

A növényvédőszer-analitika aktuális minőségbiztosítási kérdései, azaz hogyan legyünk „rugalmasak”?

Solymosné Majzik Etelka

Hungalimentaria - 2017.04.26-27.

Élelmiszerlánc-biztonság és növényvédőszer-analitika

Növényvédő
szer
készítmények
Szermaradékok
vizsgálatai

- A növényvédő szerek maradékai a kémiai élelmiszerlánc-biztonság egyik legfontosabb kockázati tényezői, így fontos
 - a növényvédő szer készítmények minőségének vizsgálata
 - hatóanyag-tartalom, fizikai és kémiai paraméterek, (szennyezők)
 - a szermaradékok alakulásának ellenőrzése
 - hatóanyagok, bomlástermékek – mintamátrixok (növényi, állati eredetű feldolgozatlan és feldolgozott élelmiszerek, takarmányok, méhek és méhészeti termékek, talajok, vizek...)

MK, ME, MU

*Minőség-
irányítási
személyzet*

EU előírások

*Jártassági
vizsgálatok*

*Belső ellenőrző
vizsgálatok*

Belső auditok

*Vezetőségi
átvizsgálás*

*Hibajavító
tevékenység*

NAH

Minősbiztosítás és növényvédőszer-analitika

- Minőségirányítási dokumentáció (MK, ME, MU)
- Minőségirányítási személyzet
- SANTE/11945/2015 számú Európai Uniók irányelv ad iránymutatást a szermaradék-analitikai módszerek alkalmazásának megállapításához és validálásához, továbbá a szermaradék monitoring mérések minőségének folyamatos ellenőrzéséhez
- Nemzetközi és hazai körmérésekben való részvétel, laboratóriumok közötti összemérések (jártassági vizsgálatok)
- Belső ellenőrző vizsgálatok
 - Párhuzamos, ismételt, megerősítő (konfirm) vizsgálatok, visszanyerések, külső és belső standardok, izotópjelzett belső standardok használata, „szupervizsgálatok”

MK, ME, MU

*Minőség-
irányítási
személyzet*

EU előírások

*Jártassági
vizsgálatok*

*Belső ellenőrző
vizsgálatok*

Belső auditok

*Vezetőségi
átvizsgálás*

*Hibajavító
tevékenység*

NAH

Minősbiztosítás és növényvédőszer-analitika

- Belső auditok
- Vezetőségi átvizsgálás
- Előzőekkel összhangban hibafeltárás és hibajavító tevékenység, vevői panaszok kezelése
- Fejlesztések, képzések, szakmai kapcsolattartás (EU-NRL)
- Akkreditálás (Nemzeti Akkreditáló Hatóság - NAH)
 - Új akkreditálás
 - Felügyeleti vizsgálat
 - Területbővítés
 - Az akkreditálás műszaki területe rugalmas bővíthetősége

Az akkreditálás műszaki területe rugalmas bővítése

- A NAT az EA-2/15 M:2008 követelmények szerint akkreditálta
- A NAH a 2016. április 26-án hatályba lépett NAR-31 szabályzat szerint akkreditálja ezt a területet
- Ennek eredményeképpen az adott laboratórium egy akkreditált eljárással rendelkezik az akkreditálás műszaki területének rugalmas bővítésére
- A Velencei Növényvédőszer-analitikai laboratórium 2016. évben kidolgozott és a NAH részére benyújtott, majd 2017. április 6-tól akkreditált eljárással rendelkezik erre a területre

Igény a műszaki terület rugalmas bővíthetőségére

Szermaradék-analitika területén

- A tervezett monitoring vizsgálatok során több száz komponens szűrővizsgálata történik, mely a határérték rendelet folyamatos változása (pl. alacsonyabb alsó méréshatár igénye) és az újabb komponensek és bomlástermékek vizsgálatba történő bevonása miatt változik
- A vevői megrendelések esetén felmerülő nem várt igények
- Előre nem tervezhető problémás esetek (szerelsodródás, méhmérgezés, környezeti károkozás) hatósági kivizsgálása során szükségessé váló módosítások

Miért merült fel az igény?

Szermaradék-analitika

Igény a műszaki terület rugalmas bővíthetőségére

Növényvédőszer-minőségvizsgálat területén

- A laboratóriumunk által kifejlesztett saját HPLC módszer folyamatos bővítése további hatóanyagokkal, különösen melyekre nem áll rendelkezésre CIPAC módszer, vagy melyekre a CIPAC módszer elavult
- Előre nem tervezhető problémás esetek hatósági kivizsgálása során szükségessé váló módosítások, különös tekintettel arra, hogy a készítmények hatósági vizsgálatát országos hatáskörrel végezzük
- A vevői megrendelések esetén felmerülő nem várt igények

Miért merült fel az igény?

