated that it was the untreated wastewater due to the greatly increased people spending their vacations at the surrounding settlements with no sanitation systems that was responsible for the deterioration of the water quality of Lake Balaton. Results were sufficient to convince members of the Balaton Subcommittee established under the auspices of the Hungarian Academy of Sciences (MTA), and in the proposal submitted to the Government they advocated the building of sanitation systems at the settlements surrounding Lake Balaton and proper treatment of wastewater as solutions. The result is well-known: today, the water quality of Lake Balaton is good again for vacationers and the local population to enjoy.

As a recognition of the high level professional work performed in the pesticide residue analytical network, we were given the task to hold the first FAO/WHO regional pesticide residue analytical training course. Although we had plenty of practice in compiling and presenting professional training courses in Hungarian, a training to be organized for European analysts presented a great challenge. Of the Hungarian experts, András Fülöp, Ferencné Hargitai, dr. Lajos Kadencki, dr. János Lantos, Györgyné Visi and dr. Katalin Soós of OÉTI were invited by dr. Árpád Ambrus, organizer of the training, to present the lectures and instruct laboratory exercises. Mr. Paul Baker (UK), dr. Roy Greenhalgh (Canada) and dr. Peter Greve (Netherlands) participated as foreign lecturers in the training of 15 Bulgarian, Greek, Yugoslavian, Polish, Maltese and Portuguese analysts at the Heves county Plant Protection Station in 1983. The material of the lectures and the exercises was published as a book by the WHO [22]. During the two-week training, close professional relationships and friendships were formed, lasting to this very day. This very successful event was followed by other 20-25-strong international training courses, held at the BAZ county (1996, 1998 and 2015) and Fejér county (2001) laboratories and in Budapest (2012). Over the years, we had the chance to have employees of several Hungarian institutions, as well as fellows of the FAO or the International Atomic Energy Agency (IAEA) get acquainted with the basics of pesticide residue analysis and good laboratory practice.

With the above-mentioned coherent testing regimen, professional knowledge and quality assurance program in our possession, it was not a problem to introduce working arrangements conforming to OECD's Good Laboratory Practice (GLP) guidelines. As the first phase of the preparation, in accordance with well-established practice, standard operating procedures were prepared together with a team selected from employees of the county laboratories, and in the second phase, these had to be updated in the laboratories and introduced into the daily work routine. Within a year after the approval of the preparatory program, international accreditation of the laboratories selected for obtaining GLP certification was performed in 1992. The commit-

tee consisted of dr. David Moore, former chairman of OECD's GLP Panel and head of the British GLP Compliance Monitoring Authority, dr. Peter Greve, chairman of the CCPR Analytical Working Committee and dr. Gézáné Perjés, inspector of the GLP supervision unit of the National Institute of Pharmacy (OGYI). The accreditation, performed with the participation of renowned international experts, was necessary, because the Hungarian GLP accreditation system was not yet internationally recognized at the time. Based on the very positive experience gained during the accreditation, on the recommendation of dr. David Moore, Hungary was invited to participate in OECD's GLP panel, a year before Hungary became member of the OECD.

5. International tests

Following Hungary's accession to the EU, participation of laboratories performing authority inspection tasks (OFL) and the national reference laboratories (NRL) in proficiency testing schemes became mandatory. These proficiency tests present a major professional challenge, because 15-22 pesticide residues and sometimes their metabolites have to be identified and quantified in different samples, several times a year.

Evaluation criteria are very strict. Without going into detail, their main theoretical principles are described below. If the pesticide residues in the sample are determined accurately by the laboratories, then measurement results will show a normal distribution. 68% of the results are expected to be in the μ (average) \pm s (standard deviation) range, 95% in the $\mu \pm 1.96s$ (roughly 2) range, and 99.7% in the $\mu \pm 3s$ range. According to the usual practice, results are considered to be good, if they fall in the $\mu \pm 2s$ range. In the case of proficiency tests, much stricter criteria apply. From the reported results, the average value (μ) and the standard deviation (σ) are calculated using robust statistical methods, and the z-value calculated from these $[z_i = (x_i - \mu) / \sigma]$ forms the basis for evaluation, according to the following formula.

