

## Verifikace metody kontroly věrohodnosti automatického odběru bazénových vzorků mléka

### Verification of method reliability control of automatic bulk milk sampling

Kopunecz, P.<sup>1</sup> – Hamuš, O.<sup>2</sup> – Klimeš, M.<sup>1</sup> – Kleinová, M.<sup>1</sup> – Samková, E.<sup>3</sup> – Kopec, T.<sup>4</sup> – Kopecký, J.<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Českomoravská společnost chovatelů, Praha, Laboratoř rozborů mléka Brno-Tuřany

<sup>2</sup> Výzkumný ústav pro chov skotu, s.r.o., Rapotín

<sup>3</sup> Jihočeská univerzita České Budějovice, Zemědělská fakulta

<sup>4</sup> Svaz chovatelů českého strakatého skotu, Praha

<sup>5</sup> Agrovýzkum Rapotín s.r.o.

#### ABSTRACT

Reliable sampling of bulk milk is important for raw milk quality control and for support of quality and safety of milk foodstuff chain. Important public order is fulfilled by raw milk quality control. Paper was focused on evaluation of method for control of automatic milk sampling. Four milk sampling equipment were controlled repeatedly. In total, it was reached 100 % of agreement at comparison of conclusion statements of verified method regarding four tested automatic sampling equipment (3 convenient, 1 unsatisfactory). The results of reproducibility of representativity ( $x_D$ ) of milk sampling and reproducibility of representativity variability ( $s_D$ ) were 0.807 and 0.093 %, which is possible to consider as low values and therefore acceptable. The performed method tests and results of their evaluation led to conclusion that method „Automatic equipment objectivity test for milk sampling on road tank trucks” is acceptable to routine use in practice as standard operation manual.

#### Key words:

bulk milk, automatic sampling, result reliability, repeatability, carry-over effect

#### ABSTRAKT

Věrohodné vzorkování bazénového mléka je důležité pro kontrolu kvality syrového mléka a podporu bezpečnosti a kvality mléčného potravinového řetězce. Kontrolou kvality syrového mléka je plněna důležitá společenská zakázka. Cílem bylo posoudit metodiku kontroly automatického vzorkování mléka. Opakovaně byly kontrolovány čtyři vzorkovací zařízení. Celkově, při porovnání závěrečných výroků verifikované metody s ohledem na 4 testovaná automatická vzorkovací zařízení (3 vyhovující, 1 nevyhovující), bylo dosaženo 100 % shody závěru. Výsledky reprodukovatelnosti reprezentativnosti ( $x_D$ ) odběru vzorku mléka a reprodukovatelnosti variability reprezentativnosti ( $s_D$ ) byly 0,807 a 0,093 %, což lze považovat za hodnoty nízké a proto přijatelné. Provedené zkoušky metody a výsledky jejich vyhodnocení vedly k závěru, že metoda „Zkouška objektivity automatických zařízení pro odběr vzorků mléka na silničních cisternách” je způsobilá k rutinnímu použití v praxi jako standardní operační postup.

#### Klíčová slova:

bazénové mléko, automatické vzorkování, věrohodnost výsledku, opakovatelnost, vliv chyby z přenosu

#### ÚVOD

Spolehlivý odběr bazénových vzorků syrového kravského mléka je důležitým předpokladem účinné kontroly kvality mléka (Hanuš *et al.*, 2007) a také kontroly bezpečnosti a kvality mléčného

potravinového řetězce. Vyšetřování a hodnocení kvality syrového mléka pomáhá plnit důležitou společenskou zakázku (Baumgartner, 2000).

IDF (International Dairy Federation – Mezinárodní mlékařská federace) respektuje jak ruční tak automatický odběr bazénových vzorků syrového mléka při přejímce (dodavatel-odběratel) pro určení kvality dodávky. Přitom kvalifikovaný oficiální manuální odběr je chápán jako referenční ve vztahu k odběru automatickému nebo poloautomatickému (strojovému). Některé země konzervativně používají v rámci tradic téměř výhradně ruční odběr, např. Holandsko. Jiné země přešly téměř výhradně na odběry automatické. Příkladem může být Bavorsko, Sasko, Braniborsko nebo Slovensko. Foltys (2001) podrobně popsal vývoj systému kontroly kvality automatických vzorkovacích zařízení ve slovenském mlékařství. Mnohé země oba způsoby kombinují. V případě aplikace automatického odběru je nezbytné, aby v zemi existoval kontrolní systém pod hlavičkou nějaké nezávislé autority, který zabezpečuje pravidelnou kontrolu kvality práce (odběru) těchto vzorkovacích zařízení a to nejen z hlediska základní metrologie (tedy měření čerpaných objemů), ale také z hlediska rizika výskytu chyby z přenosu („carry over“, ovlivnění skladby a vlastností následného vzorku odběrem vzorku předchozího) a především reprezentativnosti odběru (tedy rizikem nebo mírou výskytu rozdílů (chyb = neshod) mezi odběrem vzorků mléka ručním (manuálním = referenčním) a strojovým (automatickým nebo poloautomatickým).