*Növényvédőszer-
minőség-
vizsgálata*

A rugalmas bővíthetőség területei

Szermaradék-analitika területén

- A vizsgált termék/anyag változtatása, új mintamátrix bevezetése
- Új vizsgált komponens beillesztése a vizsgálati területbe
- Fix területben már szereplő komponensre új alsó méréshatár bevezetése
- Változások bevezetése a vizsgálati módszerek tekintetében azonos mérési elv és azonos műszaki tartalom mellett
- A vizsgálati módszerek műszaki tartalmában bekövetkezett változások követése azonos mérési elv mellett

Területek

Szermaradék-analitika

Mintamátrixok

Vizsgálandó komponensek

Alacsonyabb alsó méréshatár

Változó analitikai módszerek

A rugalmas bővíthetőség területei

Növényvédőszer-minőségvizsgálat területén

- Új vizsgált komponens/mért paraméter beillesztése a vizsgálati területbe
- Változások bevezetése a vizsgálati módszerek tekintetében azonos mérési elv és azonos műszaki tartalom mellett
- A vizsgálati módszerek műszaki tartalmában bekövetkezett változások követése azonos mérési elv mellett

Területek

*Növényvédő
szerek
minőség-
vizsgálata*

*Vizsgálandó
komponensek*

*Változó
analitikai
módszerek*

Rugalmas akkreditált terület alkalmazási lehetőségei

Terület

vizsgált
termék/anyag
(mintamátrix)
változtatása

Esetek	Eljárás	Felmerülő kérdések/megjegyzések
A mátrix szerepel a szabványban, vagy validált módszerben, de eddig nem volt akkreditálva a fix területen	A módszer alkalmazhatóságát bizonyítani kell a laboratóriumban az adott mintamátrixra vonatkozóan (módszer verifikálás)	Az új mátrixot minden, a fix területen szereplő komponensre bővíteni szeretnénk? Ha igen, akkor mindre verifikálni/validálni kell. Ha erre nincs szükségünk, akkor hogy szerepeltessük az eljárás lefolytatása után a fix területben?
A mátrix nem szerepel a szabványban, vagy validált módszerben	A módszert az adott mintamátrixra teljes körűen validálni kell	

Rugalmas akkreditált terület alkalmazási lehetőségei

Terület

Új vizsgált komponens beillesztése a vizsgálati területbe

Esetek	Eljárás	Felmerülő kérdések/megjegyzések
A komponens szerepel a szabványban, vagy validált módszerben, de eddig nem volt akkreditálva a fix területen, vagy a kívánt műszeres mérési (detektálási) eljárással nem szerepelt	A módszer alkalmazhatóságát bizonyítani kell a laboratóriumban az adott komponensre vonatkozóan a kívánt detektálási móddal, (módszer verifikálás)	Az új komponenst minden, a fix területen szereplő mátrixra bővíteni szeretnénk? Ha igen, akkor mindre verifikálni/validálni kell. Ha nem, akkor hogy szerepeltessük az eljárás lefolytatása után a fix területben?
A komponens nem szerepel a szabványban, vagy validált módszerben, vagy a kívánt műszeres mérési (detektálási) eljárással nem szerepel	A módszert az adott komponensre teljes körűen validálni kell (a kívánt detektálási móddal)	Ha az új komponens szerepel a validált módszerben csak másik műszeres mérési (detektálási) móddal, akkor úgy tekintendő, mintha nem szerepelne.

Rugalmas akkreditált terület alkalmazási lehetőségei

Terület

Fix területben már szereplő komponensre új alsó méréshatár bevezetése

Esetek	Eljárás	Felmerülő kérdések/megjegyzések
A komponens szerepel a szabványban, vagy validált módszerben a kívánt alsó méréshatárral, de eddig nem erre volt akkreditálva a laboratóriumban	A módszer alkalmazhatóságát bizonyítani kell a laboratóriumban a komponens új alsó méréshatárára (módszer verifikálás)	A megengedett maradék értékek folyamatos változása és a műszeres mérések fejlődése miatt reális igény az alsó méréshatár csökkentése. (SANCO/12574/2014 dokumentum, summing up of LOQs in case of complex res. def.)
A komponens nem szerepel a szabványban, vagy validált módszerben a kívánt alsó méréshatárral	A módszert validálni kell a laboratóriumban a komponens új alsó méréshatárára	Ha nem az összes mintamatrixot érinti az alsó méréshatár változtatása, akkor az eljárás lefolytatása után hogy szerepeltethető a fix területben?

