

Zkouška objektivit automatického vzorkovacího zařízení (zkouška průměrnosti a chyby z přenosu)

metoda infračervené absorpční spektroskopie (DIN 11868-1:1999-11)

Úvod

Řádný odběr vzorků mléka je jednou z podmínek objektivního zajištění systému hodnocení jakosti mléka. Záměrem je přispět ke zvyšování kvality činností, které předcházejí hodnocení jakosti mléka v laboratoři.

Tento SOP se zabývá jak odběrem vzorků pro účely zkoušky objektivit automatických vzorkovacích zařízení (část A) tak vlastním průběhem zkoušky (část B). Říká také jaké obecné požadavky by měla vzorkovací zařízení splňovat, plnění těchto požadavků je ovšem věcí dodavatele či provozovatele zařízení. Kapitola C se zabývá vyhodnocením zkoušky podle kritérií normy DIN 11868-1. Tyto interpretace však nejsou akreditovány. Hodnocení se děje na základě porovnání hodnot tuku (g/100 g) změřených v manuálně odebraných vzorcích (referenční metoda) a ve vzorcích odebraných automatickým vzorkovacím zařízením (předmět zkoušení). Obsah tuku ve vzorcích se měří akreditovanou metodou infračervené absorpční spektroskopie dle SOP 01 (ČSN 57 0536:1999).

Pojmy

- vzorkovací zařízení
Automatické zařízení instalované na silniční cisterně schopné po nastavení příslušných parametrů odebrat jeden nebo více vzorků mléka. Mohou být s přímým odběrem vzorku po celou dobu čerpání mléka odkapem přímo do vzorkovnice nebo s nepřímým odběrem, kdy se během čerpání mléka průběžně plní zásobní nádoba, z níž se pak plní vzorkovnice.
- průměrnost vzorku
Dosažení shody mezi podílem tuku ve vzorku vyjádřeným v procentech nebo g/100g a podílem tuku v celém vzorkovaném objemu mléka.
- chyba z přenosu
Ověření míry ovlivnění složení následujícího vzorku odebraného vzorkovacím zařízením vzorkem předchozím.
- referenční hodnota tučnosti mléka
Průměrné množství tuku zjištěné v manuálně odebraných vzorcích mléka

Kapitola A

Odběr vzorků mléka pro zkoušku objektivitu automatického vzorkovacího zařízení – manuálně

1 Princip

Ruční odběr vzorku je referenční metodou odběru mléka. Odebírá se naběračkou do směsné nádoby, z níž se po promíchání plní vzorkovnice.

2 Pomůcky

- naběračka (s míchadlem nebo bez) s dostatečně dlouhou rukojetí
- směsná nádoba (objem 0,5-3 litry)
- uzavíratelné nádrže o objemu 40-300l (plast)
- odměrný válec
- pipeta
- zařízení pro odběr vzorků ze dna nádrží (stříkačka s hadičkou na jejímž konci je závaží)
- vzorkovnice (čisté, suché, uzavíratelné)
- vzorkovací zařízení - předmět zkoušení (za technický stav a připravenost ke zkoušce ručí provozovatel)

Všechny pomůcky musí být vyrobeny z materiálů, které jsou dezinfikovatelné a žádným způsobem neovlivňují mléko (nerez, plast, sklo).

K transportu odebraných vzorků do laboratoře slouží chladicí box.

3 Postup odběru vzorků mléka manuálně

3.1 Zkouška průměrnosti

Pro účely zkoušky se připraví 6 nádrží ve třech množstevních objemech. Rozsah zkoušky je možné volit variabilně tak, aby byla zohledněna množství, která jsou zkoušeným zařízením obvykle přejímána.

Pro každý zvolený množstevní objem se připraví 2 nádrže se syrovým mlékem. Obvykle jsou to objemy: 2x 250 l, 2x 160 l, 2x 80 l. Syrové mléko zajistí objednatel zkoušky a napustí ho přibližně v požadovaném množství do připravených nádrží. Obsah tuku by měl být vyšší než 3,50 g/100g a teplota v rozmezí 4-10°C. Bezprostředně po napuštění nádrží mlékem jsou z každé nádrže manuálně odebrány 3 vzorky.

K odběru musí být připraveny čisté pomůcky, podle potřeby mohou být ještě na místě opláchnuty čistou vodou. Před vlastním odběrem se naběračka i směsná nádoba propláchnou vzorkovaným mlékem. Mléko se ještě ručně promíchá několika pohyby naběračky směrem shora dolů. Podle velikosti nádrže se z různých míst a hloubek odebere několik naběraček mléka do směsné nádoby. Ve směsné nádobě se mléko znovu promíchá pomocí naběračky a naplní se připravená popsána vzorkovnice. Vzorkovnice se plní asi na $\frac{3}{4}$ objemu.

Zbytek mléka se ze směsné nádoby vylije zpět do příslušné nádrže a postup se znovu opakuje vyjma oplachu vzorkovacích pomůcek vodou a mlékem. Takto se naberou 3 vzorky z příslušné nádrže. Tento postup se opakuje s každou připravenou nádrží. Před odběrem mléka z jednotlivých nádrží musí být naběračka a směsná nádoba vypláchnuty mlékem z nádrže z níž budou odebírány vzorky.