Jak je zřejmé, neuspokojuje pouze kontrola objemových parametrů. V zemích používajících strojní odběr jsou kontrolní systémy (metody) vypracovány a rovněž legislativně zastřešeny, např. Německo, Rakousko nebo Slovensko. Systém v Bavorsku uvedl podrobně Heimler (2001), včetně limitních požadavků na kontrolu kvality automatického vzorkování. Bavorské postupy se staly základem jak pro postupy realizované v ostatních německých zemích, Rakousku nebo na Slovensku, tak pro přípravu podkladů v České republice. Odběrová zařízení na svozých mlékárenských vozech ve jmenovaných zemích povinně podléhají uvedené prověrce kvality vzorkování v půlročních až ročních intervalech. V ČR podobný systém doposud absentoval (Hanuš *et al.* 2001). Maximálně byla sledována akreditovanými metrologickými institucemi správnost objemových měření. V ČR se k potřebě řešit uvedený problém zmínil rovněž Kopunec (2001), především s ohledem návaznosti na technické a technologické požadavky centrálních laboratorů v souvislosti se zaváděním zmíněné automatizované vzorkovací činnosti. V evropských podmínkách organizace AFEMA (Arbeitsgruppe zur Förderung von Eutergesundheit und Milchhygiene in Alpenländern, e. V.; pracuje v oblasti podpory kvality mléka a zdraví mléčné žlázy dojníc) zpracovala metodologii korektního odběru vzorků syrového mléka a požadavky na něj (Baumgartner, 2000).

## CÍL PRÁCE

Cílem práce bylo ověření způsobilosti, tzn. verifikace metody (standardního operačního postupu) zkoušení automatického odběru bazénových vzorků syrového kravského mléka pro podporu objektivitu kontroly kvality mléka a kvality a bezpečnosti mléčného potravinového řetězce.

## MATERIÁL A METODY

V provedení modelových kontrol věrohodnosti automatického odběru bazénových vzorků syrového kravského mléka byl použit metodický postup „Zkouška objektivitu automatických zařízení pro odběr vzorků mléka na silničních cisternách (podle DIN 11868-1:1999-11)“. Tímto postupem, který je standardním operačním postupem pro Českomoravskou společnost chovatelů Praha byla popsáním způsobem provedena opakovaná kontrola čtyř automatických odběrových zařízení na rampě mlékárny. Aby výsledky hodnocení nabyly charakter reprodukovatelnosti s ohledem na verifikovanou metodu, namísto zde méně významné opakovatelnosti, byly střídány čtyři osoby (Grappin, 1987) provádějící test při manuálním odběru a automatickém odběru vzorku bazénového mléka.

Získané základní výsledky metody ve vztahu k automatickým odběrovým zařízením byly vyhodnoceny s ohledem na variabilitu reprodukovatelnosti a opakovatelnosti a další parametry tak, aby bylo ověřeno, že uvedená metoda je objektivní a je připravena k rutinnímu nasazení v mlékařské praxi, aby byly zabezpečeny uvedené cíle. V modelu hodnocení byly zohledněny přístupy z více teoretických prací, Eckschlager (1961), Eckschlager *et al.* (1980), Meloun a Militký (1992, 1994), Hanuš *et al.* (1998) a Feinberg a Laurentie (2006). Porovnání odchylek opakování na hladině pravděpodobnosti 95 % lze odvodit jako 1,64 násobek hodnoty (Grappin, 1987) zjištěných relevantních směrodatných odchylek (sD) přičtený k průměru. Výpočet má pak v souladu s Gaussovým modelem jednostranný interval spolehlivosti.

## **Zkouška objektivity automatických zařízení pro odběr vzorků mléka na silničních cisternách (podle DIN 11868-1:1999-11)**

### **1 Úvod**

Řádný odběr vzorků mléka je jednou z podmínek objektivního zajištění systému hodnocení jakosti mléka. Tento pro pracovníky LRM Brno závazný standardní operační postup stanovuje podmínky a pravidla dle nichž pracovníci provádějí zkoušky vzorkovacích zařízení umístěných na silničních cisternách. Pro zařízení, která splní podmínky tohoto standardního operačního postupu (SOP), bude vystaveno osvědčení.