Laboratories that identify correctly approximately 90% of the pesticide residues in the sample, and do not report pesticide residues that are not present in the sample (false positive detection) are classified as category 'A'. Laboratories not satisfying the requirements of category 'A' are considered unsatisfactory and are classified as category 'B'.

Within category 'A', laboratories with an AZ^2 number ≤ 2 receive a rating of good, those falling in the $2 < AZ^2 < 3$ range receive a rating of adequate, and those with an AZ^2 value ≥ 3 , a rating of inadequate.

It is clear that results with $Z \leq 1$ are rewarded, because Z^2 is then reduced, while $Z > 1$ results are penalized. For example, if the z-value calculated from the analytical result of one pesticide residue is 1.5 (a good result in normal practice), the calculated AZ^2 value in the PT (proficiency test) will be 2.25, and the result will be only "adequate". Considering that, in some cases, more than 160 labora-

tories participate in the analysis of a certain test sample, the overall scores of the Hungarian laboratories, summarized in **Table 1**, can be considered excellent.

The performances of participating European laboratories and of Hungarian pesticide residue analytical laboratories are illustrated in **Figures 6-13**. The figures clearly show that even the performance of category ‚A‘ laboratories varies widely. Hungarian pesticide residue analytical laboratories are continuously among the best, and have achieved the best results on several occasions, finishing ahead of much better equipped, “big-name” laboratories.

During the proficiency tests, several laboratories showed consistently outstanding performance over the years in different categories. In connection with this, to commemorate a prematurely deceased excellent Swedish analyst, the Arne Andersson award was founded, the purpose of which is to lift these authority laboratories from anonymity and reward them. During evaluation, results of the last three years are considered in each category. The award was first given in 2013 in four categories, and in the cereal category the Arne Anderson award was given to our Borsod-Abaúj-Zemplén county laboratory for the best performance (**Figure 13**). The Velence Pesticide Analytical Laboratory finished first among 185 participating laboratories.

6. Present and future

Personal relationships among the employees of the laboratories are very good, sometimes friendships have developed. Colleagues were happy to participate in the joint realization of common goals. Gradual closing of the laboratories did not influence the relationship between former colleagues, nearly sixty of whom were happy to participate in a meeting with excellent atmosphere, organized in Fácánkert on the occasion of the retirement of two of their colleagues (**Figure 14**), which was also attended by dr. Bálint Nagy, dr. Ferenc Hargitai and dr. István Eke, former heads of the Plant Protection Department.

After several reorganizations, of the 20 laboratories established in the early 1970s, only 4 still operate with a staff of 37 people, 20 of whom have university degrees. Since 2011, the laboratories have continued their work as organizational units of the National Food Chain Safety Office (NÉBIH), and their scope has expanded significantly to pesticide residue analysis in foods of animal origin, feeds, wine and, within the framework of environmental analyses, in bee carcasses. The significant decrease in the number of laboratories was partly justified by professional considerations. Current high-performance instruments requiring specific professional knowledge cannot be used efficiently in laboratories of 4-5 people. High procurement and operating costs can only be recouped under optimal utilization conditions. For supervising the realization of food safety and environmental objectives and for carrying out the necessary technology development analyses in plant protec-

tion, the current laboratory capacity is sufficient, if only barely (**Figure 15**). However, its further reduction would significantly endanger the security of basic service, and also the realization of the above government goals.

Maintaining the current analytical quality and performance is negatively affected by several factors.

Coordination of the work of the laboratories is performed by a single person, in addition to her other tasks, as an employee of the Directorate of Plant Protection, Soil Conservation and Agri-environment of the National Food Chain Safety Office (NÉBIH).

