

Program zkoušení způsobilosti na mykotoxiny

Jaroslava Srnková

Oddělení mezilaboratorních porovnávacích zkoušek
NRL, ÚKZÚZ

Seminář „Mykotoxiny a zemědělská produkce“
Brno, 13. března 2013



MPZ v ÚKZÚZ

- **1998 – 2007** pilotní pracoviště pro MPZ jmenované ČIA, součást Národního programu zkoušení způsobilosti
- **2008** OMPZ – akreditovaný poskytovatel zkoušení způsobilosti č.7005
- **2011** reakreditace – ČSN EN ISO/IEC 17 043



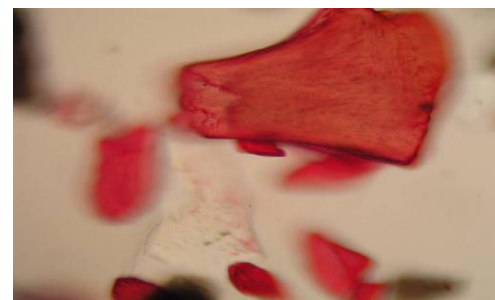
MPZ v ÚKZÚZ

- **od roku 1996** (3x) 2x ročně
 - Analýza půd
 - Analýza rostlinného materiálu
- **od roku 1997** (3x) 2x ročně
 - Analýza krmiv
- **od roku 1998** (3x) 2x ročně
 - Analýza kalů
a (od roku 2001) sedimentů



MPZ v ÚKZÚZ

- **od roku 2000** 1 x ročně
 - Analýza semen olejnin
- **od roku 2003** 2 x ročně
 - Stanovení doplňkových látek v krmivech
- **od roku 2008** 1 x ročně
 - Detekce živočišných proteinů



MPZ - mykotoxiny

SZPI – NRL pro mykotoxiny v potravinách

ÚKZÚZ – NRL pro mykotoxiny v krmivech

- společná akce ÚKZÚZ a SZPI

Mezilaboratorní porovnávací zkoušky 2012

- Stanovení mykotoxinů
v krmivech a potravinách



MPZ - mykotoxiny 2012

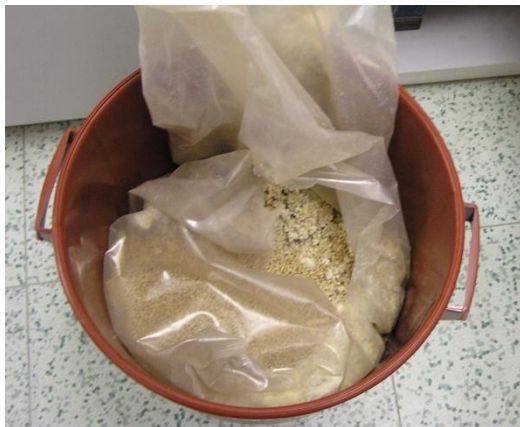
Vzorky pro MPZ:

- ÚKZÚZ - přirozený vzorek krmné směsi pro výkrm brojlerů, odebraný a skladovaný za nestandardních podmínek
⇒ DON, ZON
- SZPI – spikovaný vzorek kukuřičné mouky
⇒ ZON, OTA, Aflatoxin B2 (dodáno)
⇒ DON (původní kontaminace)
testováno na přítomnost aflatoxinů B1, G1, G2

Testy homogenity - vzorky vyhověly.

MPZ - mykotoxiny 2012

Příprava vzorku, mletí, homogenizace



MPZ - mykotoxiny 2012

Kvartace, testy homogenity, balení vzorků



ANALÝZA ROZPTYLU

Jednofaktorová analýza rozptylu s pevnými efekty

Název: KRMIVA_DCH_04 (μg/kg)

V Ý S T U P

(1) DATA A POKYNY:

Vlastní výpočetní alfa : 0.050

Transformace : Ne

Počet úrovní faktorů A, B : 12

Číslo vz. B = n[1] + n[2] + ... + n[k] : 24

Jméno výstupního souboru : D:\krmg\homog\krmiva\dom04.txt

(2) OPRACOVÁNÍ POSOBOVÁNÍ NA ROVNÍCH ÚROVNÍCH FAKTORU A:

Číslo matice editorů.