Důsledné dodržování tohoto standardního operačního postupu si klade za cíl přispět ke zvyšování kvality činností, které předcházejí hodnocení jakosti mléka v laboratoři.

Tento SOP platí pro zkoušky zařízení, stanovuje požadavky a technické podmínky zkoušení objektivity odběru vzorků mléka zařízeními, která jsou instalována na silničních cisternách.

### **2 Definice**

- Vzorkovací zařízení: automatické zařízení instalované na silniční cisterně schopné po nastavení příslušných parametrů odebrat jeden nebo více vzorků mléka.
- 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.
- Přímý odběr vzorku: odběr vzorku odkapem po celou dobu čerpání mléka přímo do vzorkovnice.
- Nepřímý odběr vzorku: průběžné plnění zásobní nádoby vzorkovacího zařízení po dobu čerpání mléka a následné naplnění požadovaného počtu vzorkovnic obsahem zásobní nádoby.
- Referenční hodnota tučnosti mléka: množství tuku zjištěné v ručně odebraných vzorcích mléka podle článku 4.1.3.

### **3 Základní požadavky a pomůcky**

#### **3.1 Technické požadavky na vzorkovací zařízení**

Vzorkovací zařízení musí zabezpečit odběr jednoho nebo více vzorků mléka o objemu 30 až 45 ml při zachování zásad průměrnosti a poměrnosti vzorku.

Konstrukce a materiály použité na vzorkovacím zařízení a vzorkovnicích pro odběr vzorků musí splňovat požadavky hygienických předpisů. Vzorkovací zařízení společně se sací hadicí musí být připojitelné na čisticí a sanitační okruh cisterny.

Sací hadice, sací nástavec a vzorkovací zařízení tvoří systém, který je jako celek předmětem ověřování. Spojení jednotlivých částí musí být dostatečně těsné, aby nebyl do systému přísávan vzduch či aby ze spojů neodkapávalo mléko. Standardně se používá sací hadice o délce do 10 m.

Typ používané hadice, její skutečná délka a průměr se musí vyznačit ve zkušební protokolů a na ověřovací známce. Používání jiných délek a typů sacích hadic musí být odzkoušeno zvlášť.

Vzorkovací zařízení s příslušným počtem vzorkovnic musí být umístěno v ochranné skříni, která je schopna zamezit znečištění systému stříkající vodou a prachem a při nízkých teplotách též zamrznutí. Chlazení a temperování vnitřního prostoru ochranné skříně určeného pro uložení naplněných vzorkovnic musí zajistit udržování teploty v rozmezí od 4 °C do 10 °C. O dodržení uvedeného teplotního režimu v průběhu vzorkování musí být vedeny průkazné a trvalé záznamy.

### 3.2 Pomůcky pro přípravu a odběr vzorků

Stanovené objemy mléka se připraví do vhodných nádob, které je možné zakrýt. Pro ruční odběr vzorků je potřeba: naběračka, směšná nádoba, odměrný válec, pipeta, zařízení pro odběr vzorků ze dna nádrží. Vzorky se odebírají do čistých, suchých vzorkovnic a převáží k analýzám do laboratoře v chladičím boxu.

## 4 Zkoušky

### 4.1 Zkouška průměrnosti (reprezentativnosti) vzorku

#### 4.1.1 Požadované výsledky zkoušky

Průměrný rozdíl  $x_D$  mezi vzorky odebranými 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. 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.

#### 4.1.2 Rozsah zkoušky průměrnosti

Rozsah zkoušky se volí variabilně tak, aby pokud možno zohledňoval obvyklá množství, která jsou zkoušeným vzorkovacím zařízením přejímány. Vzorky se odebírají nejméně ve třech množstevních objemech. V každém ze zvolených objemů se provádí nejméně 2 zkoušky průměrnosti.

#### 4.1.3 Postup zkoušení

Pro každý množstevní objem se připraví nejméně 2 nádoby s plnotučným mlékem. Množství tuku v plnotučném mléce musí být v rozsahu 3,50 až 5,00 % (g/100g). Z každé nádoby se odebírají 3 vzorky ručně. Rozdíl mezi jednotlivými ručně odebranými vzorky nesmí být větší než 0,10 % (g/100g) tuku. Aritmetický průměr množství tuku takto odebraných vzorků je referenční hodnotou pro tučnost zjištěnou ze vzorku odebraného vzorkovacím zařízením.

Zkoušku lze zahájit až v době, kdy mléko připravené v nádobách ke zkoušce vykazuje vyvstávání smetany. Tomu odpovídá ponechání připravených nádrží ke vzorkování v klidu bez míchání po dobu nejméně 2,5 hodiny. Pro ověření vyvstání tuku se z každé nádrže odebere jeden vzorek ze dna speciálním zařízením. V průběhu zkoušení musí být teplota syrového mléka v rozmezí 4 až 10 °C.