The cooperation between laboratories that worked very well and which had been very successful is now practically ceased to exist, resulting in significant extra work, because the same tasks have to be performed in each laboratory, instead of only one.

Instruments purchased in 2007 from the EU transition facility programme are nearing the end of their lives. Obtaining parts is becoming harder and harder because of the closing of manufacturers, and the business policies of the companies taking over the product portfolio. According to international standards, a manufacturer has to ensure the availability of parts for the instruments manufactured by him for 10 years. **9-17 years old** instruments that are still operational, due to very careful handling and thorough maintenance, can become irreparable at any time, making it impossible to perform the analyses on the work schedule. Analytical conditions have been improved by the 3 LC-MS/MS instruments installed in 2013-14, but provisions should be made for the continuous replacement of other instruments that cannot be safely maintained any more.

Since the training course that was organized in 2008-2009 within the framework of the EU Transitional Funding Project with the involvement of internationally renowned experts, that covered all branches of the field – the presentations of which were also published as a two-volume book [23] – there has been no professional training course providing new knowledge. For the optimal use of high performance instruments and to get to know the advantages of complex analytical methods (for example, the QuEChERS procedure that can be used in a number of specific variants) it would be necessary to learn about the latest scientific developments and their practical applications. It is very unfortunate that the management of NÉBIH did not take the extraordinary chance to invite the two prominent internationally renowned experts, Michelangelo Anastassiades and Lutz Alder, who were giving lectures in 2015 at an international training course held in Miskolc, for a one-day training for the Hungarian chemists as well.

If we want to maintain the current analytical quality and international prestige, urgent solutions to conquer the above problems have to be found.

7. Acknowledgement

Contributions of the colleagues providing data for the compilation of the material, and their valuable suggestions were essential for the preparation of this paper.

