
A NAH által NAH-8-0005/2024 számon akkreditált jártassági vizsgálatot szervező szervezet.

MÁJKRÉM MINTÁK TOXIKOLÓGIAI JÁRTASSÁGI VIZSGÁLATA

11-2024

**JÁRTASSÁGI VIZSGÁLAT
ZÁRÓJELENTÉSE**

Tartalomjegyzék

1	A jártassági vizsgálat adatai	3
1.1	A jártassági vizsgálat száma.....	3
1.2	A jártassági vizsgálat szervezője	3
1.3	A jártassági vizsgálat koordinátorai, az értékelés és a zárójelentés készítője	3
1.4	A jártassági vizsgálat mintáinak előkészítésében, homogenizálásában, valamint a homogenitási vizsgálatok végrehajtásában közreműködő Alvállalkozó laboratórium	3
1.5	A jártassági vizsgálat zárójelentésének kiadásának helye, ideje	3
1.6	A jártassági vizsgálat zárójelentését jóváhagyta	3
2	Bevezetés.....	4
2.1	A jártassági vizsgálati forduló tárgya	4
2.2	A jártassági vizsgálati fordulóra kiadott jártassági vizsgálati minták	4
2.3	A minták készítése, csomagolása és kiosztása	4
3	Homogenitás és stabilitás	5
3.1	A homogenitás értékeléséhez végzett vizsgálatok.....	5
3.2	A homogenitás értékelése.....	5
3.3	A stabilitás értékeléséhez végzett vizsgálatok.....	5
3.4	A stabilitás értékelése.....	6
4	A jártassági vizsgálati fordulóban részt vett laboratóriumok	6
5	Vizsgálati eredmények és értékelésük.....	6
5.1	A résztvevők által beküldött vizsgálati eredmények, mérési bizonytalanságok és módszerek.....	6
5.2	A vizsgálati eredmények kiértékelésének módja, statisztikai megközelítések.....	7
5.3	A résztvevők által beküldött vizsgálati eredmények értékelése	8
6	Összefoglaló, a jártassági vizsgálat értékelése	8
	Mellékletek.....	11
1.	melléklet: Mintakiosztó lap	11
2.	melléklet: Jártassági vizsgálati fordulóban részt vett laboratóriumok.....	11
3.	melléklet: A homogenitási és stabilitási vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük....	12
3.1	melléklet: A homogenitási vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük	12
3.2	melléklet: A stabilitás vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük.....	14
4.	melléklet: A résztvevők által beküldött értékelhető vizsgálati eredmények és módszerek	16
4.1	melléklet: A résztvevők által beküldött értékelhető vizsgálati eredmények	16
4.2	melléklet: A résztvevők által beküldött vizsgálati módszerek	17
5.	melléklet: A résztvevők eredményeinek grafikus ábrázolása.....	20
6.	melléklet: Hozzárendelt értékek és célszórás értékek	24
7.	melléklet: Résztvevők vizsgálati eredményeinek teljesítményértékelése - táblázat.....	24
8.	melléklet: Résztvevők vizsgálati eredményeinek teljesítményértékelése – ábrák	25

1 A jártassági vizsgálat adatai

1.1 A jártassági vizsgálat száma

11-2024

1.2 A jártassági vizsgálat szervezője

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal
Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság
Koordinációs és Módszertani Osztály
1095 Budapest, Mester u. 81.
E-mail: korvizsgalat@nebih.gov.hu

1.3 A jártassági vizsgálat koordinátorai, az értékelés és a zárójelentés készítője

Horváth Gellért koordinátor (e jártassági vizsgálat főkoordinátora),
Polyákovity Éva koordinátor

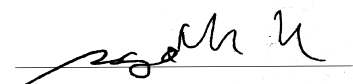
1.4 A jártassági vizsgálat mintáinak előkészítésében, homogenizálásában, valamint a homogenitási vizsgálatok végrehajtásában közreműködő Alvállalkozó laboratórium

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal
Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság
Toxikológiai Nemzeti Referencia Laboratórium
1095 Budapest, Mester u. 81.
E-mail cím: toxikologiai-nrl@nebih.gov.hu

1.5 A jártassági vizsgálat zárójelentésének kiadásának helye, ideje

Budapest, 2025. január 16.

1.6 A jártassági vizsgálat zárójelentését jóváhagyta



Bogáth Péter
osztályvezető

2 Bevezetés

A Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság jártassági vizsgálatokat szervező Koordinációs és Módszertani Osztály (továbbiakban: Szervező) a 2024. évi jártassági vizsgálati programjának részeként májkrém minta toxikológiai jártassági vizsgálatát hirdette meg arzén (As), kadmium (Cd), higany (Hg), ólom (Pb) paraméterek tekintetében.

A jártassági vizsgálati forduló szervezése, végrehajtása és értékelése során a következő nemzetközi előírásokat vettük figyelembe:

- MSZ EN ISO/IEC 17043:2010 (visszavont szabvány): Megfelelőségértékelés. Jártassági vizsgálatok általános követelményei;
- ISO 13528:2022: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons (Statisztikai módszerek a laboratóriumközi összehasonlításokban használt jártassági vizsgálatokhoz);
- Aryana N (2021): Proficiency testing for determination of pesticides residues in black tea: Comparison of three robust statistical approaches based on ISO 13528 to estimate the consensus values for small number of participants. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. DOI: 1011 012029

A meghirdetett jártassági vizsgálati program-fordulóink bármely laboratórium számára elérhetőek, akkreditált státusztól függetlenül. Jelen jártassági vizsgálati fordulóban a résztvevők szabadon választhattak a vizsgálandó paraméterek mérésére alkalmas vizsgálati módszerek közül.

2.1 A jártassági vizsgálati forduló tárgya

Jelen jártassági vizsgálati forduló tárgya: májkrém minták toxikológiai vizsgálata: arzén (As), kadmium (Cd), higany (Hg), ólom (Pb) meghatározása.

2.2 A jártassági vizsgálati fordulóra kiadott jártassági vizsgálati minták

Mintaszármazás: A jártassági vizsgálati forduló alapmintája a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Toxikológiai Nemzeti Referencia Laboratórium (továbbiakban: Alvállalkozó laboratórium) által vásárolt kereskedelmi forgalomban kapható azonos tételből származó májkrém-készítmény (májás), mely megfelel a laboratóriumok által rutinszerűen feldolgozásra kerülő mintatípusnak.

A beszerzett alapminta megnevezése: Májas 500 g (2 darab)

A jártassági vizsgálati minták (JV minták) megnevezése: A mintacsomag az egyes résztvevők számára kiadott, a különböző mintacsoportokból véletlenszerűen kivett mintákból összecsomagolt, arab számjelöléssel ellátott készlet. Egy mintacsomag jelen jártassági vizsgálatban összesen egy mintát tartalmazott (1 db minta / résztvevő). Minden minta egyedi számjelöléssel rendelkezett, melyek kiosztása véletlenszám generálással történt.

Az egyes mintacsomagokban található minták kódszámait a résztvevői kódszámokkal az [1. melléklet](#) tartalmazza.

2.3 A minták készítése, csomagolása és kiosztása

Az Alvállalkozó laboratórium a mintakészítés során adalékolást alkalmazott. Elővizsgálatok alapján a termék nem tartalmazta mérhető mennyiségben a vizsgálandó paramétereket. Az Alvállalkozó laboratórium a májkrém alapmintát homogenizálta, majd hozzáadta a hígított standard oldatot, amely a vizsgálandó komponenseket megfelelő koncentrációban (**ólom 0,180 mg/kg, kadmium 0,090 mg/kg, higany 0,150 mg/kg, arzén 0,140 mg/kg**) tartalmazta,

végül újra homogenizálta az alapmintát. A JV minták készítése során biztosítva volt, hogy azok ne szennyeződhesse.

A JV minták (35 g/minta) műanyag PP dobozokban (120 ml) kerültek kiosztásra és egyedi címkékkel lettek ellátva az elkülöníthetőség és a felismerhetőség céljából. A JV mintákat az Alvállalkozó laboratórium és a Szervező is fagyasztva tárolta (-18 ± 2 °C).

A mintaosztás 2024. november 5-én valósult meg. A mintacsomagokat a Szervező személyesen adta át a Résztevőknek. A Nébih saját laboratóriumaiba a minták az ÉFÁT/213/2022 iktatószámú Nébih Hatósági Mintaszállítási Eljárásrend alapján a vonatkozó belső körjáratokkal kerültek kiküldésre.

A minták mellé zárt borítékban mellékelve kapták meg a résztvevők az egyedi azonosítójukat tartalmazó *Kísérőlevelet*.

Az *Útmutató* és a kitöltendő *Eredményközlő lap* elektronikus levél útján jutott el minden résztvevőhöz a mintaosztást követően. Az *Útmutató*ban kerültek kifejtésre a minták előkészítésével, felhasználásával kapcsolatos legfontosabb tudnivalók.

3 Homogenitás és stabilitás

3.1 A homogenitás értékeléséhez végzett vizsgálatok

A felkért Alvállalkozó laboratórium a Szervező által előre megadott sorszámú JV minták (10 darab) kiemelésével végezte el a homogenitás meghatározásához szükséges vizsgálatokat.

A homogenitási vizsgálatok alá vetett paraméterek és az alkalmazott módszerek az [1. táblázat](#)ban olvashatók.

1. táblázat: Homogenitási vizsgálat alá vett paraméterek és alkalmazott módszerek

Vizsgált paraméter	Vizsgálati módszer
As	MSZ EN 14546:2005
Cd	MSZ EN 14082:2003 6.3.2 (visszavont szabvány)
Hg	OEVI.VM.RTF/14/1995
Pb	MSZ EN 14082:2003 6.3.2 (visszavont szabvány)

3.2 A homogenitás értékelése

Ely: A minta homogenitása a felkért Alvállalkozó laboratórium által elküldött vizsgálati eredményekből az ISO 13528:2022 szabvány szerinti F-próbás varianciaanalízis ($\alpha=0,05$), valamint az ISO 13528:2022 szerinti megfelelő homogenitási teszt („Test for adequate homogeneity”) elvégzésével, a validált PROLab Plus szoftver (2023.8.2.0) segítségével került meghatározásra.

Eredmény: Az eredmények alapján elmondható, hogy a minta a vizsgált paraméterek tekintetében megfelelt az alkalmazott próbastatisztika kritériumainak. Az értékelés részleteit a [3. melléklet](#) tartalmazza.

Az értékelések eredményei alapján a minták homogének, ezáltal a jártassági vizsgálati mintaként való felhasználásra alkalmasnak bizonyultak.

3.3 A stabilitás értékeléséhez végzett vizsgálatok

A minták stabilitásának ellenőrzésére a jártassági vizsgálat eredménybeküldési határidejét (2024. november 29.) követően került sor. Ennek során a homogenitás vizsgálatokor mért

paraméterek kerültek ismételt meghatározásra (As, Cd, Hg, Pb) három minta két ismétlésben történő vizsgálatával.