První v pořadí se odebírá vzorek syrového mléka (předvzorek) z množství cca 40 l syrového mléka, kterým se zkoušené vzorkovací zařízení propláchne. Následně se postupně provádí vzorkování všech nádrží se syrovým mlékem. Přitom se sací nástavec ponoří do mléka bez míchacích pohybů až téměř ke dnu nádrže a nasaje se přibližně polovina objemu mléka v nádrži. Po té se začne nasávané mléko míchat sacím nástavcem krouživými pohyby jedním i druhým směrem až do úplného vysátí mléka z nádrže. Sací hadice musí být při tom, pokud je to možné, ve vodorovné poloze a zcela rozvinuta. Nanejvýš jednou je povoleno vyzvednutí sací koncovky koncem vzhůru a utěsnění sacího otvoru pro dokonalejší vysátí zbytků mléka z hadice. Řádné nastavení zkoušeného vzorkovacího zařízení zajišťuje řidič cisterny (obsluha vzorkovacího zařízení). Nasávání mléka z připravených nádrží provádí oprávněný pracovník.

Pro zkoušku průměrnosti se odebírají vzorky mléka nejméně z následujících objemů syrového plnotučného mléka:  $2 \times 250$  l,  $2 \times 160$  l,  $2 \times 80$  l. Z každé nádrže se tak odebere vždy po jednom vzorku o objemu 30 až 45 ml.

Laboratorní zkoušky řádně odebraných a označených vzorků mléka se provádí v akreditované laboratoři. Stanovení množství tuku ze vzorků odebraných vzorkovacím zařízením se provádí ve stejném čase a na stejném přístroji nebo stejnou metodou jako zkoušky vzorků mléka odebraných ručně.

#### 4.1.4 Vyhodnocení výsledků

Na základě výsledků rozdílů množství tuku mezi vzorky odebranými vzorkovacím zařízením a ručně odebranými vzorky se vypočítá průměrný rozdíl (chyba vzorkovacího zařízení)  $x_D$

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

a směrodatná odchylka  $s_D$

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

kde

$f_a$  = množství tuku odebrané vzorkovacím zařízením  
 $f_h$  = množství tuku odebrané ručně  
 $n$  = počet vzorků odebraných vzorkovacím zařízením  
 $d = f_a - f_h$

### 4.2 Zkouška chyby z přenosu

#### 4.2.1 Požadované výsledky zkoušky

Při třikrát bezprostředně po sobě následujících odběrech vzorků střídavě syrového plnotučného mléka a odtučněného mléka vzorkovacím zařízením nesmí průměrné množství tuku ve vzorku odtučněného mléka překročit hodnotu standardního vzorku mléka připraveného podle následujícího odstavce. Jeden ze tří výsledků tuku ve vzorku odtučněného mléka může překročit množství tuku standardního vzorku o 0,10 % (g/100g).

Standardní vzorek pro zkoušku chyby z přenosu se připraví z 97 dílů odtučněného mléka a 3 dílů syrového plnotučného mléka připraveného ke zkoušce. Laboratorní zkoušky řádně odebraných a označených vzorků mléka se provádí v akreditované laboratoři. Stanovení množství tuku takto připraveného vzorku se provádí ve stejném čase a na stejném přístroji nebo stejnou metodou jako zkoušky ostatních vzorků pro stanovení chyby z přenosu.

#### 4.2.2 Postup zkoušení

Zkouška bezprostředně navazuje na přezkoušení průměrnosti podle bodu 4.1. Mezi těmito zkouškami nesmí být provedeny na zkoušeném zařízení žádné změny ani přestavení jednotlivých částí zařízení.

Zkouška chyby z přenosu se provádí střídavě vzorkováním mléka plnotučného a odstředěného z nádob připravených k tomuto účelu. Množství tuku v plnotučném mléce musí být v rozsahu 3,50 až 5,00 (g/100g). Množství tuku v odtučněném mléce musí být nejvýše 0,1 (g/100g).

Pracovník střídavě odebírá vzorek z nádrže s plnotučným mlékem zpravidla o objemu 80 l a z nádrže s odtučněným mlékem o objemu přibližně 40 l a to tak, že tento postup se opakuje třikrát. Ke zkoušce se tedy použijí 3 osmdesátilitrové nádrže s plnotučným mlékem a 3 čtyřicetilitrové nádrže s odtučněným mlékem.

Laboratorní zkoušky řádně odebraných a označených vzorků mléka se provádí v akreditované laboratoři. Stanovení množství tuku ze vzorků odebraných vzorkovacím zařízením se provádí ve stejném čase a na stejném přístroji nebo stejnou metodou jako zkoušky vzorků mléka odebraných ručně.