8. References

- [1] Eke I. (2015): A magyar növényvédelem aranykora. Magyar mezőgazdaság, 69. 46, p.20-22.
- [2] Cieleuszky, V. (1967): Peszticid-maradékok vizsgálati módszerei. (Jegyzet)
- [3] Ambrus Á., Árpád Z., Bálint Sz., Dudar E., Csatlós I., Fülöp A., Hargitai F-né, Lantos J., Pápa Á., Sárvári L., Szabó L. (1976): Növényvédőszer maradékok vizsgálati módszerei I-IV. MÉM Növényvédelmi és Agrokémiai Központ
- [4] Ambrus Á. Lantos J., Visi E., Csatlós I. Sárvári L. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, I. Extraction and cleanup. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.733-742.
- [5] Ambrus Á., Hargitai É., Károly G., Fülöp A., Lantos J. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, II. Thin Layer Chromatographic Determination, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.743-748.
- [6] Ambrus Á., Visi É., Zakar F., Hargitai É., Szabó L., Pápa Á. (1981): General Method for the Determination of Pesticide Residues in Samples of Plant Origin, Soil and Water, III. Gas Chromatographic Analysis and Confirmation J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, p.749-765.
- [7] Kadenczki L., Árpád Z., Gardi I., Ambrus Á., Gyórfi L. (1992): Column Extraction of Residues of Several Pesticides from Fruit and Vegetable Samples - a Simple Multiresidue Analysis Method, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 75. 1, p.53-61.
- [8] Ambrus Á. (1978): Karbamát alapú növényvédőszer maradékok meghatározása ismeretlen eredetű mintákban egyéb típusú hatóanyag maradékok mellett. Kandidátusi Értekezés. Magyar Tudományos Akadémia.
- [9] Ferenczi M-né. (1999): Növényvédőszer hatóanyagok környezetvédelmi vizsgálata a Balaton vízgyűjtőjén lévő szántóföldi modellterületen. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [10] Füzesi I. (1975): Diquat maradvány hatásának vizsgálata szarvasmarhákban. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [11] Kadenczki L. (1978): Karbofurán, dioxakarb és karbaril inszekticid karbamátok gázkromatográfiás meghatározása foszforilezés után. Doktori értekezés. Kossuth Lajos Tudományegyetem, Debrecen.
- [12] Károly G. (1985): Gyomirtószer és a talaj kapcsolatának vizsgálata. Doktori értekezés. Veszprémi Egyetem.
- [13] Korsós I-né (1983): Növényvédő szerek hatóanyagainak szűrővizsgálatára és azonosítására alkalmas vékonyréteg kromatográfiás elválasztási rendszer kifejlesztése. Doktori értekezés. Kossuth Lajos Tudományegyetem, Debrecen.
- [14] Pápa Á. (1986): Növényvédőszer-maradékok vizsgálata komlóban és sörben. Budapesti Műszaki Egyetem.
- [15] Solymosné Majzik E. (2006): Növényvédő szer hatóanyagok koncentrációjának meghatározása különböző SPE módszerek alkalmazásával felszín alatti és felszíni vízmintákból. Doktori értekezés Pannon Egyetem, Veszprém.
- [16] Susán M. (1980): A peszticid szint alakulása balatoni halakban. Doktori értekezés. Agrártudományi Egyetem, Keszthely.
- [17] Visi Gy-né (1985): Növényvédő szerek vízben való koncentráció csökkenésének vizsgálata akvárium modell rendszerekben, Doktori értekezés, Veszprémi Egyetem.
- [18] Codex Secretariat. Recommended method of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs, 2002. www.codexalimentarius.org/input/download/standards/361/CXG_033e.pdf (accessed January 6, 2016).
- [19] Ambrus Á. (1979): The Influence of Sampling Methods and other Field Techniques on the Results of Residue Analysis, in Frehse H., Geissbühler H.,(eds) Pesticide Residues. Pergamon Press, p. 6 -18.
- [20] Ambrus Á. Lantos J. (2002): Evaluation of the Studies on Decline of Pesticide Residues, J. Agric Food. Chem. 50. p. 4846-4851.
- [21] WHO. (1997): Guidelines for predicting dietary intake of pesticide residues, 2nd revised edition Unpublished document (WHO/FSF/FOS/97.7). <http://www.who.int/foodsafety/publications/pesticides/en/> (accessed 9. January 2016.)
- [22] Ambrus Á. (1984): Greenhalgh R. Pesticide Residue Analysis, WHO European Regional Office, Copenhagen
- [23] Ambrus Á., szerk. (2010): Methods for Safety Assessment of Food - Élelmiszerbiztonság Megítélési Módszerei. Proceedings of Training Workshops Vol.I ,II Edison House Holding Zrt, Budapest, ISBN 978-963-88947-0-0,



MINDENT MEGVÁLTOZTAT

A Shimadzu új LCMS-8060 készüléke úttörő fejlesztés az analízis minősége és sebessége területén. A hármaskvadrupól LCMS készülék magában foglalja az összes UF technológiát, ezáltal alkalmas nagy érzékenységű és robusztus módszereket igénylő applikációkhoz.

Kiváló érzékenység

A piacon az egyik legjobb érzékenységgel rendelkezik, amely az új UF Qarray technológián alapul, új határokat nyitva az MRM és full-scan érzékenységben.

Páratlan sebesség

A 30.000 u/s szkennelési sebességnek és az 5 ms alatti polaritás váltásnak köszönhetően, alkalmas nagy sebességű analízisek végrehajtására.

Kiemelkedő stabilitás

3,5% RSD* a csúcsterületekre, ami jól mutatja a készülék robusztusságát.

UFMS
ULTRA FAST MASS SPECTROMETRY

www.simkon.hu

*2400 minta injektálásából, fehérjekicsapás utáni humán plazma extraktumok, amelyek femtogramm mennyiségű hozzáadott alprazolamot tartalmaznak, 6 napos periódusban (naponta 400 minta injektálásából).