Nádrže se zakryjí a mléko se ponechá stát v klidu bez míchání přibližně 2,5 hodiny. Poté je z každé nádrže určené pro zkoušku průměrnosti odebrán jeden vzorek ze dna. Tím se provede kontrola vyvstávání smetany. Zařízení pro odběr vzorků za dna nádrží se koncem hadičky se závažím ponoří až na dno nádrže a stříkačkou připevněnou na druhém konci hadičky se nasaje mléko. Pak se hadička sundá a mlékem ze stříkačky se naplní vzorkovnice. Zbytky mléka ze stříkačky i hadičky se opatrně vlijí zpět do nádrže.

Zkoušené vzorkovací zařízení se nejprve propláchne malým množstvím syrového mléka (cca 40 l). Následně se postupně nasává mléko z nádrží s přibližným objemem mléka 250, 160 a 80l. Z každé nádrže je v průběhu nasávání mléka odebrán jeden vzorek. Za nastavení vzorkovacího zařízení a odběr vzorků mléka z připravených nádrží odpovídá provozovatel vzorkovacího automatu. Odebrané vzorky spolu s průvodním lístkem předá pracovníkovi, který prováděl manuální odběr vzorků.

Řádně označené vzorky se průběžně ukládají do chladicího boxu nebo lednice (teplota 4-10°C). O průběhu vzorkování je proveden záznam (vzor viz. SD č.27). Vzorky jsou v chladovém režimu převezeny do LRM Brno.

3.2 Zkouška chyby z přenosu

Zkouška bezprostředně navazuje na zkoušku průměrnosti (nádrž č. 7 je společná pro obě zkoušky, odebírají se manuálně 3 vzorky pro zkoušku průměrnosti a připraví se z ní zároveň také standardní vzorek, viz. níže). Ke zkoušce se připraví 2 nádrže se syrovým mlékem zpravidla o přibližném objemu mléka 80 l a 3 nádrže s mlékem odstředěným, zpravidla o přibližném objemu mléka 40 l. Nádrže se syrovým a odstředěným mlékem se střídají, začíná se odstředěným mlékem. Mléko ke zkoušce připraví objednatel. Obsah tuku by měl být vyšší než 3,50 g/100g a teplota v rozmezí 4-10°C. Odstředěné mléko by nemělo přesáhnout obsah tuku 0,10 g/100g.

Pro účely této zkoušky se z připravených nádrží manuálně odeberou celkem 3 tzv. standardní vzorky. Standardní vzorek je připraven z 97 dílů odstředěného a 3 dílů syrového mléka připraveného ke zkoušce. Používá se vždy mléko z nádrží, které následují po sobě (nádrž č. 7 a 8, 9 a 10, 11 a 12) viz. Záznam o odběru vzorků.

K odběru se používají 2 směsné nádoby. Do jedné se po proplachu vzorkovaným mlékem odebere syrové mléko, do druhé po proplachu vzorkovaným mlékem odstředěné mléko. Odměrným válcem se odměří 97 dílů odstředěného mléka a pipetou 3 díly syrového mléka. Odebrané mléko se promíchá v uzavíratelné lahvi a rozlije do připravených popsáných vzorkovnic. Tento postup se opakuje u dalších dvojic nádrží.

Bezprostředně po nasátí mléka do cisterny přes zkoušený vzorkovací automat z nádrží připravených pro zkoušku průměrnosti se nasaje mléko z nádrží připravených pro zkoušku chyby z přenosu (začíná se odstředěným mlékem). Z každé nádrže je vzorkovacím zařízením v průběhu nasávání mléka odebrán jeden vzorek. Za nastavení vzorkovacího zařízení a odběr vzorků mléka z připravených nádrží odpovídá provozovatel vzorkovacího automatu. Odebrané vzorky spolu s průvodním lístkem předá pracovníkovi, který prováděl manuální odběr.

Řádně označené vzorky se průběžně ukládají do chladicího boxu nebo lednice (teplota 4-10°C). O průběhu vzorkování je proveden záznam (vzor viz. SD č.27). Vzorky jsou v chladovém režimu převezeny do LRM Brno.

Kapitola B

Zkouška objektivitv vzorkovacího zařízení (zkouška průměrnosti a chyby z přenosu) – metoda infračervené absorpční spektroskopie

1 Princip

Principem je měření hodnot tuku ve vzorcích odebraných manuálně a ve vzorcích odebraných automatickým vzorkovacím zařízením (viz. kap. A). Vzorkovací zařízení spolu se sací hadicí tvoří systém, který je jako celek předmětem ověřování. Za odběr vzorků vzorkovacím zařízením ručí provozovatel zařízení. Po odběru jsou vzorky předány pracovníkům LRM Brno-Tuřany, kteří za ně od této doby zodpovídají. Po převozu do laboratoře jsou předány k analýze na obsah tuku dle SOP 01 (ČSN 57 0536:1999). Na základě zjištěných hodnot tuku se provedou příslušné výpočty a srovnání s kritérii danými v normě DIN 11868-1:1999-11 (viz. kap. C). Tyto interpretace však nejsou předmětem akreditace. Stanovení množství tuku ve vzorcích odebraných manuálně a ve vzorcích odebraných vzorkovacím automatem se provádí stejnou metodou, na stejném přístroji a ve stejném čase.