#### 4.2.3 Vyhodnocení výsledků zkoušky

Výsledky standardního vzorku se porovnají se třemi 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 standardní vzorek. Je přípustné, aby jeden z takto odebraných vzorků z odtučněného mléka překročil množstvím tuku ve standardním vzorku, nejvýše však o 0,10 g/100g.

### 5 Frekvence zkoušení vzorkovacích zařízení

Zkoušení základních požadavků podle bodu 4 se provádí pravidelně dvakrát ročně a vždy po zásahu do systému.

### 6 Uvádění vzorkovacích zařízení do provozu

Každé vzorkovací zařízení pro odběr vzorků určených k obchodní přejímce kvality syrového mléka musí být před uvedením do provozu přezkoušeno a ověřeno zda splňuje požadavky této metodiky.

### 7 Záznamy o zkoušení

O výsledku zkoušení podle této metodiky se pořídí Protokol o zkoušce vzorkovacího zařízení. Při splnění požadavků uvedených v této předpisu vystaví zkoušející (laborať, která provedla zkoušky) pro příslušné vzorkovací zařízení osvědčení a ověřovací známku.

### 8 Srovnávací zkoušky

V rámci verifikace (ověření správnosti) používané metody provede každý pověřený pracovník laboratoře samostatně zkoušku na jednom vybraném vzorkovacím zařízení. Vyhodnocení této srovnávací zkoušky provedené podle bodů 4.1 a 4.2 musí být shodné u všech pověřených pracovníků.

## VÝSLEDKY A DISKUSE

Hodnoty metodických a analytických chyb mají zpravidla normální frekvenční distribuce, proto je model Gaussovy křivky zpravidla použitelný pro jejich výpočty a hodnocení v konvenčních intervalech spolehlivosti 95 %. Je zřejmé, že ve všech měřeních a výpočtech variability výsledků metody kontroly automatických odběrových zařízení je implicitně zahrnuta variabilita opakovatelnosti použitého analytického zařízení pro měření tuku v mléce. Příklady dosažených výsledků (nevyhověl a vyhověl) a jejich rutinní vyhodnocení jsou obsaženy v Tab. 1 a 2, v protokolech o zkoušce.

Průměrná hodnota odchylky reprodukovatelnosti v reprezentativnosti odběru (xD; Tab. 3) a její variabilita činily  $0,029 \pm 0,034$  %, relativně (vzhledem k průměrnému obsahu tuku  $3,635 \pm 0,224$  %) to bylo  $0,798 \pm 0,935$  %, tedy hodnoty v celém oboru normality (95 % intervalu spolehlivosti, model Gaussovy křivky:  $0,798 + 1,64 \times 0,935 = 2,33$  %) zřetelně pod 5 % chybovosti, což by modelově mohl být teoretický standard s ohledem na analytické zvyklosti. Tato hodnota je zjevně nízká, tedy přijatelná. Reprezentativnost (xD) vypočtená jako její reprodukovatelnost (Hanuš *et al.*, 1998) z opakování testu pro jednotlivá zařízení byla 0,0293 %, relativně 0,807 %, hodnota je relativně nízká.

Průměrná hodnota variability reprodukovatelnosti v reprezentativnosti odběru (sD; Tab. 3) a její variabilita činily  $0,0033 \pm 0,0040$  %, relativně to bylo  $0,091 \pm 0,110$  %, tedy hodnoty v celém oboru normality (95 % intervalu spolehlivosti, model Gaussovy křivky:  $0,091 + 1,64 \times 0,110 = 0,271$  %) hluboce pod 5 % variability chybovosti, což by modelově mohl být teoretický standard. Tato hodnota je také zjevně nízká, tedy přijatelná. Variabilita reprezentativnosti (sD)

vypočtená jako její reprodukovatelnost (Grappin, 1987; Hanuš *et al.*, 1998) z opakování testu pro jednotlivá zařízení byla 0,00337 %, relativně 0,093 %, hodnota je rovněž relativně velmi nízká. Také výpočet  $0,798 + 1,64 \times 0,091 = 0,947$  % je v porovnání na 5 % nízký.

Shoda s ohledem na trend vztahu (+/-) průměrného rozdílu mezi manuálním a automatickým vzorkováním v testu reprezentativnosti byla u čtyř testovaných zařízení 100 % (Tab. 3). S ohledem na přenosovou chybu, kdy u zařízení minimálně dva vzorky odstředěného mléka ze tří musí mít nižší tučnost než standardní vzorek, pro opakování čtyř testovaných zařízení bylo dosaženo shody výroku u 11ti z 12ti případů, tj. 91,7 %. Celkově, při porovnání závěrečných výroků verifikované metody s ohledem na 4 testovaná automatická vzorkovací zařízení (3 vyhovující, 1 nevyhovující), bylo dosaženo 100 % shody závěru (Tab. 3).

