

AGRONOMSKI FAKULTET SVEUČILIŠTA U ZAGREBU  
ZAVOD ZA MLJEKARSTVO  
REFERENTNI LABORATORIJ



# **ILC u kontroli kvalitete mlijeka**

*Pripremili:*

Šimun Zamberlin, Iva Horvat, Neven Antunac

# KONTROLA KVALITETE MLIJEKA U RH

# NEOVISNI SUSTAV KONTROLE KAKVOĆE SVJEŽEG, SIROVOG MLIJEKA

## 1. Kontrola higijenskih parametara

- aerobne mezofilne bakterije
- somatske stanice

## 2. Kontrola kemijskih parametara

- mliječna mast
- bjelančevine
- laktoza, antibiotici

## 3. Utvrđivanje cijene mlijeka



# NEOVISNI SUSTAV KONTROLE KAKVOĆE SVJEŽEG, SIROVOG MLIJEKA

Mjeriteljske sastavnice - akreditirani laboratoriji:

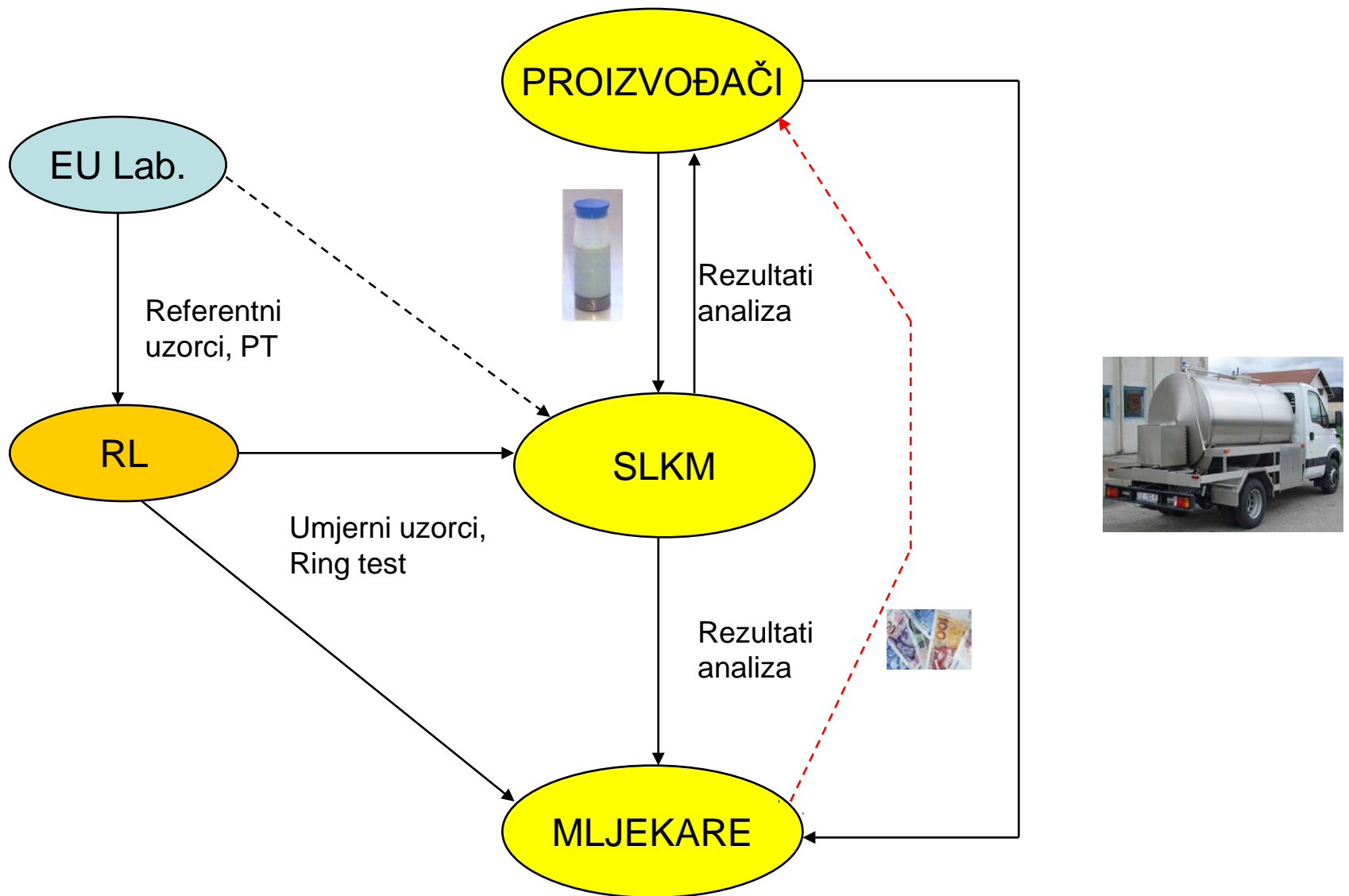
➔ Središnji laboratorij za kontrolu mlijeka (SLKM) u  
Križevcima