Rugalmas akkreditált terület alkalmazási lehetőségei

Terület

Változások bevezetése a vizsgálati módszerek tekintetében azonos mérési elv és azonos műszaki tartalom mellett

Esetek	Eljárás	Felmerülő kérdések/megjegyzések
A szabványos vagy saját validált módszer megnevezésében, vagy évszámjelzetében bekövetkezett változás követése	Amennyiben a két módszer műszaki tartalma és teljesítményjellemzői azonosak és ez bizonyított, akkor az új módszer név, vagy/és évszámjelzet átvezetésre kerül a dokumentációban	Kérdés, hogy mikor tekinthető bizonyítottnak az azonosság? NAR-31 2.1. pontja tartalmazza A NAR-01 6.3.4. pontja szerint a jelzet változás átvezetése lehetséges rugalmas akkreditáció nélkül is!
A saját kidolgozású módszer új kiadását kívánunk bevezetni	A módszer alkalmazhatóságát bizonyítani kell a laboratóriumban a fix területen megadott mátrixokra és komponensekre (módszer verifikálás)	A bizonyítás mértéke kérdés a mátrixokat (mátrix típusokat) és komponenseket illetően (több száz komponensre érint).

Rugalmas akkreditált terület alkalmazási lehetőségei

Terület

A vizsgálati módszerek műszaki tartalmában bekövetkezett változások követése azonos mérési elv mellett

Esetek	Eljárás	Felmerülő kérdések/megjegyzések
A szabvány új kiadása jelenik meg megváltozott műszaki tartalommal	Az új szabványos módszerben megadott teljesítmény-jellemzőket ki kell mérni (validálni kell) a laboratóriumban a fix területen megadott mátrixokra és komponensekre	A bizonyítás mértéke kérdés a mátrixokat (mátrix típusokat) és komponenseket illetően (több száz komponenst érint).
A saját kidolgozású módszer új kiadását kívánunk bevezetni, melynek műszaki tartalmában eltérés van a fix területen szereplő módszerrel szemben	A módszer validálását el kell végezni a laboratóriumban a fix területen megadott mátrixokra és komponensekre	

Rugalmas terület - Példák

Rugalmas terület

vizsgált termék/anyag (mintamátrix)

A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, alsó méréshatár	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója
Növényi eredetű élelmiszerek, bébiétel, egyéb növényi eredetű anyagok <i>(Rugalmas terület)</i>	Erősen poláros komponensek folyadékkromatográfia (LC-MS/MS) ciromazin; etefon; foszetil; foszforosav; glifozát; klorát; klórmekvát (klórmekvát-klorid); mepikvát (mepikvát-klorid); perklorát alsó méréshatár (LOQ) = 0,002-0,05 mg/kg	MR 514:2016

Rugalmas terület - Példák

Rugalmas terület

vizsgált/mért jellemző (komponens)

A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, alsó méréshatár	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója
Növényi eredetű élelmiszerek (gyümölcsök, szárított gyümölcsök, zöldségek, gabonafélék, egyéb szemes termények és mindezek feldolgozott termékei), bébiétel, egyéb növényi eredetű anyagok	Erősen poláros komponensek folyadékkromatográfia (LC-MS/MS) <i>(Rugalmas terület)</i> alsó méréshatár (LOQ) egyedileg megállapított, a mért komponenstől függően	MR 514:2016

Rugalmas terület - Példák

Rugalmas terület

vizsgált/mért jellemző (komponens) alsó méréshatára

A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, alsó méréshatár	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója
Növényi eredetű élelmiszerek (gyümölcsök, szárított gyümölcsök, zöldségek, gabonafélék, egyéb szemes termények és mindezek feldolgozott termékei), bébiétel, egyéb növényi eredetű anyagok	Erősen poláros komponensek folyadékkromatográfia (LC-MS/MS) ciromazin; etefon; foszetil; foszforossav; glifozát; klorát; klórmekvát (klórmekvát-klorid); mepikvát (mepikvát-klorid); perklorát alsó méréshatár (Rugalmas terület)	MR 514:2016

Rugalmas terület - Példák

Rugalmas terület

Vizsgálati módszer

A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, alsó méréshatár	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója
Növényi eredetű élelmiszerek (gyümölcsök, szárított gyümölcsök, zöldségek, gabonafélék, egyéb szemes termények és mindezek feldolgozott termékei), bébiétel, egyéb növényi eredetű anyagok	Erősen poláros komponensek folyadékkromatográfia (LC-MS/MS) ciromazin; etefon; foszetil; foszforossav; glifozát; klorát; klórmekvát (klórmekvát-klorid); mepikvát (mepikvát-klorid); perklorát alsó méréshatár (LOQ) = 0,002-0,05 mg/kg	MR 514 <i>(Rugalmas terület)</i>