3.4 A stabilitás értékelése

Elv: Az Alvállalkozó laboratórium által a szervezőnek átadott stabilitási eredményekből a Szervező az ISO 13528:2022 szabvány szerint értékelte ki az eredményeket. Ennek megfelelően a minták stabilitását akkor fogadtuk el, ha a PROLab Plus szoftverben végzett stabilitási teszt („test for stability”) szerint stabilnak tekinthető. A stabilitás teszt az ISO 13528:2022 szabványban leírt követelmények szerint azt vizsgálja, hogy a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség nem haladja-e meg a jártassági vizsgálat célszórásának 30 %-át. A kiterjesztett stabilitási teszt („expanded criterion ISO 13528:2022”) az előzőekben leírtakon kívül korrigál a homogenitás és stabilitás vizsgálatokból származó mérési bizonytalansággal.

Eredmény: Az eredmények alapján elmondható, hogy a minta a vizsgált paraméterek tekintetében megfelelt az alkalmazott próbastatisztika kritériumainak. Az értékelés részleteit a [3. melléklet](#) tartalmazza.

Az értékelések eredményei alapján a minták stabilnak bizonyultak a JV forduló vizsgálati ideje alatt.

4 A jártassági vizsgálati fordulóban részt vett laboratóriumok

A 11-2024 számú JV fordulóra összesen 11 laboratórium jelentkezett, 10 magyarországi, 1 szlovákiai telephellyel. A résztvevő szervezetek nevét és székhelyét tartalmazó táblázatot a [2. melléklet](#) tartalmazza.

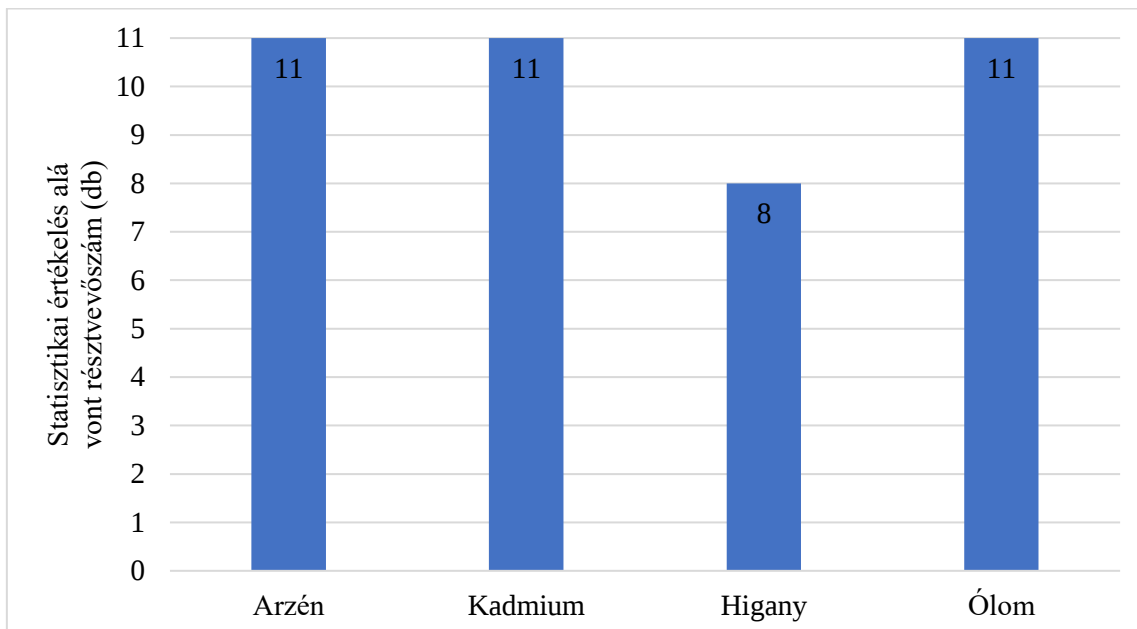
Mindegyik jelentkezőt arra kértük, hogy az általuk választott módszer segítségével mérjék meg a mintaosztás során kapott májkrém minta arzén, kadmium, higany és ólom tartalmát.

5 Vizsgálati eredmények és értékelésük

Az alábbi zárójelentésben minden eredményt tartalmazó ábra és táblázat anonimizált, a résztvevők a *Kísérőlevél*ből megismert egyedi azonosító kódjuk segítségével tudják beazonosítani a magukra vonatkozó részeket.

5.1 A résztvevők által beküldött vizsgálati eredmények, mérési bizonytalanságok és módszerek

Minden jelentkezőtől beérkeztek a kitöltött eredményközlő lapok. Az egyes paraméterekre vonatkoztatott teljesítményértékelés alá vont résztvevőszámot az [1. ábra](#) szemlélteti. Az LC0009 kódszámú jelentkező a higany (Hg) paraméter esetében beküldött „kisebb, mint” eredményét a statisztikailag nem állt módunkban értékelni.



1. ábra: Statistikai értékelés alá vont résztvevőszám (durva hibák és „kisebb, mint” eredmények előzetes kizárása) paraméterenként

A beküldött vizsgálati eredmények mérési bizonytalanságai az egyéni teljesítményértékeléseknél nem lettek figyelembe véve.

A beküldött vizsgálati módszerek alkalmazási gyakoriságát (azaz, hogy hány résztvevő használta az adott módszert) a [4. melléklet](#) szemlélteti.

5.2 A vizsgálati eredmények kiértékelésének módja, statisztikai megközelítések

Az eredmények kiértékelését az ISO/IEC 17043 és az ISO 13528 szabvánnyal összhangban végeztük a validált PROLab Plus szoftver (2023.8.2.0) segítségével.

A robusztus statisztikai módszerek közül a statisztikai értékeléshez a Q method/medián került alkalmazásra, melynek során a kiugró értékeket többszöri iterációval visszahúzza a medián bizonyos távolságába.

A teljesítményértékelés módjának megállapítása előtt a hozzárendelt érték standard bizonytalansága és a szórás célértéke került összehasonlításra a vizsgálati paraméter tekintetében az (1) képlet alapján.

$$u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt} \Rightarrow \frac{u(x_{pt})}{\sigma_{pt}} < 0,3 \quad (1)$$

ahol: $u(x_{pt})$ = hozzárendelt érték standard bizonytalansága (a homogenitás eredményekből számolt átfogó („overall”) szórás alapján;
 σ_{pt} = szórás célértéke (2) szerint számolva.

A szórás célértéke a Horwitz egyenletből (2) került kiszámításra. Aryana, 2021 eredményei szerint az így számított szórás előnyösebb kis résztvevőszám esetén, összehasonlítva a résztvevők eredményeiből számolt szórással.

$$RSD_R = 2^{(1-0,5\log_{10}C)} \Rightarrow \sigma_R = \begin{cases} 0,22C & \text{ha } C < 0,12 \cdot 10^{-6} \\ 0,02 \cdot C^{0,8492} & \text{ha } 0,12 \cdot 10^{-6} < C < 0,318 \\ 0,01 \cdot C^{0,5} & \text{ha } C > 0,318 \end{cases} \quad (2)$$

ahol: σ_R = reprodukálhatósági szórás;
 C = tömegarányban kifejezett koncentráció (itt: $10^{-6} \equiv \text{ppm}$)

Amennyiben adott paraméterre nézve az (1) képletben a hányados kisebb, mint 0,3, úgy Z-score (3), amennyiben nagyobb, úgy Z'-score értékkel számolunk (4) az ISO 13528 szabvány értelmében.

$$Z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}} \quad Z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}} \quad (3) (4)$$

ahol: x_i = a résztvevő laboratórium mérési eredménye;
 x_{pt} = a meghatározandó komponens hozzárendelt értéke (melyet a homogenitás eredmények átlagából számolt „referencia érték” adja);
 σ_{pt} = szórás célértéke (2) szerint számolva;
 $u(x_{pt})$ = hozzárendelt érték standard bizonytalansága.

A Z és a Z'-score értelmezése:

-	$ \text{érték} \leq 2,00$	megfelelő teljesítmény	(kék cella);
-	$2,00 < \text{érték} < 3,00$	megkérdőjelezhető teljesítmény	(sárga cella);
-	$ \text{érték} \geq 3,00$	nem megfelelő teljesítmény	(piros cella).

Az eredmények 95%-os valószínűségi szinten kerültek megadásra.

5.3 A résztvevők által beküldött vizsgálati eredmények értékelése

A beküldött vizsgálati eredmények a [4. melléklet](#) táblázataiban kerültek feltüntetésre, grafikus ábrázolásukat az [5. melléklet](#) tartalmazza. Az LC0009 kódszámú jelentkező a Hg paraméter esetében beküldött „kisebb, mint” eredményét a statisztikailag nem tudtuk értékelni, viszont a teljesítményértékelésnél a **nem megfelelő** eredményekhez soroltuk, mivel a májkrém minta igazolhatóan magasabb higany (Hg) tartalommal rendelkezett, mint 0,02 (mg/kg).

A paraméterekre vonatkoztatott hozzárendelt értékek és a célszórások, továbbá az (1) egyenletben foglalt követelmények teljesülése az [5. melléklet](#)ben kerültek feltüntetésre.

A (1) egyenletben foglalt követelmény az arzén (As), higany (Hg) és ólom (Pb) vizsgálandó paraméterek esetében teljesült, így ezen paraméterekre a (3) képlet szerinti Z-score került kiszámításra. Kadmium (Cd) esetében a követelmény nem teljesül, így a paraméterre a (4) képlet szerinti Z'-score került kiszámításra. A teljesítményértékek táblázatos formáját a [6. melléklet](#) tartalmazza, illetve a [7. melléklet](#) ábrái szemléltetik.

6 Összefoglaló, a jártassági vizsgálat értékelése

Az arzén (As), kadmium (Cd), higany (Hg) ólom (Pb) paraméterek májkrém mintából történő meghatározására irányuló, a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság Koordinációs és Módszertani Osztálya által szervezett 11-2024 számú toxikológiai jártassági vizsgálat megvalósítására a 2024-es évben került sor.

Összesen 11 laboratórium regisztrált a jártassági vizsgálati fordulóra. Minden jelentkező értékelhető vizsgálati eredménnyel kitöltött eredményközlő táblázatot küldött be.

Az eredmények kiértékelése paraméterenként történt robusztus statisztikai módszerrel (Q method/Medián). A laboratóriumi megfelelőségértékelés Z-score értékek kiszámításával történt az arzén (As), higany (Hg), ólom (Pb) paraméterek esetében, Z'-score értékeléssel a kadmium (Cd) eredményeknél.

Arzén (As) paraméterre 11 laboratórium küldött be eredményt. Az LC0001, LC0009, LC0010, LC0011 kódszámú résztvevő **nem megfelelő** eredményt ért el. Az LC0002, LC0004, LC0005

kódszámú laboratórium **megkérdőjelezhető** értékelést kapott. Megfelelő eredményt négy résztvevő ért el (LC0003, LC0006, LC0007, LC0008).