➔ Referentni laboratorij Zavoda za mljekarstvo  
Agronomskog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu (RL)



# NEOVISNI SUSTAV KONTROLE KAKVOĆE SVJEŽEG, SIROVOG MLIJEKA



ORGANIZACIJA  
MEĐULABORATORIJSKOG ISPITIVANJA  
(RING TESTA)



# KVALITETA MLIJEKA ZA PRIPREMU UZORAKA

1. 25 individualnih uzoraka volumena  
(Pravilnik N.N 102 / 2000)
2. Utvrđivanje **kemijskog sastava** i higijenske kvalitete
  - **mliječna mast, bjelančevine, laktoza**  
(HRN ISO 9622:2001)
  - broj somatskih stanica  
(HRN EN ISO 13366-2:2007)
  - broj aerobnih mezofilnih bakterija  
(ISO 21187:2004)



# ODABIR UZORAKA

Rasponi koncentracija → laktacijski period

7 uzoraka → mliječna mast }  
bjelančevine } 1 set  
laktoza }

5 uzoraka → somatske stanice → 1 set

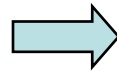
# PRIPREMA UZORAKA

- Konzerviranje

- Homogenizacija



- Kontrola homogenosti



$$S_p \leq 0,03 \text{ g/100g}$$

$$C_v < 5 \% \text{ som. st./mL}$$



- Bočice volumena 100 mL

- Pohrana na 4-8 °C



# DOSTAVA UZORAKA

➡ prenosivi hladnjaci (4-8 °C)



Trajnost: 5 dana od uzorkovanja → Rok za analizu

RL ➡ 5 setova → Referentne vrijednosti

# ODREĐIVANJE REFERENTNIH VRIJEDNOSTI

## Referentne metode

→ mliječna mast (HRN EN ISO 1211: 2001)



→ bjelančevine (HRN EN ISO 8968-2: 2003)



# ODREĐIVANJE REFERENTNIH VRIJEDNOSTI

## Referentne metode

→ laktoza (HRN ISO 5765-1: 2003)



→ somatske stanice (HRN EN ISO 13366-1:1999)



## Dinamika analiza

→ 5 setova → 5 dana uzastopno → 3 ponavljanja

# ODREĐIVANJE REFERENTNIH VRIJEDNOSTI

## Mjerna nesigurnost (EURACHEM/CITAC Guide:2000)

- Sastavnice: —→ ponovljivost
- obnovljivost
- iskorištenje u odnosu na CRM
- stabilnost uzoraka tijekom 5 dana

# STATISTIČKA OBRADA REZULTATA

uzorak → pojedinačna komponenta → z-vrijednost

$$z = \frac{(x - x_a)}{\sigma_p}$$

gdje je:

- $x$  - rezultat laboratorija koji je sudjelovao u Ring testu
- $x_a$  - referentni rezultat određen u RL-u
- $\sigma_p$  - standardna devijacija  $(x - x_a)$  rezultata svih laboratorija za određenu komponentu mlijeka

