

Peszticidanalitikai körvizsgálatok szervezésének feltételei és lehetőségei az élelmiszerellenőrző hálózatban

DRASKOVICS IMELDA*, MÁRTON ATTILA, FERENC**,
DUTKA FERENC**, VAJDA ÖDÖN*

*MÉM Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Központ, Budapest

**MTA Központi Kémiai Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1981. február 25.

Minden országnak, amely részt kíván venni a nemzetközi élelmiszer-kereskedelemben, ki kell dolgoznia a saját, törvényesített peszticidmaradék határérték rendszerét és meg kell oldania az ellenőrzés feladatát. Az ellenőrzés legmegbízhatóbb módszere, eszköze a hatékonyan működő vizsgáló laboratóriumok olyan hálózata, amely alkalmas a szermaradékok meghatározásának végrehajtására. A laboratóriumok eredményes tevékenységének alapvető feltétele, hogy a vizsgálatokhoz megfelelő analitikai módszerek álljanak rendelkezésre.

Ilyen analitikai módszerekre feltétlenül szükség van, még akkor is, ha a hatóanyagot gyártó vállalatok kötelezettek termékeik analizésére alkalmas eljárást is kidolgozni és a felhasználó rendelkezésére bocsátani. Kétségtelen ugyanis, hogy a maradványanalízis detektálási lépése egy adott peszticid esetében elég egyszerű, de lényegesen bonyolultabb a helyzet, ha az adott peszticidet más peszticidfelelések mellett, biológiai eredetű mintában kell meghatározni.

Az ilyen minták – így az élelmiszerek is – speciális problémát jelentenek. Víz-, zsír-, színező anyagtartalmuk igen különböző lehet, ezért sajátos feldolgozást igényelnek. Emellett a peszticidek igen különböző kémiai tulajdonságokkal rendelkeznek, a teljesen ionostól az apoláros karakterig s így általános analitikai séma kifejlesztése rendkívül komplikált feladat. Továbbá a vizsgálandó minta a szermaradékot csupán μg , illetve ng mennyiségben tartalmazza. Ehhez járul még a természetes anyagokkal, vagy más kemikáliák nyomaival való interferencia lehetősége.

Ezek a tényezők okozzák azt, hogy a peszticidmaradékok kimutatása élelmiszerekben nem egyszerű kérdés és számos olyan analitikai módszer, amely jól bevált relative tiszta mintákra, kudarcot vall, ha élelmiszeripari készítményekre alkalmazzák.

A hazai módszerfejlesztés elsőrendű feladata a nemzetközileg elfogadható és elfogadtatható analitikai eljárások teljesítőképségének kritikai ellenőrzése és hazai körülményekre történő adaptálása.

Az analitikai adatoknak pontosan kell meghatározniuk egy adott minta kvalitatív és kvantitatív peszticid tartalmát a peszticid bármely mennyiségénél.

A végső adatok megbízhatósága érdekében mind az alkalmazott analitika eljárásokkal, mind a vizsgáló laboratóriumokkal szemben szigorú követelményeket kell támasztani.

Az *analitikus szakértelme* és a *módszer reprodukálhatósága* *körvizsgálatokból* állapítható meg. A különböző laboratóriumokban nyert eredmények jelzik, hogy az analitikus milyen irányú *szakmai továbbképzésére*, illetve az analitikai módszer mely műveleteinek a *jávitására* van szükség. Ha egy analitikai módszer körvizsgálati elemzés alapján jó eredményt adott, akkor átment az elképzelhető legszigorúbb ellenőrzésen és eredményeit a gyakorlatban minden analitikus és ellenőrző hatóság elfogadhatja. A körvizsgálatok ugyanakkor részét alkotják egy megbízható *szakemberegárda képzésének*. Körvizsgálatra csak olyan módszer bocsátható, amelyet egy laboratóriumban már kidolgoztak és ellenőriztek, majd pedig kellő részletességgel és útbaigazításokat is tartalmazóan leírtak. A körvizsgálat résztvevői ezen módszerleírás alapján dolgoznak, tehát technikai újdonságokat és gyakorlati fogásokat szükségszerűen megismernek. A körvizsgálatra való felkészülés és a részvétel hozzásegíti a szakembereket a helyes analitikai gyakorlat kialakításához.