Kadmium (Cd) paraméterre 11 laboratórium küldött be eredményt. Az LC0001, LC0011 kódszámú résztvevő **nem megfelelő** eredményt ért el. Az LC0002, LC0008, LC0010 kódszámú laboratórium **megkérdőjelezhető** értékelést kapott. Megfelelő eredményt hat résztvevő ért el (LC0003, LC0004, LC0005, LC0006, LC0007, LC0009).

Higany (Hg) paraméterre 9 laboratórium küldött be eredményt. Hét résztvevő (LC0001, LC0002, LC0003, LC0005, LC0006, LC0007, LC0011) **megfelelő** teljesítményértéket szereztek. Az LC0004 és LC0009 résztvevő **nem megfelelő** eredményt ért el. Az LC0009 kódszámú jelentkező esetében beküldött „kisebb, mint” eredményt a teljesítményértékelésnél a **nem megfelelő** eredményekhez soroltuk, mivel a májkrém minta igazolhatóan magasabb higany (Hg) tartalommal rendelkezett, mint 0,02 (mg/kg).

Ólom (Pb) paraméterre 11 laboratórium küldött be eredményt. **Megfelelő** teljesítményértéket 10 laboratórium (LC0001, LC0002, LC0003, LC0004, LC0005, LC0006, LC0007, LC0008, LC0009, LC0010) kapott. Az LC0011 résztvevő **megkérdőjelezhető** eredményt ért el.

Felhívjuk szíves figyelmüket, hogy a jártassági vizsgálat eredményeivel kapcsolatos panaszukat a zárójelentés kiadását követő 30 napon belül e-mailben tehetik meg a korvizsgalat@nebih.gov.hu címre.

A Nébih Élelmiszerlánc-biztonsági Laboratórium Igazgatóság vezetősége és a jártassági vizsgálatot szervező munkatársak kijelentik, hogy munkájuk során a résztvevők adatait, kódját és eredményeit titkosan és bizalmasan kezelik.

Felhívjuk szíves figyelmüket, hogy jelen zárójelentés változatlan formában megjelenítésre kerül a Nébih honlapján is (<https://portal.nebih.gov.hu/-/elelmiszerlanc-jartassagi-vizsgalatok>), a bizalmas ügykezelésre vonatkozó követelmények betartásával.

A mérési eredmény értékelése a zárójelentésben és a publikációkban csak kódszámmal történik.

Amennyiben egy szabályozó hatóság igényli, a jártassági vizsgálat eredményét megküldjük az illetékes Hatóságnak, és erről a résztvevőt írásban értesítjük.

Minden laboratóriumnak köszönjük a részvételt és az együttműködést!

2. táblázat: A résztvevők teljesítményértékeinek összesített táblázata

Résztvevő laboratórium kódja	Arzén	Z score	Kadmium	Z' score	Higany	Z score	Ólom	Z score
Mértékegység	mg/kg		mg/kg		mg/kg		mg/kg	
LC0001	0,240	3,38	0,156	3,91	0,142	-0,22	0,246	1,91
LC0002	0,200	2,04	0,130	2,56	0,160	0,35	0,230	1,48
LC0003	0,190	1,70	0,100	0,99	0,110	-1,23	0,160	-0,44
LC0004	0,060	-2,64	0,090	0,47	0,025	-3,91	0,110	-1,81
LC0005	0,207	2,27	0,115	1,78	0,130	-0,60	0,220	1,20
LC0006	0,166	0,90	0,119	1,99	0,184	1,10	0,212	0,98
LC0007	0,110	-0,97	0,100	0,99	0,150	0,03	0,200	0,66
LC0008	0,129	-0,33	0,122	2,14	-	-	0,185	0,25
LC0009	0,266	4,24	0,096	0,76	<0,02	-	0,234	1,59
LC0010	0,244	3,51	0,131	2,61	-	-	0,212	0,98
LC0011	0,300	5,38	0,170	4,65	0,150	0,03	0,260	2,30
–	–	–	–	–	–	–	–	–
Statisztikai módszer	Q/Median		Q/Median		Q/Median		Q/Median	
Teljesítményértékelés módja	Z <=2,00		Z' <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00	
Eredményeket leadó résztvevők száma	11		11		9		11	
Statisztikai értékelésben résztvevő résztvevők száma	11		11		8		11	
Hozzárendelt érték	0,139		0,081		0,149		0,176	
Robusztus átlag	0,200		0,119		0,146		0,212	
Célszórás (Horwitz-egyenletből)	0,030		0,018		0,032		0,037	
Robusztus szórás (résztvevői eredményekből)	0,089		0,028		0,041		0,042	
Relatív célszórás	21,53%		22,00%		21,31%		20,78%	
Hozzárendelt érték standard bizonytalansága / célszórás (1) képlet	0,2		0,4		0,2		0,2	
Alsó elfogadási határ (2σ)	0,079		0,043		0,086		0,103	
Felső elfogadási határ (2σ)	0,199		0,119		0,212		0,249	
Hozzárendelt érték standard bizonytalansága	0,006		0,007		0,007		0,008	

Mellékletek

1. melléklet: Mintakiosztó lap

Mintacsomag száma [#]	Laboratórium jártassági vizsgálati kódja	Mintacsomag száma [#]	Laboratórium jártassági vizsgálati kódja
1. H	-	14.	LC0005
2. S	-	15. S	-
3.	LC0008	16. H	-
4.	LC0003	17. T	LC0010
5. H	-	18. H	-
6.	LC0006	19.	LC0002
7.	LC0001	20. H	-
8. H	-	21. T	-
9. H	-	22.	LC0009
10. S	-	23. T	LC0011
11. H	-	24. H	-
12. H	-	25.	LC0004
13.	LC0007	-	-

[#]H: homogenitás vizsgálati minta; S: stabilitás vizsgálati minta; T: tartalék minta

2. melléklet: Jártassági vizsgálati fordulóban részt vett laboratóriumok

Szervezet	Város
AQUASECO s.r.o.	Ivanka pri Dunaji
Bureau Veritas Magyarország Kft. Laboratórium	Békéscsaba
Csongrád-Csanád Vármegyei Kormányhivatal Népegészségügyi Főosztály Laboratóriumi Osztály, Analitikai Csoport, Közegészségügyi Laboratórium	Szeged
Debreceni Egyetem MÉK Agrárműszerközpont	Debrecen
Eurofins Food and Feed Testing Gyula Kft. Laboratórium	Gyula
Győr-Moson-Sopron Vármegyei Kormányhivatal Népegészségügyi Főosztály Laboratóriumi Osztály TEFONAZ Laboratórium	Győr
MERTCONTROL HL-LAB Kft. Agrár- és Környezetvédelmi Laboratórium - Mérnöki Iroda	Debrecen
Nébih ÉLI Analitikai Nemzeti Referencia Laboratórium	Budapest
Nébih ÉLI Analitikai Nemzeti Referencia Laboratórium Kecskeméti Telephely	Kecskemét
Nébih ÉLI Analitikai Nemzeti Referencia Laboratórium Székesfehérvári Telephely	Székesfehérvár
SGS Hungária Kft. Laboratórium	Nyíregyháza

3. melléklet: A homogenitási és stabilitási vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük

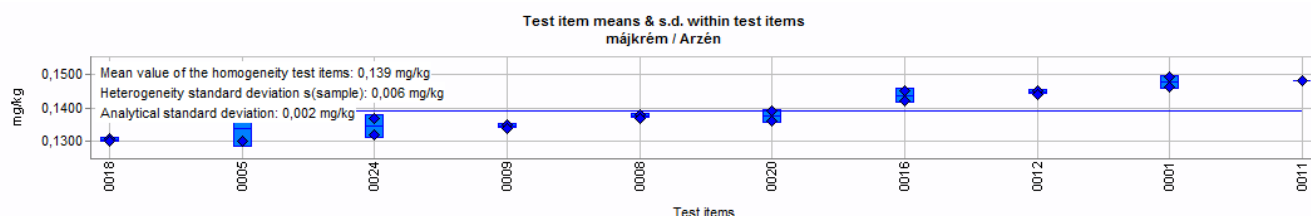
3.1 melléklet: A homogenitási vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük

3.1.1 Az arzén (As) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag: 0,139 mg/kg
- Szórás (mintán belüli): 0,002 mg/kg
- Szórás (minták közötti): 0,006 mg/kg
- Szórás (átfogó „overall”): 0,006 mg/kg

F-próba: Az ISO 13528:2022 szabvány alapján az F-próbás varianciaanalízis segítségével jártassági vizsgálati minták homogenitása 95 %-os konfidencia szinten ($\alpha=0,05$) nem megfelelő.

Megfelelő homogenitási teszt („adequate homogeneity”): szerint a homogenitási minták között szórás nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának 30 %-át. A jártassági vizsgálat becsült célszórás (Horwitz-egyenlet alapján homogenitás átlagokból) az arzén (As) paraméter esetében 0,030 mg/kg, így a megadott feltételek mellett a minta az adott vizsgálatra vonatkozóan homogénnek tekinthető.



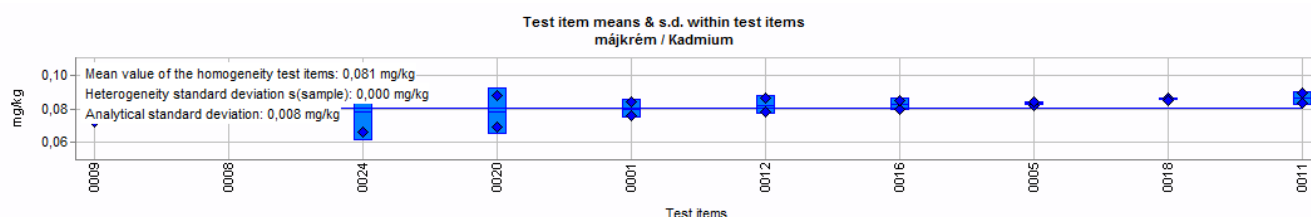
2. ábra: Arzén (As) homogenitás vizsgálati eredménye

3.1.2 A kadmium (Cd) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag: 0,081 mg/kg
- Szórás (mintán belüli): 0,008 mg/kg
- Szórás (minták közötti): 0,000 mg/kg
- Szórás (átfogó „overall”): 0,007 mg/kg

F-próba: Az ISO 13528:2022 szabvány alapján az F-próbás varianciaanalízis segítségével jártassági vizsgálati minták homogenitása 95 %-os konfidencia szinten ($\alpha=0,05$) megfelelő.

Megfelelő homogenitási teszt („adequate homogeneity”): szerint a homogenitási minták között szórás nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának 30 %-át. A jártassági vizsgálat becsült célszórás (Horwitz-egyenlet alapján homogenitás átlagokból) a kadmium (Cd) paraméter esetében 0,018 mg/kg, így a megadott feltételek mellett a minta az adott vizsgálatra vonatkozóan homogénnek tekinthető.