## STATISTIČKA OBRADA REZULTATA

$$\zeta = \frac{(x - x_a)}{\sqrt{u^2(x) + u^2(x_a)}}$$

gdje je:  $u(x)$  - mjerna nesigurnost laboratorija za određenu komponentu i uzorak

$u(x_a)$  - mjerna nesigurnost referentne vrijednosti

# STATISTIČKA OBRADA REZULTATA

## Interpretacija z – vrijednosti

$z = 0$                       rezultat je izvrstan

$|z| \leq 2$                       rezultat je zadovoljava

$2 < |z| \leq 3$                       rezultat je upitan

$|z| > 3$                       rezultat ne zadovoljava

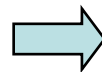
# STATISTIČKA OBRADA REZULTATA

## Sumiranje z - vrijednosti

komponenta	ml. mast	bjelančevine	laktoza
uzorak			
1	Z(m)1	Z(b)1	Z(l)1
2	Z(m)2	Z(b)2	Z(l)2
3	Z(m)3	Z(b)3	Z(l)3
4	Z(m)4	Z(b)4	Z(l)4
5	Z(m)5	Z(b)5	Z(l)5
6	Z(m)6	Z(b)6	Z(l)6
7	Z(m)7	Z(b)7	Z(l)7

komponenta	somatske stanice
uzorak	
1	Z(s)1
2	Z(s)2
3	Z(s)3
4	Z(s)4
5	Z(s)5

Zbirna z - vrijednost



$$S_{Z,rs} = \sum_i z_i / \sqrt{n}$$

# PREZENTIRANJE REZULTATA RING TESTA

## Ring kontrola srpanj 2008. - MLIJEČNA MAST

Šifra lab.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Uzorak br.</b>												
1	2,95	2,97	2,90	2,97	2,99	2,96	2,97	3,02	3,04	2,96	2,96	2,91
2	3,11	3,13	3,07	3,12	3,17	3,14	3,16	3,19	3,19	3,11	3,11	3,04
3	3,34	3,27	3,24	3,31	3,30	3,27	3,27	3,39	3,37	3,30	3,31	3,32
4	3,54	3,52	3,52	3,54	3,58	3,56	3,59	3,65	3,61	3,56	3,56	3,51
5	3,88	3,82	3,81	3,80	3,88	3,87	3,91	3,96	3,86	3,84	3,86	3,84
6	4,16	4,04	4,14	4,10	4,13	4,11	4,11	4,25	4,25	4,16	4,16	4,12
7	4,35	4,19	4,34	4,33	4,40	4,38	4,37	4,53	4,79	4,34	4,35	4,26
Prosjeak lab.	3,62	3,56	3,57	3,60	3,64	3,61	3,63	3,71	3,73	3,61	3,62	3,57