Körvizsgálatok szervezése

Körvizsgálatok hatékony szervezéséhez (1, 2) *koordináló laboratórium* szükséges, amelynek szerepe elsősorban a *számbajöhető módszerek kiválasztása* és azok *kísérletes ellenőrzése*. A legtöbbet ígérő módszer ezen ellenőrzések alapján kerülhet további vizsgálatra annak megállapítására, hogy vannak-e gyenge pontjai. Ezek kiküszöbölése után a módszert világosan és részletesen le kell írni. Ideális esetben ezután következhet a körvizsgálat lebonyolítása.

A körvizsgálatok sikeres lebonyolításának feltétele, hogy a *résztvevők a módszert előzetesen begyakorolják*. Ha az analitikus valamiben bizonytalan, konzultálnia kell előzetesen olyannal, aki az alkalmazandó technikában már elegendő kísérleti tapasztalattal rendelkezik.

Kívánatos legalább 8–12 laboratórium részvétele egy körvizsgálatban. Jobb, ha több laboratórium végez egyenként kevesebb analízist, mint ha kevés laboratórium sok mintát analizál. A körvizsgálat eredményeinek varianciája laboratóriumon belüli és laboratóriumok közötti reprodukálhatóságot is tartalmaz és kísérleti tény, hogy az utóbbi általában többszörösen nagyobb az elsőnél. Éppen ezért nagy figyelmet kell fordítani az interlaboratóriumi variancia pontos értékelésére, amihez a résztvevők említett minimális létszáma szükséges.

Egy módszer hatékonyságának körvizsgálatban való ellenőrzésére két mód van:

1. *Szennyezett minta*, amikor ismert mennyiségű peszticid(ek)et adnak megfelelően nagy volumenű, homogén élelmiszermintához és ebből küldenek mintát a résztvevőknek. Mivel a minta küldése általában postán történik, a *szennyezett mintának* eléggé *stabilnak*, vagy *stabilizálnak* kell lennie, hogy a pár napig tartó szállítást mind az élelmiszer, mind a peszticid bomlás nélkül elbírja.
2. A mintának a *résztvevők által történő szennyezése*, amikor a résztvevőket kéri fel arra, hogy maguk szerezzenek be élelmiszermintát és a szennyezettségét ellenőrzik. Ezután adjanak a mintához a vizsgálat megkezdése előtt ismert térfogatú, de ismeretlen összetételű és koncentrációjú peszticidoldatot, amelyet a koordináló laboratórium bocsát rendelkezésre, majd analizálják a mintát.

Cél, hogy a körvizsgálati minták szennyezettségének szintje a kereskedelmi forgalomban engedélyezett határérték nagyságrendjében legyen, bár néha szokás az engedélyezett határérték egynegyedénél alacsonyabb értékkel szennyezni.

A módszer hitelességét annál a szintnél célszerű ellenőrizni, amely szintnél az eredményeknek bizonyító erejűeknek kell lenniük, azaz reklamáció esetén a legszigorúbb felülvizsgálatot is elbírák.

Az *analízisek eredményeit*, valamint a *résztevők kiegészítő*, vagy bíráló *megjegyzéseit* és a felmerült *nehézségeket* a koordináló laboratórium gyűjti össze és regisztrálja. Célszerű *értekezletet* összehívni, amelyen a részttevők megvitathatják az eredményeket, illetve nehézségeket és utóbbiakat megpróbálják megoldani. Ennek mindenképpen hatékonyabb módja a *személyes megbeszélés*, mint a levelezés útján történő konzultáció. Szükséges lehet személyes megbeszélés összehívása a körvizsgálat tervezésének időszakában is.

A körvizsgálatok eredményeinek értékelését minden résztvevővel ismertetni kell, majd ezt követően minél szélesebb körben publikálni. Így a lehető legtöbb ellenőrző hatóság és analitikus tájékozódhat a vizsgált módszer teljesítőképességéről.

A körvizsgálatok eredményeinek értékelése

A körvizsgálatok kettős célja az analitikai módszer, illetve a vizsgáló laboratórium ellenőrzése. Ebből adódóan az analízist úgy kell végezni, hogy az eredmények mindkét területről kellő mennyiségű információt szolgáltassanak (3).