3. ábra: Kadmium (Cd) homogenitás vizsgálati eredménye

3.1.3 Az higany (Hg) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

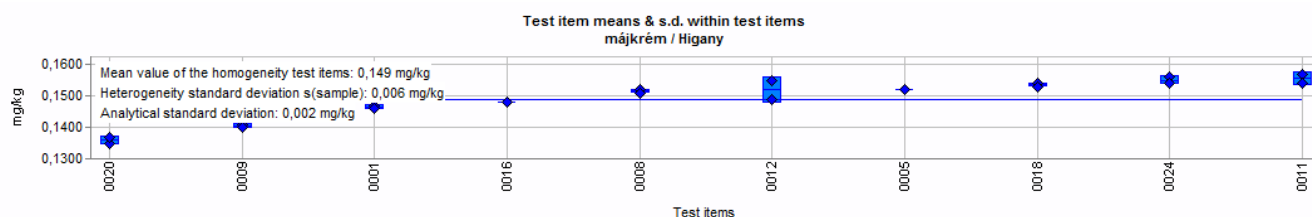
- Átlag: 0,149 mg/kg
- Szórás (mintán belüli): 0,002 mg/kg

- Szórás (minták közötti): 0,006 mg/kg
- Szórás (átfogó „overall”): 0,007 mg/kg

F-próba: Az ISO 13528:2022 szabvány alapján az F-próbás varianciaanalízis segítségével jártassági vizsgálati minták homogenitása 95 %-os konfidencia szinten ($\alpha=0,05$) nem megfelelő.

Megfelelő homogenitási teszt („adequate homogeneity”): szerint a homogenitási minták között szórás nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának 30 %-át. A jártassági vizsgálat becsült célszórás (Horwitz-egyenlet alapján homogenitás átlagokból) a higany (Hg) paraméter esetében 0,032 mg/kg, így a megadott feltételek mellett a minta az adott vizsgálatra vonatkozóan homogénnek tekinthető.

A jelenlegi JV célszórása az higany (Hg) paraméter esetében 0,031 mg/kg, a megfelelő homogenitási teszt, e feltétel mellett is megfelelő eredményt adott (megerősítés).



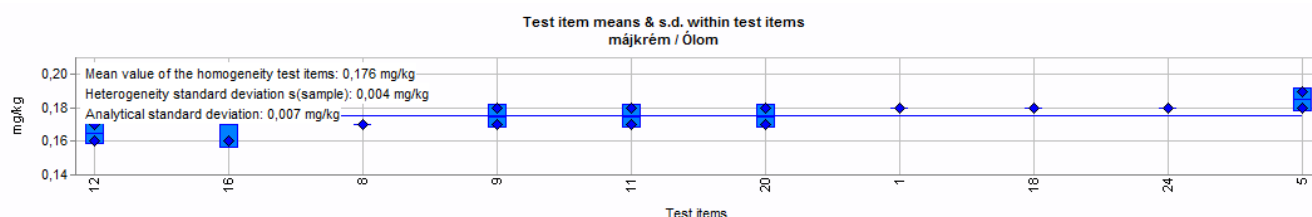
4. ábra: Higany (Hg) homogenitás vizsgálati eredménye

3.1.4 Az **ólom (Pb)** paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag: 0,176 mg/kg
- Szórás (mintán belüli): 0,007 mg/kg
- Szórás (minták közötti): 0,004 mg/kg
- Szórás (átfogó „overall”): 0,008 mg/kg

F-próba: Az ISO 13528:2022 szabvány alapján az F-próbás varianciaanalízis segítségével jártassági vizsgálati minták homogenitása 95 %-os konfidencia szinten ($\alpha=0,05$) megfelelő.

Megfelelő homogenitási teszt („adequate homogeneity”): szerint a homogenitási minták között szórás nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának 30 %-át. A jártassági vizsgálat becsült célszórás (Horwitz-egyenlet alapján homogenitás átlagokból) az ólom (Pb) paraméter esetében 0,037 mg/kg, így a megadott feltételek mellett a minta az adott vizsgálatra vonatkozóan homogénnek tekinthető.



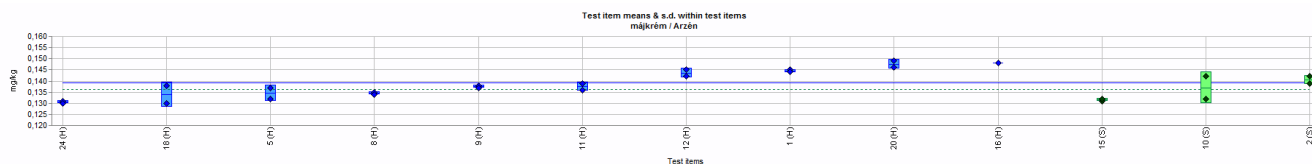
5. ábra: Ólom (Pb) homogenitás vizsgálat eredménye

3.2 melléklet: A stabilitás vizsgálatok eredményei és statisztikai értékelésük

3.2.1 Az arzén (As) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag (homogenitás, **folytonos kék vonal**): 0,139 mg/kg
- Átlag (stabilitás, **szaggatott zöld vonal**): 0,136 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (homogenitás): 0,002 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (stabilitás): 0,003 mg/kg
- Paraméter célszórása (SDPA) 0,030 mg/kg

Stabilitási teszt („test for stability”): Az ISO 13528:2022 szabvány szerint a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának a 30 %-át. Ezen feltétel az adott paraméterre teljesült, így a minta stabilnak tekinthető.

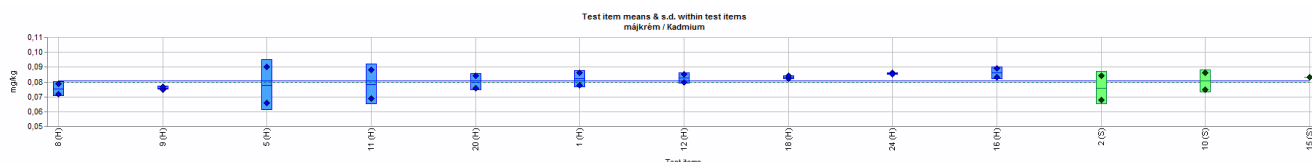


6. ábra: arzén (As) stabilitás vizsgálati eredménye

3.2.2 A kadmium (Cd) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag (homogenitás, **folytonos kék vonal**): 0,081 mg/kg
- Átlag (stabilitás, **szaggatott zöld vonal**): 0,080 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (homogenitás): 0,002 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (stabilitás): 0,003 mg/kg
- Paraméter célszórása (SDPA) 0,018 mg/kg

Stabilitási teszt („test for stability”): Az ISO 13528:2022 szabvány szerint a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának a 30 %-át. Ezen feltétel az adott paraméterre teljesült, így a minta stabilnak tekinthető.

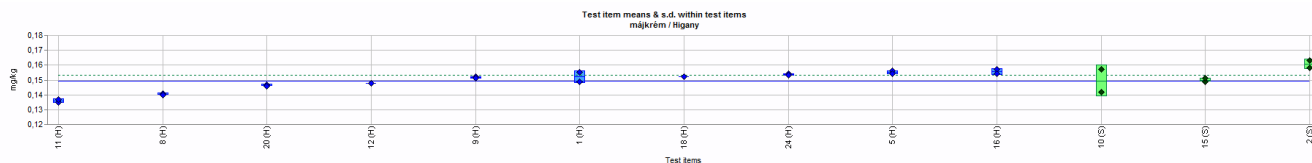


7. ábra: kadmium (Cd) stabilitás vizsgálati eredménye

3.2.3 A higany (Hg) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag (homogenitás, **folytonos kék vonal**): 0,149 mg/kg
- Átlag (stabilitás, **szaggatott zöld vonal**): 0,153 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (homogenitás): 0,002 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (stabilitás): 0,004 mg/kg
- Paraméter célszórása (SDPA) 0,032 mg/kg

Stabilitási teszt („test for stability”): Az ISO 13528:2022 szabvány szerint a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának a 30 %-át. Ezen feltétel az adott paraméterre teljesült, így a minta stabilnak tekinthető.



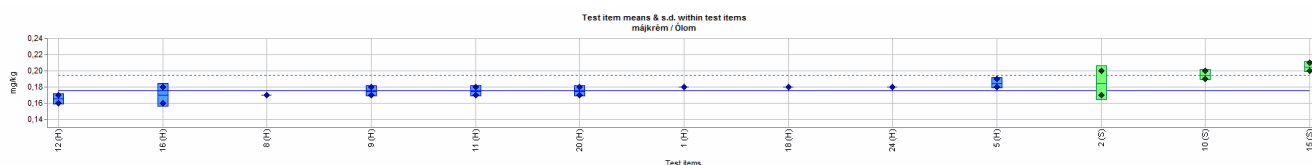
8. ábra: higany (Hg) stabilitás vizsgálati eredménye

3.2.4 A ólom (Pb) paraméter vizsgálata során a felkért Alvállalkozó laboratórium a következő értékeket mérte:

- Átlag (homogenitás, **folytonos kék vonal**): 0,176 mg/kg
- Átlag (stabilitás, **szaggatott zöld vonal**): 0,195 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (homogenitás): 0,002 mg/kg
- Átlag bizonytalansága (stabilitás): 0,006 mg/kg
- Paraméter célszórása (SDPA) 0,042 mg/kg

Stabilitási teszt („test for stability”): Az ISO 13528:2022 szabvány szerint a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának a 30 %-át. Ezen feltétel az adott paraméterre nem teljesül.

Kiterjesztett stabilitási teszt („expanded criterion ISO 13528:2022”): Az ISO 13528:2022 szabvány szerint a homogenitás és stabilitás vizsgálatok átlagértékei közötti abszolút különbség korrigálva a homogenitási és stabilitási eredmények bizonytalanságával, nem haladhatja meg a jártassági vizsgálat célszórásának a 30 %-át. Ezen feltétel az adott paraméterre teljesül, így a minta stabilnak tekinthető.