<b>Z uzorak 1</b>	-0,75	-0,25	-2,00	-0,25	0,25	-0,50	-0,25	1,00	1,50	-0,50	-0,50	-1,75
<b>Z uzorak 2</b>	-0,40	0,00	-1,20	-0,20	0,80	0,20	0,60	1,20	1,20	-0,40	-0,40	-1,80
<b>Z uzorak 3</b>	0,25	-1,50	<b>-2,25</b>	-0,50	-0,75	-1,50	-1,50	1,50	1,00	-0,75	-0,50	-0,25
<b>Z uzorak 4</b>	-0,50	-1,00	-1,00	-0,50	0,50	0,00	0,75	<b>2,25</b>	1,25	0,00	0,00	-1,25
<b>Z uzorak 5</b>	0,25	-1,25	-1,50	-1,75	0,25	0,00	1,00	<b>2,25</b>	-0,25	-0,75	-0,25	-0,75
<b>Z uzorak 6</b>	0,33	-1,67	0,00	-0,67	-0,17	-0,50	-0,50	1,83	1,83	0,33	0,33	-0,33
<b>Z uzorak 7</b>	0,07	-1,00	0,00	-0,07	0,40	0,27	0,20	1,27	<b>3,00</b>	0,00	0,07	-0,53
<b>Z lab</b>	0,00	-1,00	-0,83	-0,33	0,33	-0,17	0,17	1,50	1,83	-0,17	0,00	-0,83
Razlika XRv - XLab												
1	-0,03	-0,01	-0,08	-0,01	0,01	-0,02	-0,01	0,04	0,06	-0,02	-0,02	-0,07
2	-0,02	0,00	-0,06	-0,01	0,04	0,01	0,03	0,06	0,06	-0,02	-0,02	-0,09
3	0,01	-0,06	-0,09	-0,02	-0,03	-0,06	-0,06	0,06	0,04	-0,03	-0,02	-0,01
4	-0,02	-0,04	-0,04	-0,02	0,02	0,00	0,03	0,09	0,05	0,00	0,00	-0,05
5	0,01	-0,05	-0,06	-0,07	0,01	0,00	0,04	0,09	-0,01	-0,03	-0,01	-0,03
6	0,02	-0,10	0,00	-0,04	-0,01	-0,03	-0,03	0,11	0,11	0,02	0,02	-0,02
7	0,01	-0,15	0,00	-0,01	0,06	0,04	0,03	0,19	0,45	0,00	0,01	-0,08
m raz.	0,00	-0,06	-0,05	-0,03	0,01	-0,01	0,00	0,09	0,11	-0,01	-0,01	-0,05
SD raz.	0,02	0,05	0,04	0,02	0,03	0,03	0,04	0,05	0,15	0,02	0,02	0,03
SLOPE	0,97	1,10	0,94	1,02	0,98	0,97	0,98	0,92	0,81	0,98	0,97	0,98
BIAS/INTERCEPT	0,11	-0,29	0,25	-0,03	0,05	0,11	0,07	0,21	0,60	0,09	0,97	0,99
CORREL.	1,000	0,999	0,999	0,999	0,998	0,998	0,997	0,999	0,981	1,000	1,000	0,998