V Ý S T U P

(1) PRŮBĚH A EFEKTY ÚROVNÍ:

Úroveň	Průměr	Effekt	MS
1	3.8950E+02	-1.5708E+01	5.0000E-01
2	4.2300E+02	1.7792E+01	5.0000E-01
3	3.7150E+02	-3.3708E+01	5.0000E-01
4	4.0850E+02	3.2917E+00	5.0000E-01
5	4.0900E+02	3.7917E+00	5.0000E-01
6	4.1400E+02	8.7917E+00	5.0000E-01
7	3.7250E+02	-3.2708E+01	5.0000E-01
8	4.4250E+02	3.7929E+01	5.0000E-01
9	4.1800E+02	1.2792E+01	5.0000E-01
10	3.8950E+02	1.5708E+01	5.0000E-01
11	4.4300E+02	3.7792E+01	5.0000E-01
12	3.8150E+02	-2.3708E+01	5.0000E-01

(2) DETEKTACE VLIVNÝCH BODŮ, (Vyhodnocení a odlehle body)

Sázka: 1

Odlehle: 1

Vyhodnocení: 1

(3) TABULKA ANOVA:

H0: Efekty faktorů A jsou nulové, H1: ... nejsou nulové

Kritérium F(1-alfa, k-1, n-k) = 2.717

Stupeň	Stupňův	Stupňův	Průměrný	Testovací	Sázka	Společná
rozptylu	vlastní	(střed)	kritérium	HL-ale	hlad. vpr.	
Střed	n-1 = 11	1.2326E+04	1.2115E+03	1.733	akceptováno	0.179
Residual	n-k = 12	8.2895E+03	6.9913E+02			
Celkový	n-1 = 23	2.1716E+04	9.4417E+02			

(5) ZKOUŠKA TRANSFORMACE:

Korelační koeficient, R : 0.071

(Pokud je R blízké nule není transformace nutná.)

Počátek výpočtu : 11:34, 3.5.2012

Konec výpočtu : 11:34, 3.5.2012

Provedl : Bena Jánová



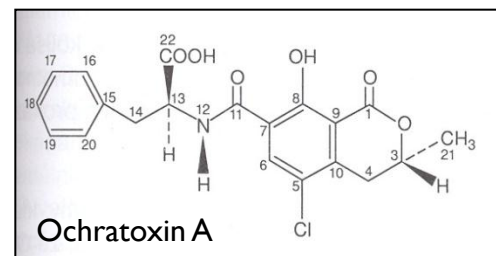
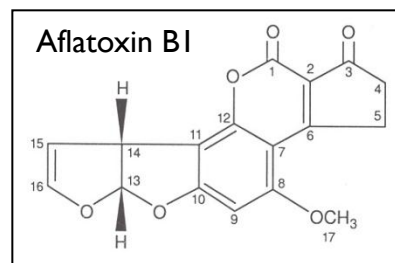
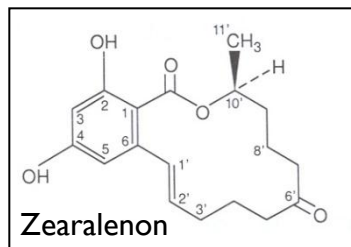
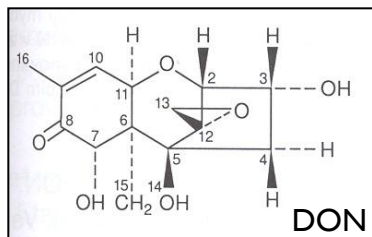
MPZ - mykotoxiny 2012

Účastníci v MPZ:

- 24 laboratoří (13 - SZPI, 11 - ÚKZÚZ)

Použité techniky stanovení:

- chromatografické metody - LCMS/MS, LCF, LCS (16 lab.)
- diagnostické metody – ELISA, ROSA (8 lab.)