9. ábra: ólom (Pb) stabilitás vizsgálati eredménye

4. melléklet: A résztvevők által beküldött értékelhető vizsgálati eredmények és módszerek

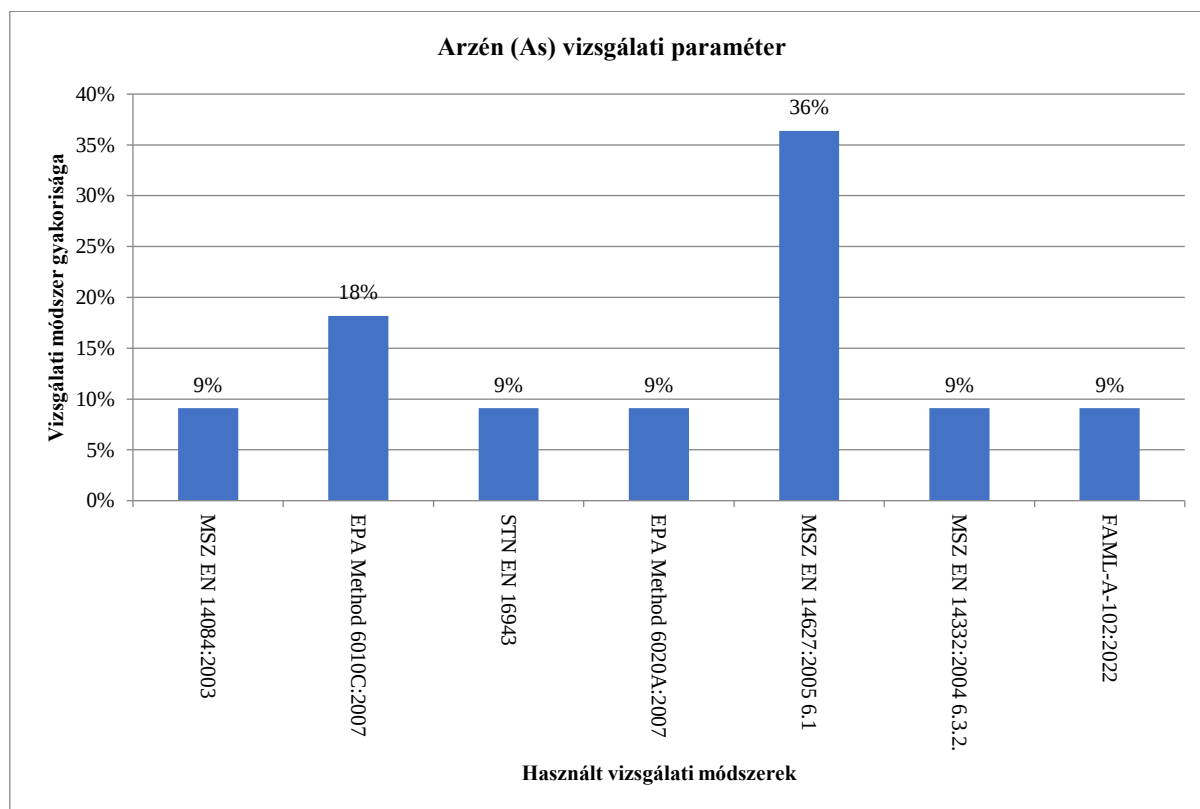
4.1 mellékelt: A résztvevők által beküldött értékelhető vizsgálati eredmények

A sárga háttérszínnel rendelkező táblázatcellák a résztvevők által megadott adatok. A laboratóriumi kódszám elütések korrigálva lettek.

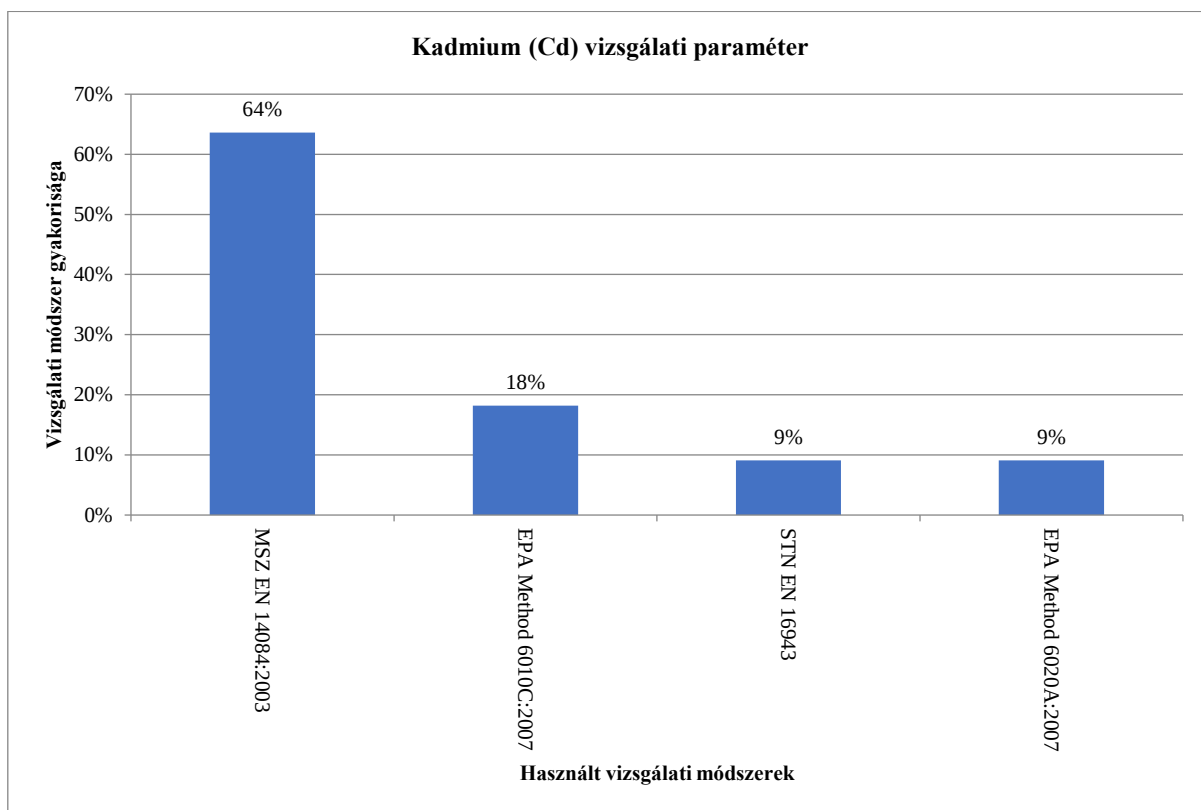
Laboratórium jártassági vizsgálati kódszáma	Vizsgálandó paraméter	Eredmény	Mérési bizonytalanság	Mértékegység	Visszanyerés [%]
LC0001	Arzén (As)	0,2401	0,0480	mg/kg	
LC0001	Kadmium (Cd)	0,1558	0,0311	mg/kg	
LC0001	Higany (Hg)	0,1421	0,0284	mg/kg	
LC0001	Ólom (Pb)	0,2460	0,0492	mg/kg	
LC0002	Arzén (As)	0,20	0,03	mg/kg	
LC0002	Kadmium (Cd)	0,13	0,03	mg/kg	
LC0002	Higany (Hg)	0,16	0,03	mg/kg	
LC0002	Ólom (Pb)	0,23	0,03	mg/kg	
LC0003	Arzén (As)	0,19	0,02	mg/kg	99
LC0003	Kadmium (Cd)	0,10	0,01	mg/kg	117
LC0003	Higany (Hg)	0,11	0,01	mg/kg	
LC0003	Ólom (Pb)	0,16	0,02	mg/kg	
LC0004	Arzén (As)	0,06	0,012	mg/kg	
LC0004	Kadmium (Cd)	0,09	0,018	mg/kg	
LC0004	Higany (Hg)	0,025	0,005	mg/kg	
LC0004	Ólom (Pb)	0,11	0,022	mg/kg	
LC0005	Arzén (As)	0,207	0,031	mg/kg	
LC0005	Kadmium (Cd)	0,115	0,017	mg/kg	
LC0005	Higany (Hg)	0,130	0,020	mg/kg	
LC0005	Ólom (Pb)	0,220	0,033	mg/kg	
LC0006	Arzén (As)	0,166	0,0249	mg/kg	
LC0006	Kadmium (Cd)	0,119	0,0119	mg/kg	
LC0006	Higany (Hg)	0,184	0,0276	mg/kg	
LC0006	Ólom (Pb)	0,212	0,0212	mg/kg	
LC0007	Arzén (As)	0,11	0,01	mg/kg	99
LC0007	Kadmium (Cd)	0,10	0,01	mg/kg	84
LC0007	Higany (Hg)	0,15	0,02	mg/kg	65
LC0007	Ólom (Pb)	0,20	0,02	mg/kg	77
LC0008	Arzén (As)	0,129	0,026	mg/kg	96
LC0008	Kadmium (Cd)	0,122	0,024	mg/kg	93
LC0008	Ólom (Pb)	0,185	0,037	mg/kg	-
LC0009	Arzén (As)	0,266	0,0532	mg/kg	-
LC0009	Kadmium (Cd)	0,0955	0,0191	mg/kg	-
LC0009	Higany (Hg)	<0,02	-	mg/kg	-
LC0009	Ólom (Pb)	0,2342	0,0468	mg/kg	-
LC0010	Arzén (As)	0,244	0,05	mg/kg	-

Laboratórium jártassági vizsgálati kódszáma	Vizsgálandó paraméter	Eredmény	Mérési bizonytalanság	Mértékegység	Visszanyerés [%]
LC0010	Kadmium (Cd)	0,131	0,025	mg/kg	-
LC0010	Ólom (Pb)	0,212	0,04	mg/kg	-
LC0011	Arzén (As)	0,30	0,045	mg/kg	
LC0011	Kadmium (Cd)	0,17	0,026	mg/kg	
LC0011	Higany (Hg)	0,15	0,015	mg/kg	
LC0011	Ólom (Pb)	0,26	0,039	mg/kg	

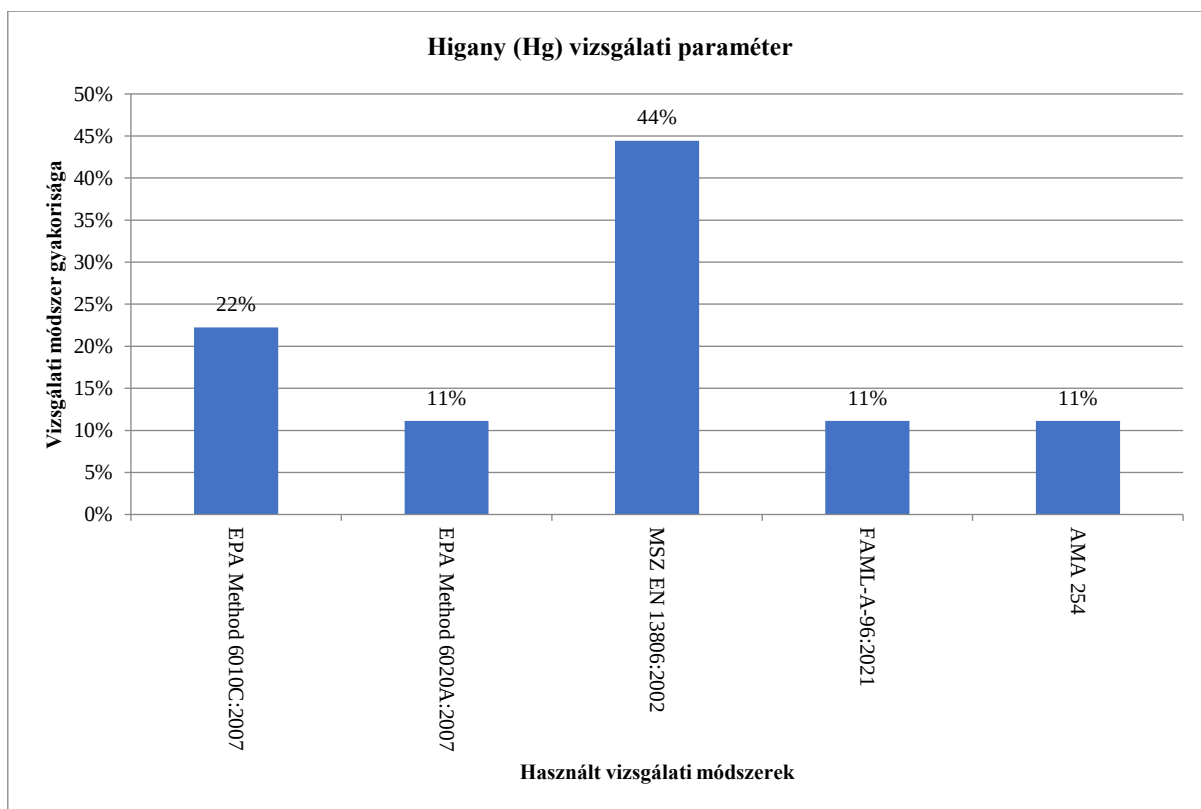
4.2 mellékelt: A résztvevők által beküldött vizsgálati módszerek