Rezultati ring testa					
Prosjeak	Rv	Up	Min.	Max.	SD
2,97	<b>2,98</b>	<b>±0,031</b>	2,90	3,04	0,04
3,13	<b>3,13</b>	<b>±0,030</b>	3,04	3,19	0,05
3,31	<b>3,33</b>	<b>±0,030</b>	3,24	3,39	0,04
3,56	<b>3,56</b>	<b>±0,030</b>	3,51	3,65	0,04
3,86	<b>3,87</b>	<b>±0,031</b>	3,80	3,96	0,04
4,14	<b>4,14</b>	<b>±0,031</b>	4,04	4,25	0,06
4,39	<b>4,34</b>	<b>±0,038</b>	4,19	4,79	0,15
3,62	<b>3,62</b>		3,53	3,75	0,06

Rv - referentna vrijednost

Up - Mjerna nesigurnost

Min - minimalna vrijednost lab.

Max - maksimalna vrijednost lab.

SD - standardna devijacija

XRv - prosječna referentna vrijednost

XLab - prosječna vrijednost lab.

m raz - prosjeak (razlika XRv - Xlab)

SD raz - standardna devijacija razlike

SLOPE - vrijednost što bliže 1

BIAS/INTERCEPT - vrijednost što bliže 0

CORREL - koeficijent korelacije

Z < 2 = zadovoljavajuće

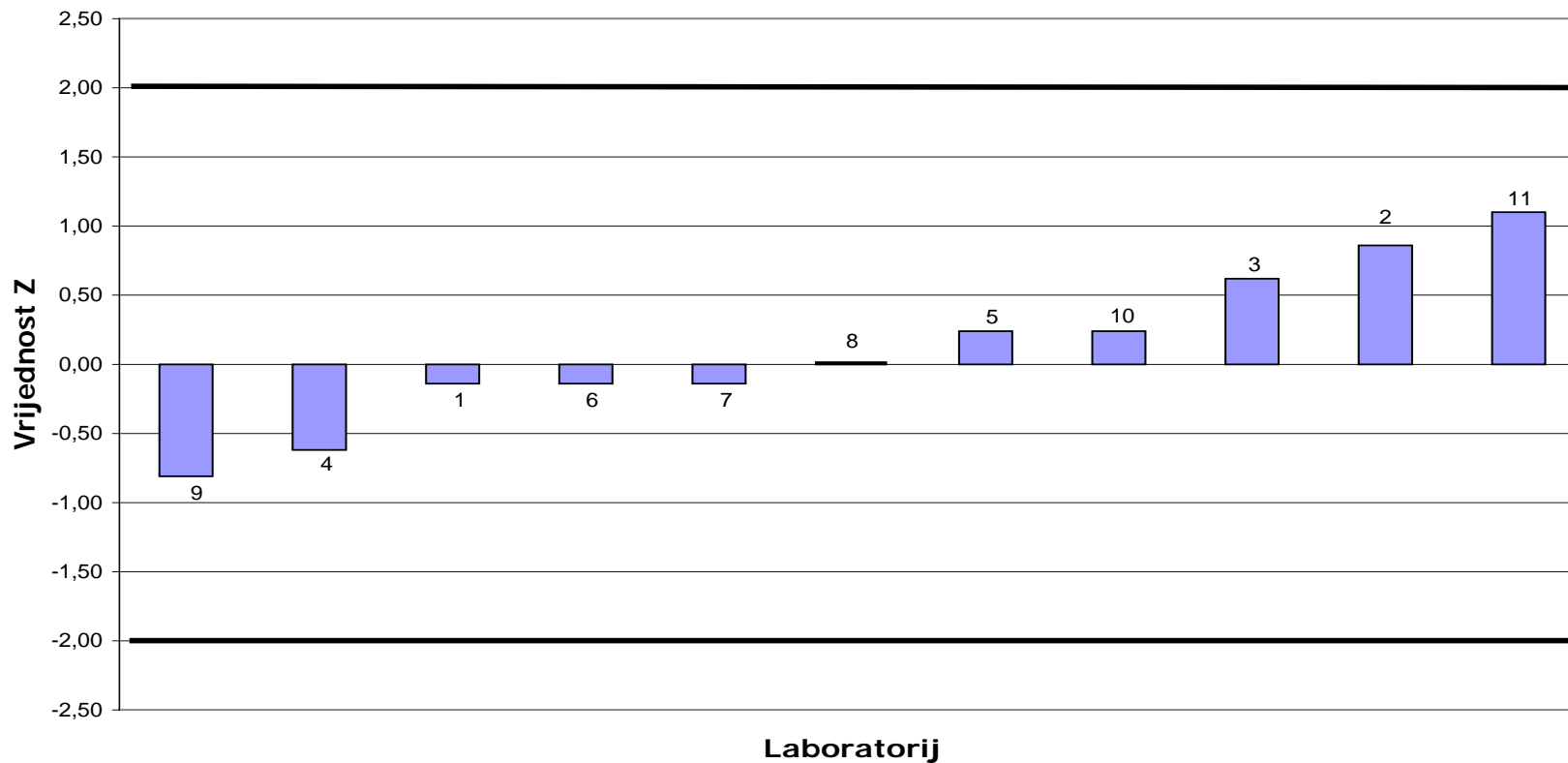
Z između 2 i 3 = sumljivo

Z > 3 = nezadovoljavajuće

# PREZENTIRANJE REZULTATA RING TESTA

## Zbirne z - vrijednosti

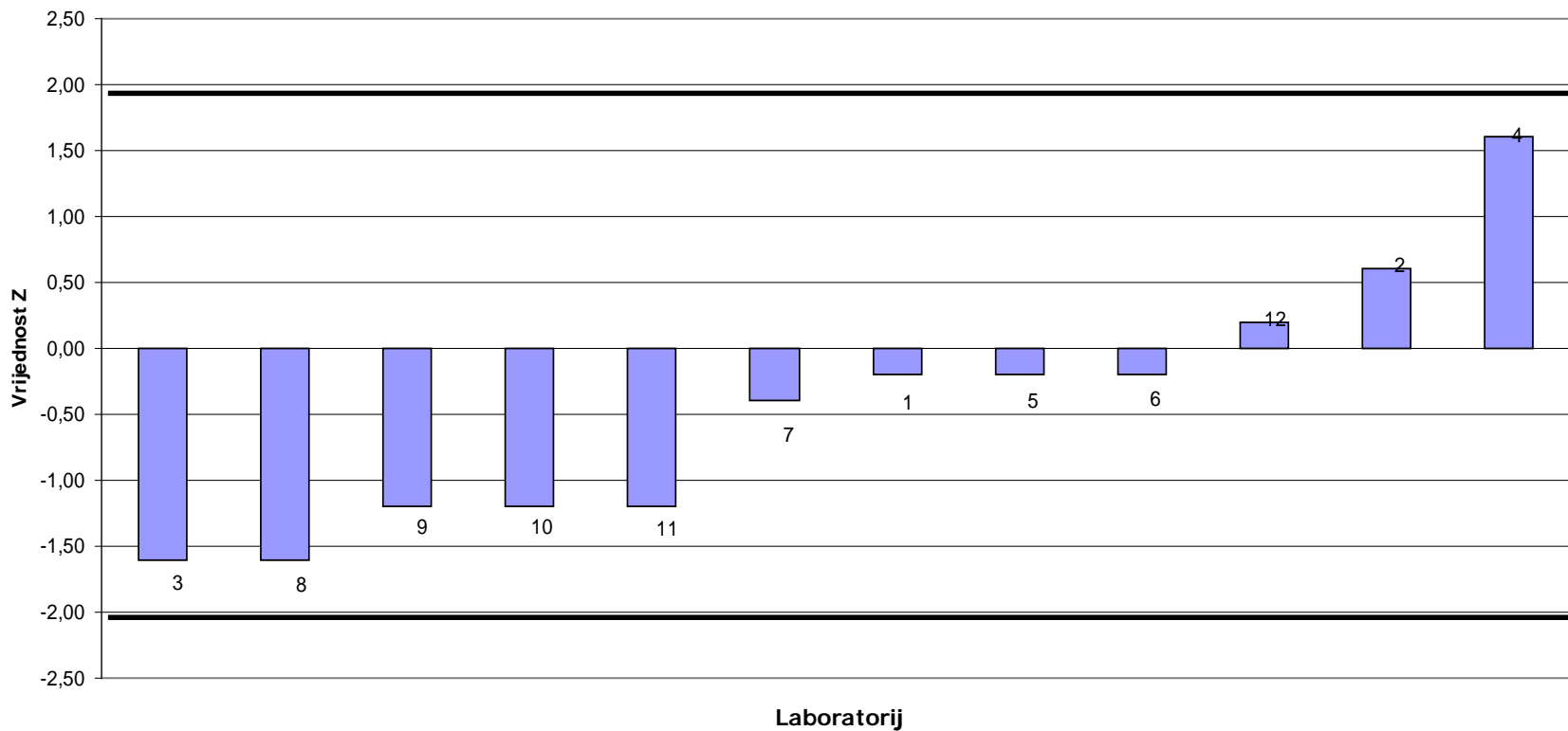
Vrijednost Z - BJELANČEVINE  
Redosljed laboratorija (označen šifrom)