## ZÁVĚR

Výsledky reprodukovatelnosti reprezentativnosti (xD) odběru vzorku mléka a reprodukovatelnosti variability reprezentativnosti (sD) byly 0,807 a 0,093 %, což lze považovat za hodnoty nízké a proto přijatelné. Při porovnání závěrečných výroků metody vzhledem k 4 testovaným automatickým vzorkovacím zařízením bylo dosaženo 100 % shody závěru. Provedené zkoušky metody a výsledky jejich vyhodnocení vedly k závěru, že metoda „Zkouška objektivit automatických zařízení pro odběr vzorků mléka na silničních cisternách“ je spolehlivá a je proto způsobilá k rutinnímu použití v praxi jako standardní operační postup.

Metodický příspěvek byl podporován prostředky projektů MŠMT INGO LA 09030 a MSM 2678846201 a aktivitami Národní referenční laboratoře pro syrové mléko Rapotín (NRL-SM).

## Literární reference

- BAUMGARTNER, C. und Expertengruppe für Qualitätssicherung und Qualitätsmanagement (2000): *Qualitäts: Leitfaden für den Betrieb von Routine – Untersuchungsgeräten in Rohmilch – Prüfungslaboratorien*, 1. Ausgabe, Oktober 2000, 32 s.
- ECKSCHLAGER, K. (1961): *Chyby chemických rozborů*. 1961, Praha, SNTL, 163 s.
- ECKSCHLAGER, K. – HORSÁK, I. – KODEŠ, Z. (1980): *Vyhodnocování analytických výsledků a metod*. 1980, Praha, SNTL, 176 s. ISBN 04-610-80.
- FEINBERG, M. – LAURENTIE, M. (2006): A global approach to method validation and measurement uncertainty. *Accred. Qual. Assur.*, 11, 2006, pp. 3–9. ISSN 0949-1775.
- FOLTYS, V. (2001): Vývoj systému kontroly kvality odberu vzoriek surového mlieka na Slovensku. In: *Nové trendy v organizačných, technologických a hygienických postupech nákupu syrového mléka v kontextu podmínek EU I*: Sborník referátů OAK Šumperk, 2001, s. 10–26.
- GRAPPIN, R. (1987): Definition and evaluation of the overall accuracy of indirect methods of milk analysis – application to calibration procedure and quality control in dairy laboratory. *Bulletin of the International Dairy Federation*, Doc. 208, IDF Provisional Standard 128, 1987, pp. 3–12. ISSN 0250-5118.
- HANUŠ, O. – BENDA, P. – JEDELSKÁ, R. – KOPECKÝ, J. (1998): Design a vyhodnocení prvního celostátního testu kvality rutinních analýz základního složení mléka. Design and evaluation of the first national qualitative testing of routine milk analyses. *Acta univ. agric. et silvic. Mendel. Brun.*, 1998, XLVI, 3, s. 33–53. ISSN 1211-8516
- HANUŠ, O. – GENČUROVÁ, V. – KOPECKÝ, J. – JEDELSKÁ, R. (2007): Odběr vzorku mléka jako stěžejní faktor věrohodnosti výsledků analýz. Milk sampling as important factor of analyse result reliability. (In Czech) *Mlékarstvo*, 3, 38, 2007, s. 34–40. ISSN 1210-3144.
- HANUŠ, O. – KOPECKÝ, J. – JEDELSKÁ, R. (2001): Průtokový profil syrového mléka podmínkami prvovýroby, uskladnění, transportu a prvního ošetření a jeho hygienická a ostatní rizika, včetně problému odběru vzorků. In: *Nové trendy v organizačních, technologických a hygienických postupech nákupu syrového mléka v kontextu podmínek EU I*: sborník referátů OAK Šumperk, 2001, s. 72–78.
- HEIMLER, M. (2001): Praktické přezkušování sběrných vozů pro mléko v Bavorsku. In: *Nové trendy v organizačních, technologických a hygienických postupech nákupu syrového mléka v kontextu podmínek EU II*: sborník referátů OAK Šumperk, 2001, s. 8–49.