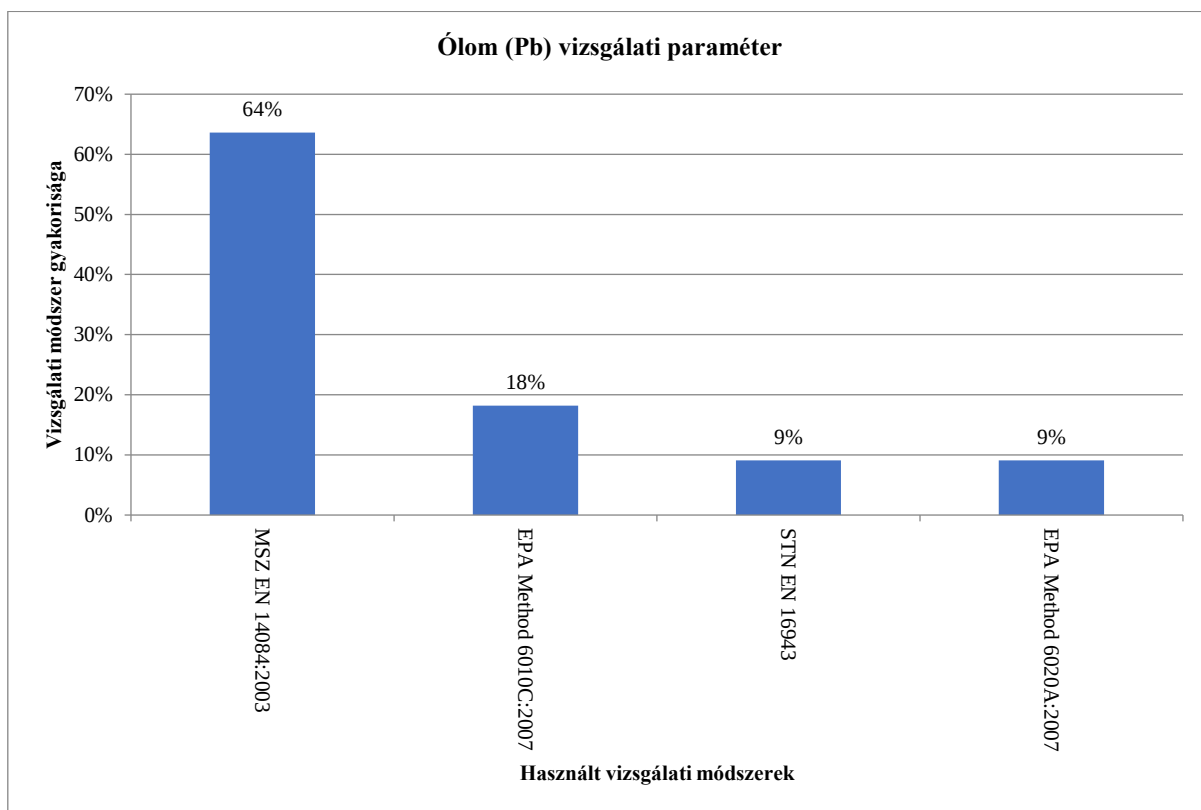
10. ábra: Beküldött vizsgálati módszerek (As)



11. ábra: Beküldött vizsgálati módszerek (Cd)



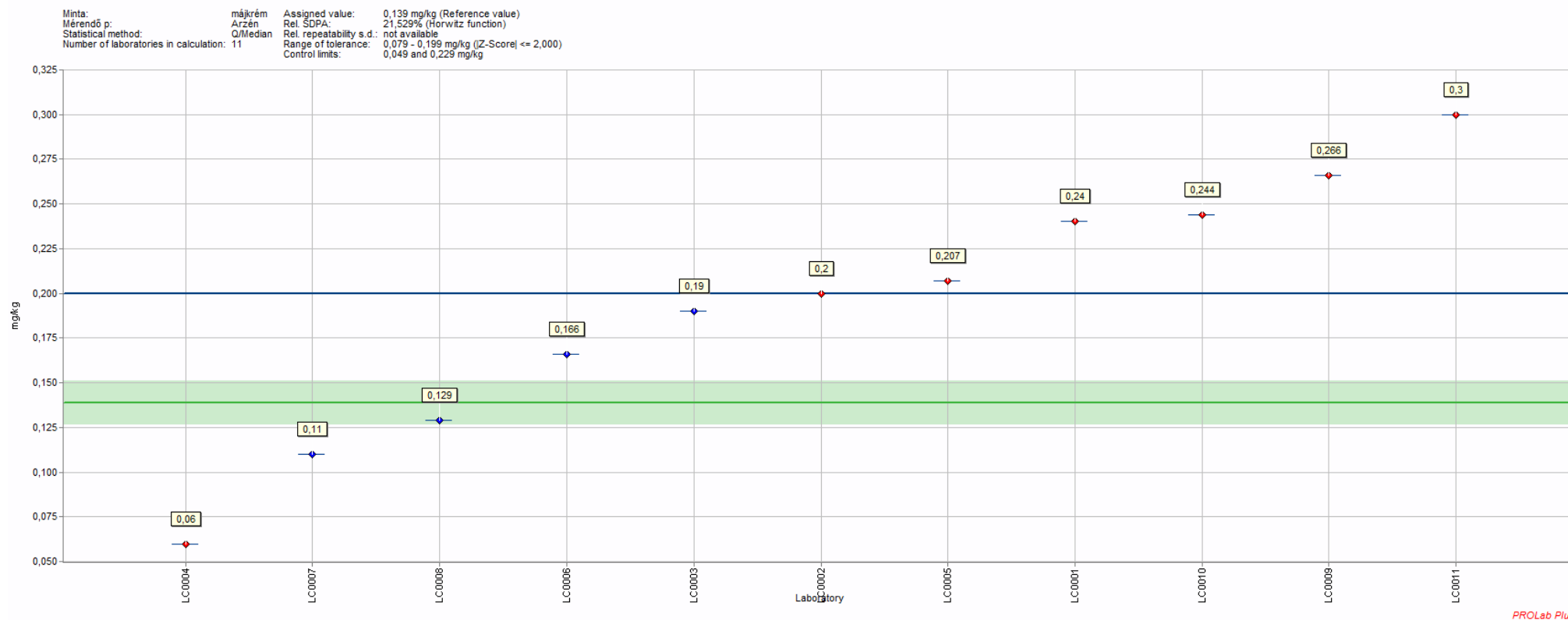
12. ábra: Beküldött vizsgálati módszerek (Hg)



13. ábra: Beküldött vizsgálati módszerek (Pb)

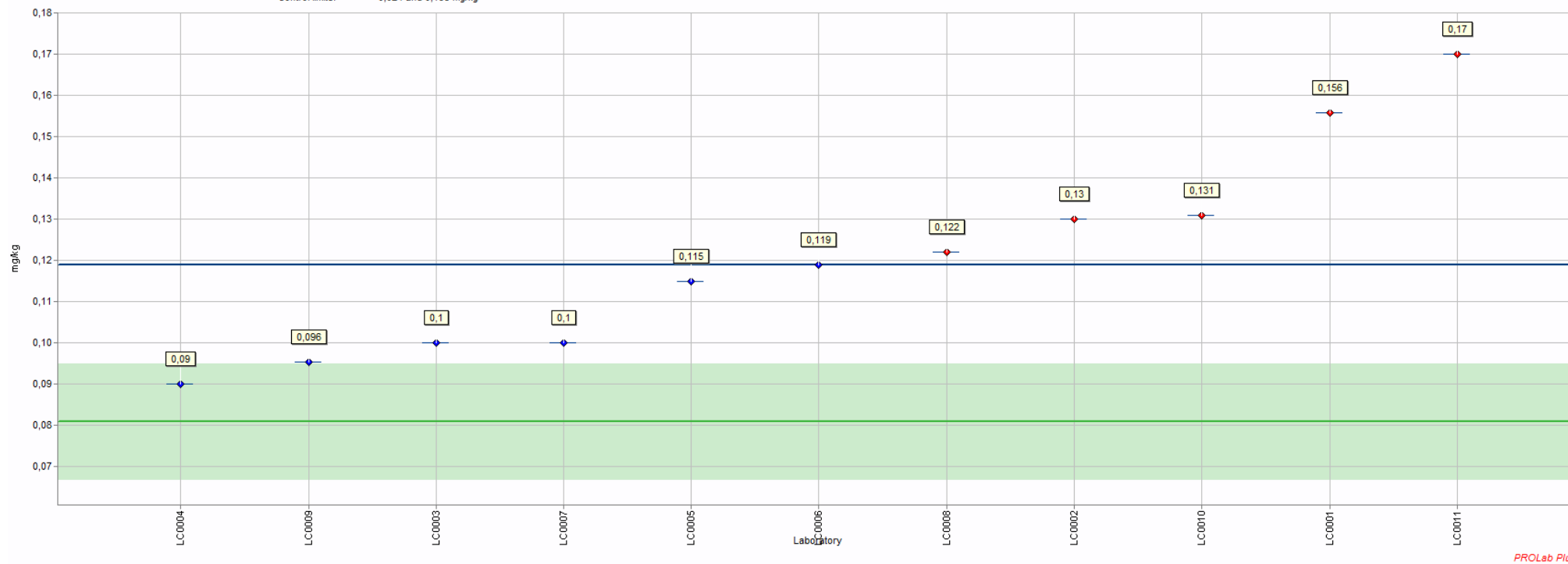
5. melléklet: A résztvevők eredményeinek grafikus ábrázolása

Megj: A tolerancia tartományok és a kontroll limitek a teljesítményértékelésből származó adatok. A **kék folytonos** vonal a robusztus átlagot jelöli, a **zöld folytonos** vonal a hozzárendelt értéket (referencia érték), a **halványzöld kitöltés** a hozzárendelt érték standard bizonytalanságát.