# PREZENTIRANJE REZULTATA RING TESTA

## Zbirne z - vrijednosti

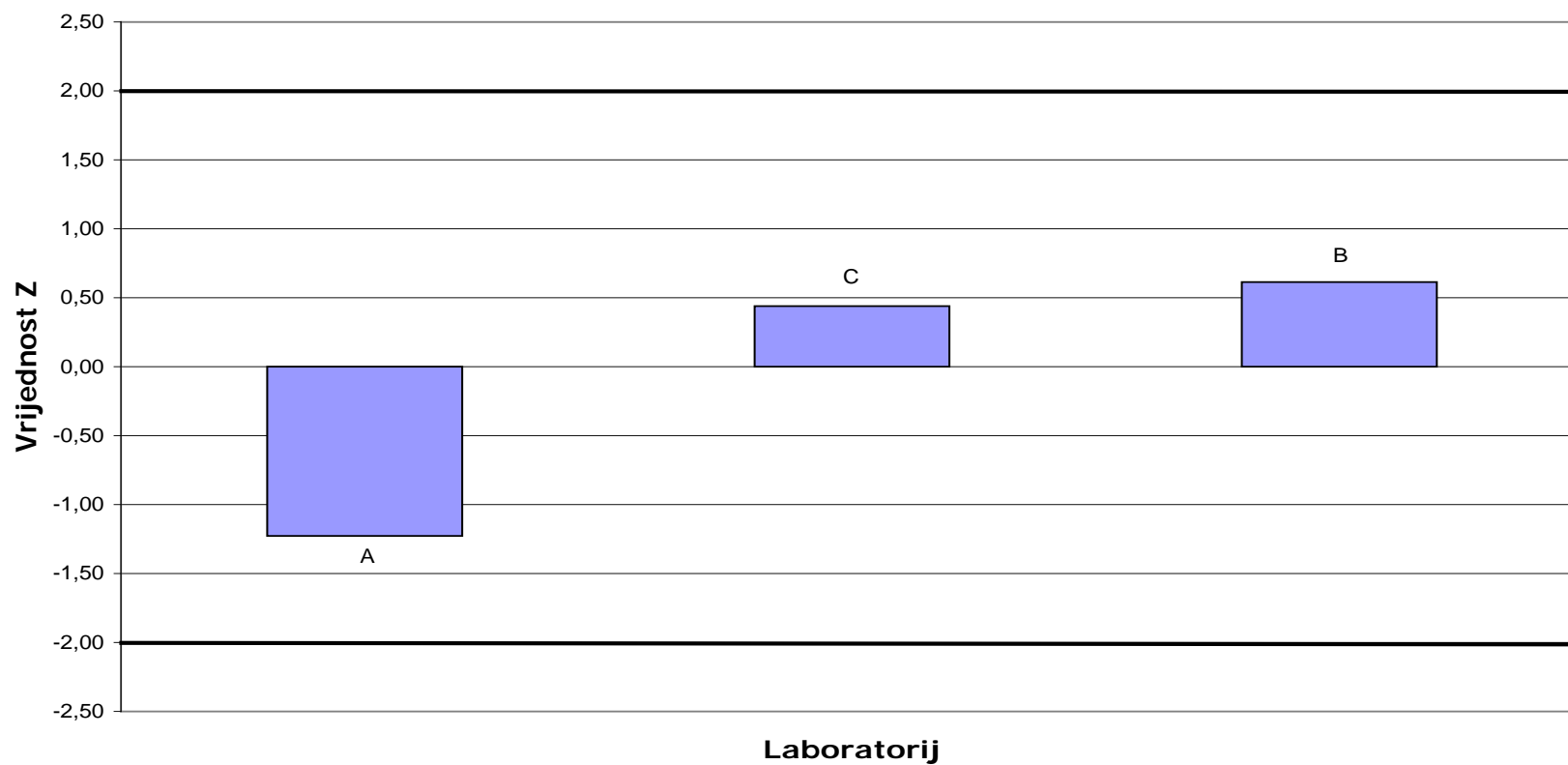
Vrijednost Z - LAKTOZA  
Redosljed laboratorija (označen šifrom)