A körvizsgálati eredmények értékelésének szempontjai (4):

- *kiértékelni* az analitikai eredmények varianciáját olyan homogén minta analízisének, amely a leggyakrabban szokásos stabil, a mintában oldódó, ahhoz nem kötődő peszticideket tartalmazza,
- *megállapítani*, hogy az analitikus képes-e a szermaradványokat elfogadható pontossággal kimutatni, azonosítani és mennyiségileg meghatározni,
- *felmérni*, hogy a laboratóriumok képesek-e ugyanabból a mintából reprodukálható eredményeket kapni,
- *meghatározni* a variációs koefficienset,
- *eldönteni*, hogy melyik az az analitikai módszer, amely szignifikánsan jó eredményeket szolgáltat.

Az irodalomban ismertetett körvizsgálatok elemzése alapján kitűnik, hogy ha ugyanazon, vagy hasonló típusú élelmiszerekből sok analízist végeznek, mindig akad egy-két laboratórium, amelynek eredményei következetesen magasabbak, vagy alacsonyabbak, mint a többié. Ez néha már az adatokra való rátekintésből látszik, néha csak statisztikai elemzésből derül ki (5). Az ilyen nagyon magas, vagy nagyon alacsony eredményeket az értékelők esetenként kihagyják a módszer pontosságának és reprodukálhatóságának a számításánál. Egyes eredményeknek az értékelésből való kihagyása előtt azonban nagyon alaposan fel kell deríteni, hogy az eltérést mi okozta: a módszer helytelen alkalmazása, vagy a nem kielégítő módszerleírás. Ezt legkönnyebben az érintett laboratóriumokkal való konzultáció útján lehet tisztázni. Eredmény akkor hagyható ki az értékelésből, ha a hiba okainak feltárása alapján a résztvevő azt maga vonja vissza.

Körvizsgálati program az élelmiszerellenőrző hálózatban

Az élelmiszerellenőrző hálózat (Fővárosi és Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetek) toxikológiai laboratóriumainak részvételével szervezett körvizsgálatokat a MÉM Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Központ és az MTA

Központi Kémiai Kutató Intézet együttműködve koordinálja. A körvizsgálat sikeres lebonyolítása széles körű tevékenységet igényel mind a koordináló, mind a résztvevő laboratóriumok részéről.

- A két együttműködő intézménynek mint koordinátornak feladata elsősorban
- a vizsgáló módszerek kidolgozása, illetve
 - adaptálása hazai körülményekre, továbbá
 - kritikai ellenőrzése s az ellenőrzött és jónak bizonyult
 - módszerek részletes leírása a résztvevők számára.

Ezt követi a körvizsgálat lebonyolítása, amely a szakembergárda speciális szakismereteinek színvonalát figyelembe véve két lépésben történik: először *módszertani rutinellenőrzés* végzése a vizsgálandó peszticidok standard oldatainak elemzése útján, majd ennek eredményességétől függően második lépésben *peszticiddel szennyezett élelmiszerminták* vizsgálata. Az adatok *összegyűjtéséről*, az eredmények *kiértékeléséről* és az ezt követő *diskusszió* megszervezéséről, valamint az eredmények *publikálásáról* szintén a koordinálók gondoskodnak.

Ugyancsak a koordinálóknak volt célszerű gondoskodni a felhasználandó *vegyszerek központi beszerzéséről*, módszerek ajánlásáról a *reagensek tisztítására*, a megfelelő *peszticidanalitikai laboratóriumi felszerelés* beszerzésének és folyamatos pótlásának biztosításáról és a rendszeres *szakemberképzésről*. A szakemberek továbbképzése a MÉM Mérnök- és Vezetőtovábbképző Intézet tematikájába iktatott, az élelmiszerek peszticidszennyezettségével kapcsolatos időszerű kérdések ismertetésével és laboratóriumi gyakorlatok keretében történt.

A valamennyi szükséges feltétel biztosítása után szervezett körvizsgálatok eredményeiről külön dolgozatban számolunk be.

I R O D A L O M

- (1) Youden W. J.: JAOAC 45, 169, 1962.
- (2) Smart N. A.: Res. Rev. 64, 1, 1976.
- (3) Report of the AOAC Committee on Collaborative Studies Anal. Chem. 50. 337A, 1978.
- (4) Egan H.: JAOAC 60, 260, 1977.
- (5) Codex Committee on Pesticide Residues. Document PB 256. Australian Government Publishing Service, Canberra, 1976.