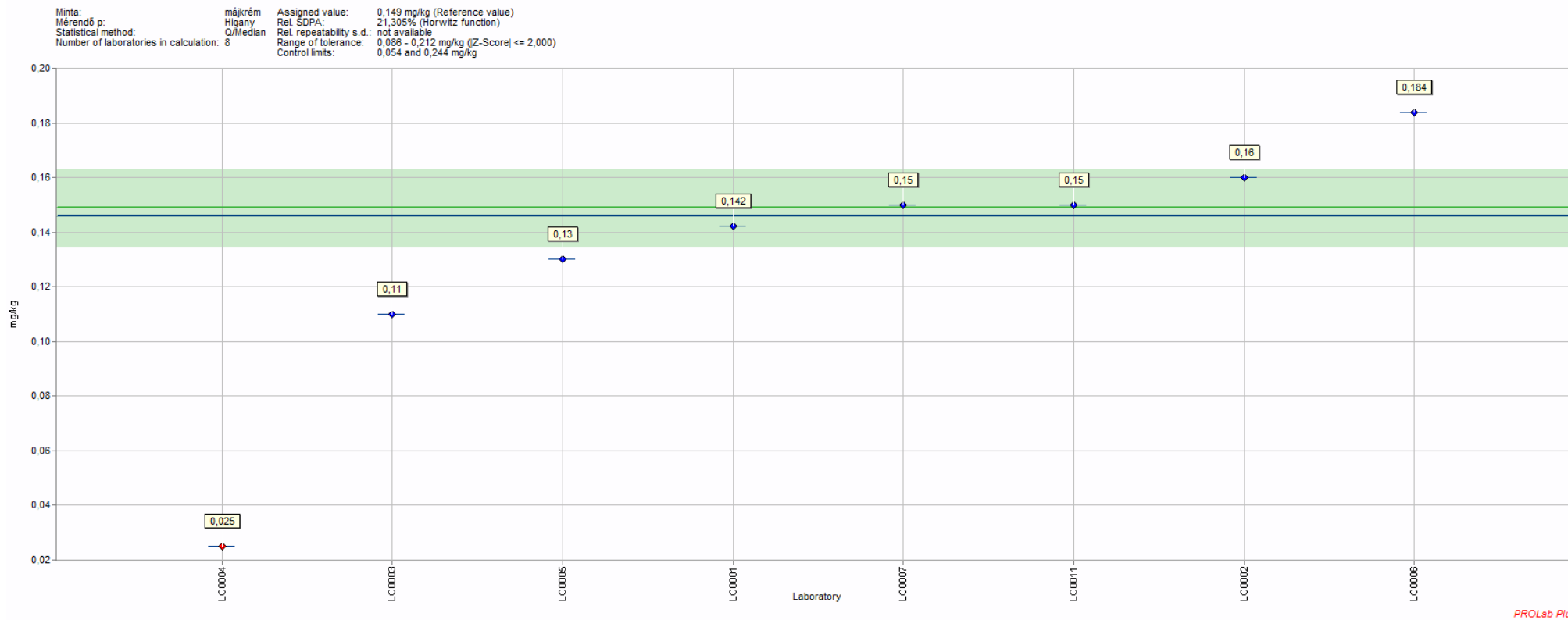


14. ábra: Arzén (As) paraméter vizsgálati eredményeinek grafikus ábrázolása

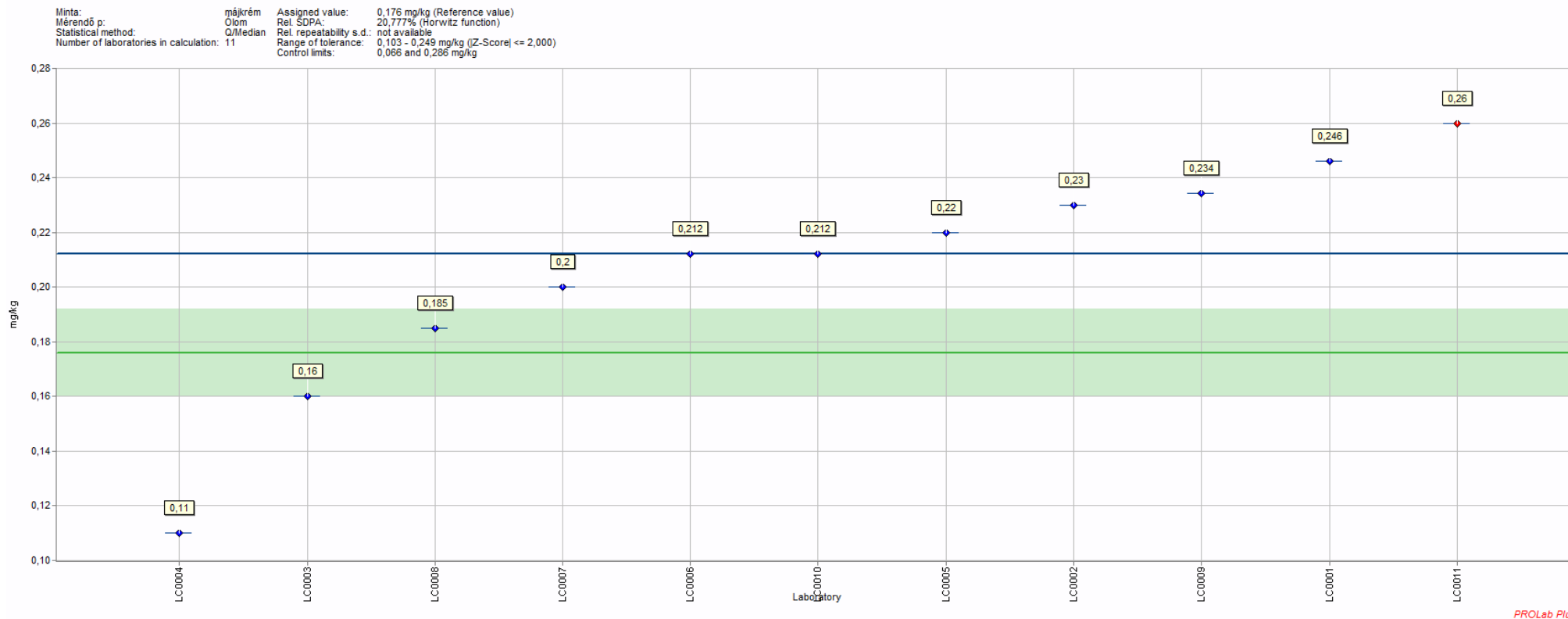
Minta: májkrém
Mérendő p: Kadmium
Statistical method: O/Median
Number of laboratories in calculation: 11
Assigned value: 0,081 mg/kg (Reference value)
Rel. SDPA: 22,000% (Truncated horwitz)
Rel. repeatability s.d.: not available
Range of tolerance: 0,043 - 0,119 mg/kg (I² score| <= 2,000)
Control limits: 0,024 and 0,138 mg/kg



15. ábra: Kadmium (Cd) paraméter vizsgálati eredményeinek grafikus ábrázolása



16. ábra: Hígany (Hg) paraméter vizsgálati eredményeinek grafikus ábrázolása



17. ábra: Ólom (Pb) paraméter vizsgálati eredményeinek grafikus ábrázolása

6. melléklet: Hozzárendelt értékek és célszórás értékek

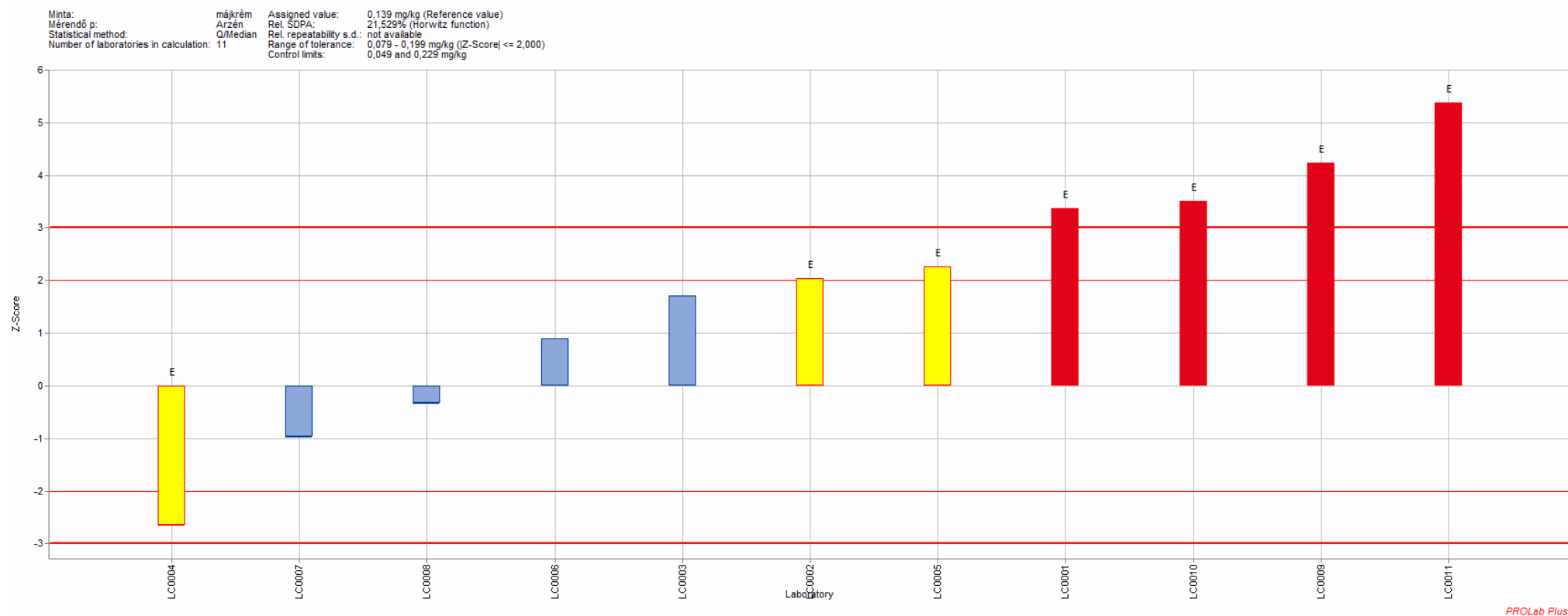
Paraméter	Arzén	Kadmium	Higany	Ólom
Mértékegység	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Hozzárendelt érték	0,139	0,081	0,149	0,176
Robusztus átlag	0,200	0,119	0,146	0,212
Célszórás (Horwitz-egyenletből)	0,03	0,018	0,032	0,037
Robusztus szórás (résztvevői eredményekből)	0,089	0,028	0,041	0,042
Relatív célszórás	21,53%	22,00%	21,31%	20,78%
Hozzárendelt érték standard bizonytalansága / célszórás #	0,2	0,4	0,2	0,2
Alsó elfogadási határ (2σ)	0,079	0,043	0,086	0,103
Felső elfogadási határ (2σ)	0,199	0,119	0,212	0,249
Hozzárendelt érték standard bizonytalansága	0,006	0,007	0,007	0,008

Ha a hányados értéke $< 0,3$, akkor az (1) képlet követelménye teljesül, a (3) szerinti Z-score érték kerülhet kiszámításra. Ellenkező esetben a (4) képlet szerinti Z'-score értéket kell kiszámolni.