# PREZENTIRANJE REZULTATA RING TESTA

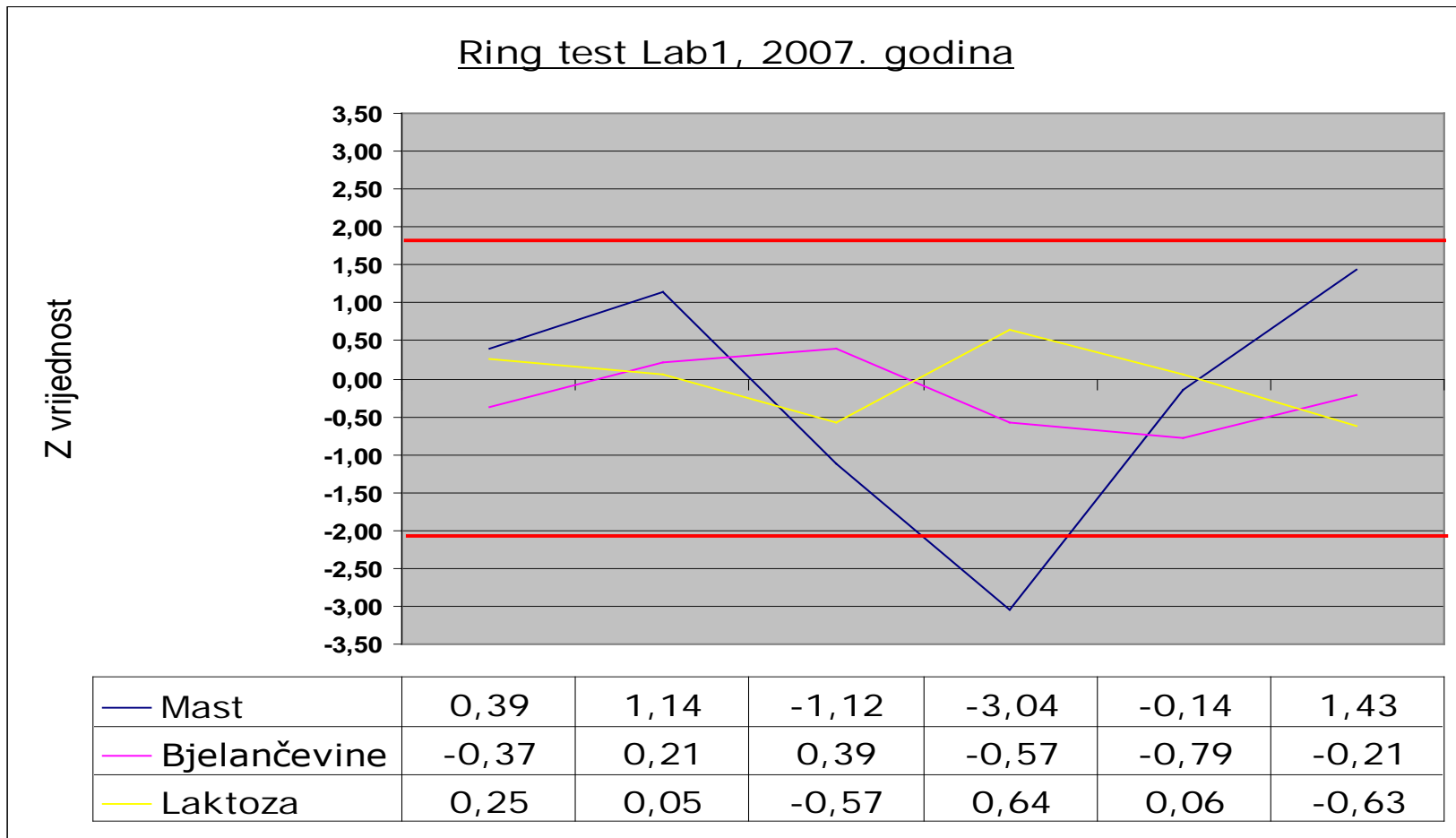
## Zbirne z - vrijednosti

Vrijednost Z - SOMATSKE STANICE  
Redosljed laboratorija (označen šifrom)



# PREZENTIRANJE REZULTATA RING TESTA

Zbirne z - vrijednosti → Godišnji prikaz



# ZAKLJUČAK

- ⇒ Mljekarski laboratoriji iz RH → kredibilnost
- ⇒ Kontinuirano sudjelovanje → uočavanje sustavnih pogrešaka
- ⇒ Neovisni sustav kontrole kakvoće svježeg mlijeka → dobro organiziran sektor kontrole kvalitete mlijeka