Rugalmas terület - Példák

Rugalmas terület

Vizsgálati módszer

A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, megengedett vizsgálati eltérés	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója
Növényvédő szer	Növényvédő szer hatóanyagok folyadékkromatográfia (UV) gázkromatográfia (FID) <i>(Rugalmas terület)</i> R egyedileg megállapított, a mért hatóanyagtól függően	CIPAC módszer <i>(Rugalmas terület)</i>

Feltételek

Követelmények

A rugalmas bővíthetőség feltételei

- A laboratóriumnak akkreditált eljárással (minőségirányítási eljárás és szükség szerint munkautasítás) kell rendelkeznie az előzőekben megadott vagy igény szerint további műszaki területek rugalmas bővítésére
- A részt vevő személyzetnek megfelelő képzettséggel kell rendelkeznie a feladatok ellátásához, melyet dokumentálni kell, és ezt a továbbiakban is rendszeresen fejleszteni kell
- A bővített területen a jártasságot igazolni kell (jártassági vizsgálatokban kell részt venni a bővítéssel érintett területeken)

Feltételek

Követelmények

A rugalmas bővíthetőség feltételei

- A rugalmas területen bevezetett változtatásokat nyilván kell tartani, és azokat rendszeresen ellenőrizni kell (belső auditok, vezetőségi átvizsgálások során is)
- A bevezetett változtatásokat a NAH felé a kapcsolódó dokumentumok (pl. a validálási/verifikálási dokumentumok, személyzetet érintő dokumentáció) beküldésével a NAD-102 nyomtatványon be kell jelenteni a változást követő 15 napon belül
- A NAH a fentieket a felügyeleti eljárások során és az akkreditálás megújításakor ellenőrzi

Példa a rugalmas akkreditált terület alkalmazásának nyilvántartására

*Feltételek
Követelmények*

*A változások
nyilvántartása*

Sorsz.	A változtatás kategóriája	A vizsgált termék/anyag	A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, mérési tartomány/alsó méréshatár	A vizsgálati/mérési módszer azonosítója	Validálási/verifikálási dokumentum azonosítója	Az alkalmazás kezdete	A módszer validálás/verifikálás végrehajtásra kijelölt személy(ek)	Felelős jóváhagyása
	pl. a vizsgált termék/anyag							
	pl. a vizsgált/mért jellemző							
	pl. a vizsgált jellemző alsó méréshatára							
	pl. a vizsgálati módszer							

A „Sorsz.” oszlopban a vonatkozó munkautasításban a rugalmas akkreditált műszaki terület azonosításához alkalmazott sorszámokat kell feltüntetni. Az „A változtatás kategóriája” oszlopban kell megadni, hogy melyik kategóriát érintette a változtatás, az adott kategóriánál pedig fel kell tüntetni a konkrét változtatást, míg a többi kategóriánál ezzel egyidejűleg a változatlanul maradt adatok szerepelnek.

A „A módszer validálás/verifikálás végrehajtásra kijelölt személy(ek)” oszlopban fel kell tüntetni a minta-előkészítések, a műszeres mérések és a mérési eredmények kiértékelésének elvégzésére kijelölt személyeket, akik az adott feladat elvégzésért felelősek.

Ellentmondások, nyitott kérdések és megoldandó feladatok

Kérdések

Problémák

Megoldandó feladatok

- A rugalmas területen bevezetett változtatásokat mikor és hogyan vezessük át a fix területbe? (multimódszerek problémái)
- A rugalmas területet érintő személyi változások milyen szintig értendők jelentősnek? (Pl. validálást/verifikálást végző személyek, ha ezek esetileg kerülnek kijelölésre?)
- A rugalmas területekre vonatkozó jártassági vizsgálatok tervezése probléma, mivel sokszor a váratlan vevői igény alapján történik a változtatás. (5 éves jártassági vizsgálati terv készítése – a fix területen eddig nem szerepelt mátrix ill. komponens)
- Módszerek megfeleltetése más jelzetű módszerrel, mely műszaki tartalmában azonos. (Pl. EU ↔ amerikai szabvány)

Konklúzió

- Elmondható, hogy hazánkban még viszonylag kevés gyakorlati tapasztalat van a rugalmasan bővítendő terület akkreditálására és alkalmazására, más országokban pedig általában eltérő megközelítéssel alkalmazzák, ezért várható, hogy idővel változni fognak a szabályozók és ezzel együtt a laboratóriumok lehetőségei is
- Emiatt szükséges a tapasztalatok gyűjtése, közzététele és megvitatása, amely ennek az előadásnak is egyik fő célkitűzése volt

Köszönöm a figyelmet!

Solymosné Majzik Etelka

Hungalimentaria - 2017.04.26-27.