7. melléklet: Résztvevők vizsgálati eredményeinek teljesítményértékelése - táblázat

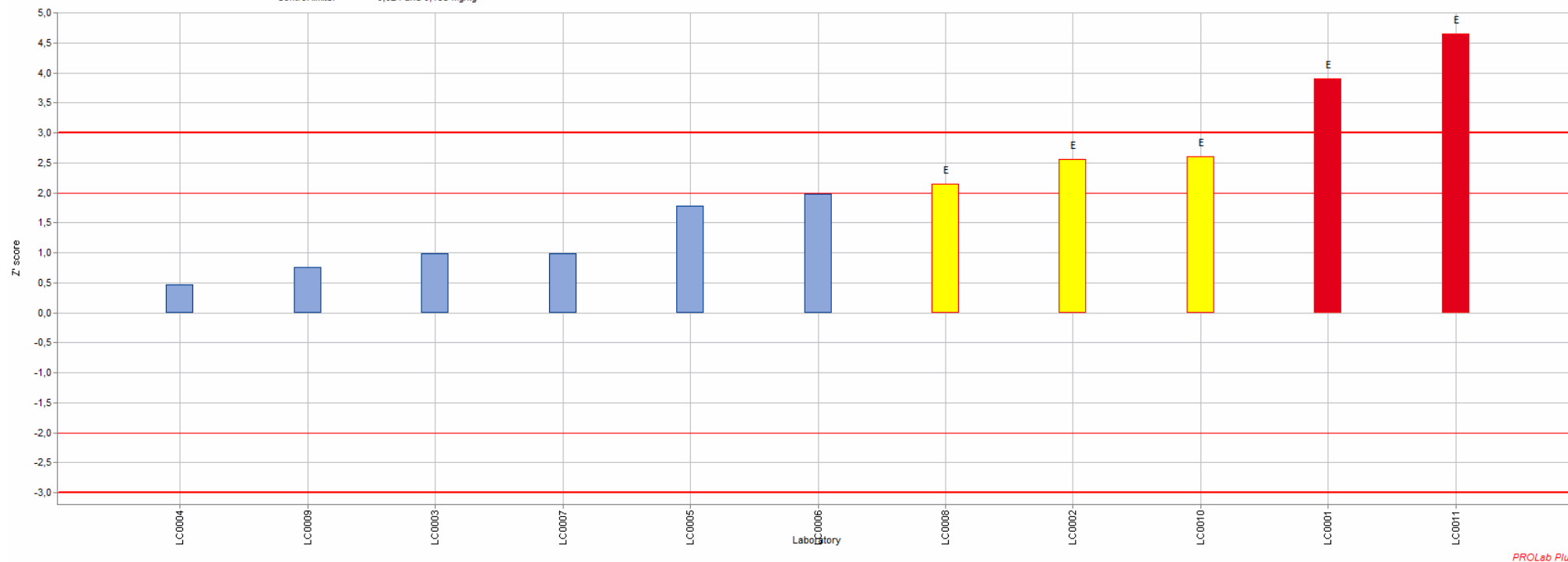
Résztvevő laboratórium kódja	Arzén	Z score	Kadmium	Z' score	Higany	Z score	Ólom	Z score
Mértékegység	mg/kg		mg/kg		mg/kg		mg/kg	
LC0001	0,240	3,38	0,156	3,91	0,142	-0,22	0,246	1,91
LC0002	0,200	2,04	0,130	2,56	0,160	0,35	0,230	1,48
LC0003	0,190	1,70	0,100	0,99	0,110	-1,23	0,160	-0,44
LC0004	0,060	-2,64	0,090	0,47	0,025	-3,91	0,110	-1,81
LC0005	0,207	2,27	0,115	1,78	0,130	-0,60	0,220	1,20
LC0006	0,166	0,90	0,119	1,99	0,184	1,10	0,212	0,98
LC0007	0,110	-0,97	0,100	0,99	0,150	0,03	0,200	0,66
LC0008	0,129	-0,33	0,122	2,14	-	-	0,185	0,25
LC0009	0,266	4,24	0,096	0,76	<0,02	-	0,234	1,59
LC0010	0,244	3,51	0,131	2,61	-	-	0,212	0,98
LC0011	0,300	5,38	0,170	4,65	0,150	0,03	0,260	2,30

8. melléklet: Résztevők vizsgálati eredményeinek teljesítményértékelése – ábrák

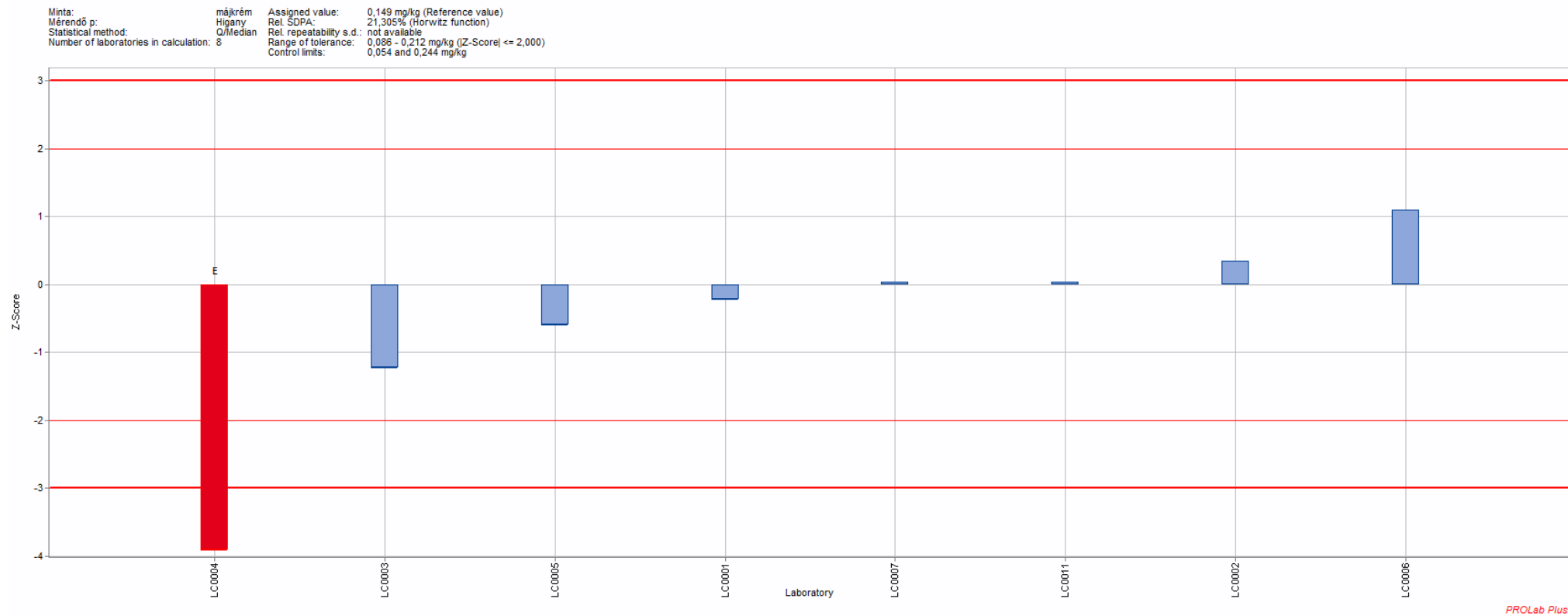


18. ábra: Arzén (As) paraméter teljesítményértékei (Z-score)

Minta: májkrém
 Méréndő p: Kadmium
 Statistical method: Q/Median
 Number of laboratories in calculation: 11
 Assigned value: 0,081 mg/kg (Reference value)
 Rel. SDPA: 22,000% (Truncated horwitz)
 Rel. repeatability s.d.: not available
 Range of tolerance: 0,043 - 0,119 mg/kg ($|Z' \text{ score}| \leq 2,000$)
 Control limits: 0,024 and 0,138 mg/kg

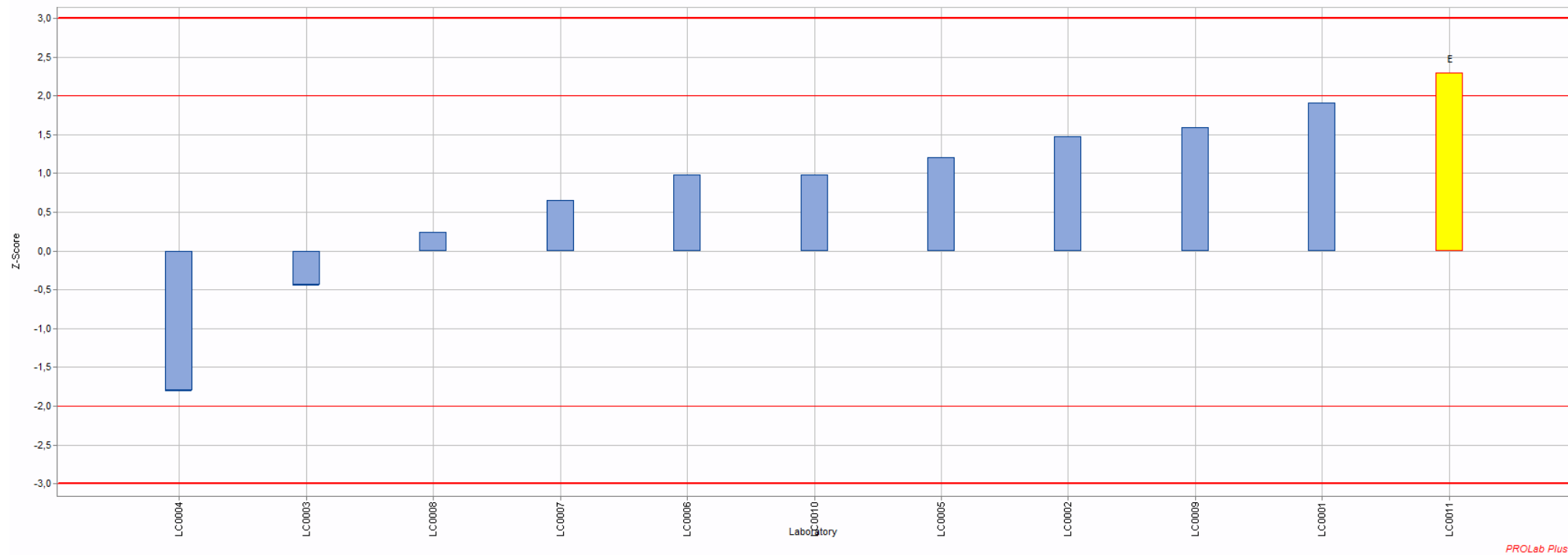


19. ábra: Kadmium (Cd) paraméter teljesítményértékei (Z'-score)



20. ábra: Hígany (Hg) paraméter teljesítményértékei (Z-score)

Minta: májkrém
Mérendő p: Ólom
Statistical method: Q/Median
Number of laboratories in calculation: 11
Assigned value: 0,176 mg/kg (Reference value)
Rel. SDPA: 20,777% (Horwitz function)
Rel. repeatability s.d.: not available
Range of tolerance: 0,103 - 0,249 mg/kg (|Z-Score| <= 2,000)
Control limits: 0,066 and 0,286 mg/kg



21. ábra: Ólom (Pb) paraméter teljesítményértékei (Z-score)

-DOKUMENTUM VÉGE-