KOPUNECZ, P. (2001): Několik poznámek k systémům automatického vzorkování mléka z hlediska přejímky a zpracování vzorků v centrální laboratoři. In: *Nové trendy v organizačních, technologických a hygienických postupech nákupu syrového mléka v kontextu podmínek EU I: sborník referátů OAK Šumperk, 2001, s. 64–69.*

MELOUN, M. – MILITKÝ, J. (1992): *Statistické zpracování experimentálních dat na osobních počítačích.* Statistical processing of experimental data by personal computer. Díl IIA, Pardubice 1992, 102 s. ISBN 80-85340-13-5.

MELOUN, M. – MILITKÝ, J. (1994): *Statistické zpracování experimentálních dat.* Plus spol. s r.o., 1994. 839 s. ISBN 80-85297-56-6.

**Tab. 1** Příklad protokolu zkoušky automatického vzorkovacího zařízení, které nevyhovělo podle podmínek metody

Protokol o zkoušce vzorkovacího zařízení číslo:											
Vzorkovač:		XY		Mléko nasává:		XY		Datum:		Olomouc 21.4.2010	
Výrobce zařízení:		XY		SPZ:		AAAA		Sériové číslo:		BBBB	
Délka hadice:		10 m		Průměr hadice:		50 mm		Teplota mléka:		7,2 °C	
Datum předchozí zkoušky:			---			Číslo osvědčení:			---		
Nádrž číslo	objem mléka	náplň / určení	ruční vzorek		průměr	vzorek ze dna		vzorek z automatu		výpočty	
			číslo vz.	g/100g		číslo vz.	g/100g	číslo vz.	g/100g		
1	40 l	plnotučné mléko předvzorek								3,75	
2	250 l	plnotučné mléko	21	3,82	3,813	24	3,18	0,077	3,89	vz. 2	Chyba vzorkovacího zařízení (x <sub>D</sub> )
			22	3,81		rozdíli automat/ruční odběr					
			23	3,81							
3	250 l	plnotučné mléko	31	3,80	3,810	34	3,01	0,140	3,95	vz. 3	0,156
			32	3,82		rozdíli automat/ruční odběr					
			33	3,81							
4	160 l	plnotučné mléko	41	3,81	3,797	44	3,24	0,223	4,02	vz. 4	vyhovující výsledek x <sub>D</sub> do 0,05
			42	3,79		rozdíli automat/ruční odběr					
			43	3,79							
5	160 l	plnotučné mléko	51	3,80	3,800	54	3,23	0,140	3,94	vz. 5	Směrodatná odchylka rozdílů mezi vzorky (s <sub>D</sub> )
			52	3,81		rozdíli automat/ruční odběr					
			53	3,79							
6	80 l	plnotučné mléko	61	3,79	3,803	64	3,18	0,197	4	vz. 6	0,047
			62	3,82		rozdíli automat/ruční odběr					
			63	3,80							
7	80 l	plnotučné mléko	71	3,78	3,803	74	2,89	0,157	3,96	vz. 7	vyhovující výsledek x <sub>D</sub> do 0,06
			72	3,81		rozdíli automat/ruční odběr					
			73	3,82							
8	40 l	odstředěné mléko	81						vz. 8	-0,067	
9	80 l	plnotučné mléko	91	3,83	3,800	94	3,13	0,18	3,98	vz. 9	Min. 2 vzorky odstředěného mléka musí mít nižší tučnost než st. vzorek
			92	3,75		rozdíli automat/ruční odběr					
			93	3,82							
10	40 l	odstředěné mléko	101						vz. 10	-0,097	
11	80 l	plnotučné mléko	111	3,77	3,797	114	2,59	0,36	4,16	vz. 11	
			112	3,81		rozdíli automat/ruční odběr					
			113	3,81							
12	40 l	odstředěné mléko	121						vz. 12	-0,010	

Standardní vzorek (97 dílů odstředěné mléko a 3 díly plnotučné mléko)

Nádrž číslo	objem mléka	náplň / určení	číslo vzorku	průměr	výpočty
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 8	82 0,12 83 0,11 84 0,12	0,117	
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 10	102 0,12 103 0,11 104 0,12	0,117	
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 12	122 0,13 123 0,13 124 0,13	0,130	

Místo, datum:

Vzorkovací automat nevyhověl

Podpis:



**Tab. 2 Příklad protokolu zkoušky automatického vzorkovacího zařízení, které vyhovělo podle podmínek metody**

Protokol o zkoušce vzorkovacího zařízení číslo:									
Vzorkoval:	XY	Mléko nasával:	XY	Datum:	Olomouc 22.4.2010				
Výrobce zařízení:	XY	SPZ:	AAAA	Sériové číslo:	BBBB				
Délka hadice:	10 m	Průměr hadice:	50 mm	Teplota mléka:	6,5 °C				
Datum předchozí zkoušky:			Číslo osvědčení:						
Nádrž číslo	objem mléka	náplň / určení	ruční vzorek		průměr		vzorek ze dna		výpočty
			číslo vz.	g/100g	g/100g	číslo vz.	g/100g	číslo vz.	
1	40 l	plnotučné mléko předvzorek							
2	250 l	plnotučné mléko	21	3,51	3,520	24	3,28	3,54	Chyba vzorkovacího zařízení (x <sub>D</sub> )
			22	3,53		rozdíl automat/ruční odběr			
			23	3,52		0,020			
3	250 l	plnotučné mléko	31	3,49	3,510	34	3,34	3,51	-0,003
			32	3,53		rozdíl automat/ruční odběr			
			33	3,51		0,000			
4	160 l	plnotučné mléko	41	3,49	3,480	44	3,34	3,51	vyhovující výsledek x <sub>D</sub> do 0,05
			42	3,49		rozdíl automat/ruční odběr			
			43	3,46		0,030			
5	160 l	plnotučné mléko	51	3,48	3,483	54	3,08	3,46	Směrodatná odchylka rozdílu mezi vzorky (s <sub>D</sub> )
			52	3,48		rozdíl automat/ruční odběr			
			53	3,49		-0,023			
6	80 l	plnotučné mléko	61	3,45	3,463	64	3,38	3,46	0,024
			62	3,48		rozdíl automat/ruční odběr			
			63	3,46		-0,003			
7	80 l	plnotučné mléko	71	3,48	3,470	74	3,31	3,43	vyhovující výsledek s <sub>D</sub> do 0,08
			72	3,45		rozdíl automat/ruční odběr			
			73	3,48		-0,040			
8	40 l	odstředěné mléko	81					vz. 8 0,11	-0,080
9	80 l	plnotučné mléko	91	3,45	3,450	94	3,24	3,46	Mín. 2 vzorky odstř. mléka musí mít nižší tučnost než st. vzorek
			92	3,46		rozdíl automat/ruční odběr			
			93	3,44		0,01			
10	40 l	odstředěné mléko	101					vz. 10 0,11	-0,080
11	80 l	plnotučné mléko	111	3,40	3,393	114	3,37	3,39	
			112	3,40		rozdíl automat/ruční odběr			
			113	3,38		0,00			
12	40 l	odstředěné mléko	121					vz. 12 0,11	-0,090

Standardní vzorek (97 dilů odstředěné mléko a 3 dilů plnotučné mléko)

Nádrž číslo	objem mléka	náplň / určení	číslo vzorku		průměr	výpočty
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 8	82	0,19	0,190	
			83	0,19		
			84	0,19		
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 10	102	0,19	0,190	
			103	0,19		
			104	0,19		
	odměrný válec	standardní vzorek nádrž 12	122	0,2	0,200	
			123	0,2		
			124	0,2		

Místo, datum:

Vzorkovací automat vyhověl

Podpis:

**Tab. 3** Sumární hlavní výsledky opakovaného zkoušení čtyř automatických vzorkovacích zařízení pro odběr bazénového mléka podle metody kontroly objektivitu vzorkování

OZ	Pracovník		TUK %	x <sub>D</sub>	s <sub>D</sub>	Chyba z přenosu			Výsledek
	MA	AUT	MA	%	%	%			
1	1	1	3,775	0,022	0,023	-0,043	-0,027	-0,020	VY
1	2	1	3,275	0,015	0,032	-0,017	-0,020	-0,090	VY
2	2	1	3,837	0,079	0,050	0	-0,007	-0,030	NE
2	2	3	3,804	0,156	0,047	-0,087	-0,097	-0,010	NE
3	4	1	3,778	0,012	0,010	-0,020	-0,023	-0,040	VY
3	2	1	3,762	0,010	0,010	0,090	-0,037	-0,033	VY
4	2	1	3,363	-0,033	0,025	-0,090	-0,070	-0,070	VY
4	2	2	3,488	-0,003	0,024	-0,080	-0,080	-0,090	VY
x			3,635	0,029	0,0033				
sd			0,224	0,034	0,0040				
x REL				0,798	0,091				
sd REL				0,935	0,110				
REP				0,0293	0,00337				
REP REL				0,807	0,093				

*x* = aritmetický průměr; *sd* = směrodatná odchylka; *OZ* = odběrové zařízení; *MA* = manuální odběr; *AUT* = automatický odběr, nasávání; *REL* = relativně; *REP* = opakovatelnost; *VY* = vyhověl; *NE* = nevyhověl

#### Kontaktní adresa

Ing. Pavel Kopunecz  
 Českomoravská společnost chovatelů, a.s.  
 Hradištko 123, 252 09 Hradištko  
 E-mail: kopunecz@cmsch.cz