Statistické vyhodnocení výsledků MPZ – mykotoxiny 2012

- robustní metody

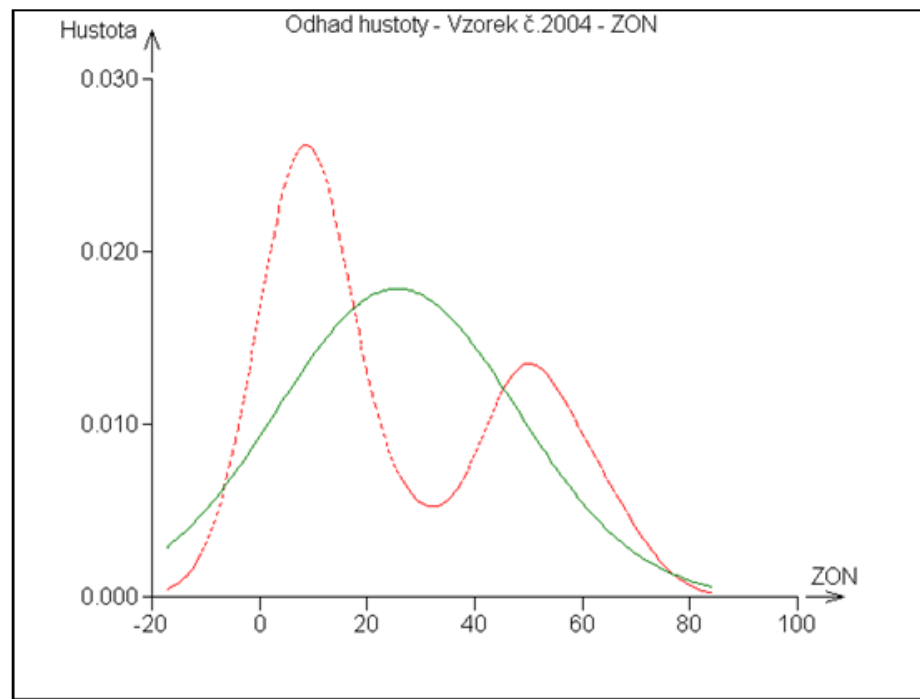
Počet účastníků	1	2	3	4	5	6	7	8	9		20	21		n
Medián a MAD								→						
Hornův postup				← →										
Z-score (x^* , s^* dle ISO 13528)								→						

- značení odlehlých hodnot

- u hodnocení dle mediánu a MAD: ** a *
- u hodnocení dle z-score: !! ($|z| > 3$),
! ($2 < |z| \leq 3$)

- výsledky s hodnotami „menší než“ ($<$):
nehodnoceny

Statistické vyhodnocení výsledků MPZ – mykotoxiny 2012



Výsledky chromatografických a diagnostických metod byly vyhodnoceny zvlášť.

Statistické vyhodnocení výsledků MPZ – mykotoxiny 2012

Vzorek č.	Parametr [ug/kg]	Kapalinová chromatografie				Diagnostické metody	
		x*	s*	x_Horn	s_Horn	x_Horn	s_Horn
1	DON	158,35	29,20	160,50	22,50	229,00	49,00
	ZON	--	--	9,85	4,10	42,00	20,90
2	DON	2459,5	581,6	2479,5	472,0	3295,5	712,1
	ZON	183,67	35,43	194,6	36,86	213,50	55,84
	OTA	2,681	0,776	2,650	0,513	--	--
	Aflatoxin B2	3,608	0,764	3,550	0,479	--	--

MPZ - mykotoxiny 2013



- Spolupráce se SZPI
- **Termín:** 2.polovina května 2013
- **Vzorky pro MPZ:**
 - č.1 (ÚKZÚZ) – kukuřice zrno, vzorek přirozeně kontaminovaný
 - č.2 (SZPI) – pšeničná mouka, vzorek přirozeně kontaminovaný a dodatečně spikovaný
- **Testované parametry:** DON, ZON, OTA, Fumonisy B1 a B2
Testy homogeneity - vzorky vyhověly.



Statistické vyhodnocení výsledků MPZ – mykotoxiny 2013

- Výsledky korigované na výtěžnost.
- Výsledky stanovené chromatografickými metodami a diagnostickými metodami budou hodnoceny odděleně

Statistické vyhodnocení výsledků MPZ – mykotoxiny 2013

- Z-score

- vztažná hodnota x^* robustní průměr dle ISO 13528 vypočítaný z výsledků stanovených chromatografickými metodami
- směrodatná odchylka s_{Horw} vypočítaná pro x^* dle Horwitzovy resp. Thompsonovy rovnice

- značení odlehlých hodnot

- !! ($|z| > 3$)
- ! ($2 < |z| \leq 3$)

Účast laboratoře v MPZ

- nenahrazuje účinné rutinní interní řízení kvality
- indikuje, zda celý systém funguje správně

Podmínka:

standardní zacházení
se vzorky MPZ
včetně standardního
počtu opakování.



www.ukzuz.cz/ Laboratoře/ MPZ



Děkuji za pozornost