Zkoušení automatických vzorkovacích zařízení se děje na základě dobrovolné objednávky, doporučená frekvence je 1x ročně a/nebo po zásahu do systému.

2 Postup zkoušky objektivitv vzorkovacího zařízení

Po převozu vzorků do laboratoře proběhne týž nebo následující den příjem vzorků. Pokud příjem proběhne až následující den, jsou vzorky uloženy do chladicího boxu nebo lednice. Příjem vzorků se řídí Přílohou č. 34 SOP – Metodická příručka střediska informatiky. Pracovnice provádějící příjem dopíše do Záznamu o odběru vzorků potřebné údaje, vzorky označí a předá ke zpracování na středisko analytiky. U všech vzorků se stanoví obsah tuku v g/100g dle SOP 01 (ČSN 57 0536:1999).

3 Záznamy o zkoušení

O výsledcích zkoušení podle této metodiky je pořízen Protokol o zkoušce vzorkovacího zařízení (viz. př. č.1 PK). Protokol zpracovává v programu EXCEL odpovědný pracovník technik-specialista. Protokol obsahuje rovněž srovnání výsledků s kritérii podle normy DIN 11868-1:1999-11, které však nejsou předmětem akreditace (viz. kapitola C tohoto SOP).

4 Verifikace

Pro tuto zkoušku dosud neexistují MPZ, proto bylo v rámci verifikace (ověření správnosti) používané metody provedeno Dr. Hanušem (VÚCHS Rapotín) srovnání výsledků dosažených jednotlivými pověřenými pracovníky LRM Brno. Vyhodnocení tohoto porovnání je vedeno v Příloze č. 44 SOP.

Program EXCEL je považován za validovaný.

Kapitola C

Srovnání výsledků s kritérii normy DIN 11868-1:1999-11

– není předmětem akreditace

1 Princip

Hodnoty tuku v g/100g stanovené v odebraných vzorcích a ve vzorcích dodaných provozovatelem zkoušeného automatu se použijí ke vzájemnému srovnání a k výpočtu průměrného rozdílu, směrodatné odchylky. Vypočtené hodnoty se srovnají s kritérii uvedenými v normě DIN 11868-1:1999-11 (viz. níže). Vzorkovací zařízení lze pokládat za vyhovující požadavkům zkoušky pokud je srovnání vyhovující ve všech uvedených parametrech.

2 Hodnocení

2.1 Zkouška průměrnosti

Na základě výsledků rozdílů množství tuku mezi vzorky odebranými vzorkovacím zařízením a manuálně odebranými vzorky se vypočítá průměrný rozdíl X_D

$$x_D = \frac{\sum (f_a - f_h)}{n}$$

a směrodatná odchylka S_D

$$s_D = \sqrt{\frac{n \sum d^2 - (\sum d)^2}{n(n-1)}}$$

kde	f_a	množství tuku v g/100g odebrané vzorkovacím zařízením
	f_h	průměr tuku v g/100g ze vzorků odebraných manuálně (rozdíl mezi jednotlivými manuálně odebranými vzorky nesmí být větší než 0,1 g/100g)
	n	počet vzorků odebraných vzorkovacím zařízením
	d	$f_a - f_h$

Průměrný rozdíl X_D mezi vzorkem odebraným vzorkovacím zařízením a ručně odebranými vzorky nesmí být větší než $\pm 0,05$ g/100g tuku.

Směrodatná odchylka rozdílů S_D mezi vzorky odebranými vzorkovacím zařízením a ručně odebranými vzorky nesmí být větší než 0,08 g/100g tuku.

Zároveň jednotlivý rozdíl d mezi vzorkem odebraným vzorkovacím zařízením a ručně odebraným vzorkem nesmí být větší než $\pm 0,15$ g/100g tuku při množství mléka do 100 l a $\pm 0,10$ g/100g tuku při množství mléka nad 100 l.

Hodnota tuku (g/100g) ve vzorku odebraném ze dna musí být nižší než hodnota tuku v průměrném vzorku připraveném z dané nádrže.

2.2 Zkouška chyby z přenosu

Výsledky hodnot tuku standardních vzorků se porovnají s příslušnými výsledky vzorků odebraných zkoušeným zařízením z odtučněného mléka.

Výsledek zkoušky je vyhovující pokud alespoň dva vzorky odebrané zkoušeným zařízením z odtučněného mléka vykazují nižší nebo shodnou tučnost jako příslušné standardní vzorky. Je přípustné, aby jeden z takto odebraných vzorků z odtučněného mléka překročil množství tuku v příslušném standardním vzorku, nejvýše však o 0,10 g/100g.