

Laboratorijsko - kemijske analize

Uzimajući uzorke gotovog zrelog sira s tržišta izvršili smo slijedeća kemijska ispitivanja: suha tvar, voda, mast u suhoj tvari, rastvorljiv dušik, ukupan dušik, bjelančevine i sô (NaCl). Možemo reći da rezultati ispitivanja tržišnih uzoraka ovog sira variraju u širokim granicama. Smatramo, da je tome razlog neujednačena tehnologija kod izrade, kao i različiti sastav mlijeka iz kojeg je izrađen sir.

Tako se postotak suhe tvari kretao od 43,74 do 62,19, a srednja vrijednost je iznosila 54,26%; postotak vode je iznosio od 37,81 do 56,26 ili srednja vrijednost 45,74%. Mast u suhoj tvari se kretala od 31,13 do 47,82%, a srednja vrijednost iznosila je 37,20%. Postotak rastvorljivog dušika se kretao od 0,087 do 0,194, a srednja vrijednost 0,125%. Ukupan dušik je iznosio od 2,93 do 3,97%, sa srednjom vrijednošću od 3,56%. Postotak bjelančevina se kretao od 20,85 do 25,18, a srednja vrijednost je iznosila 23,84% dok je sô (NaCl) bila zastupljena s 5,92 do 8,89% ili srednja vrijednost od 7,93%.

Ako ove rezultate uporedimo s ranijim rezultatima kemijskog ispitivanja bijelog sira i kačkavalja, vidjet ćemo da postoje izvjesne razlike. Tako bijeni sir ima manji postotak suhe tvari, masti u suhoj tvari i rastvorljivog dušika nego kačkavalj i bijeli sir, dok se ukupni dušik i ukupne bjelančevine nalaze između vrijednosti kačkavalja i bijelog sira. Postotak soli (NaCl) znatno je pak veći, i to ne samo od kačkavalja nego i od bijelog sira. Zato je makedonski bijeni sir karakterističan po osobito tvrdoj konzistenciji, šupljinama u masi, specifičnom mirisu i izrazito slanom okusu.

Prof. dr inž. Mirko Filajdić i dipl. inž. kemije Milana Ritz, Zagreb
BTO — Tehnološki fakultet

PRIMJENA STATISTIKE U KONTROLI KVALITETE PROIZVODA MLJEKARSKE INDUSTRIJE*

Kvaliteta mlijeka i njegovih proizvoda u prometu regulirana je zahtjevima koji su štampani u slijedećim propisima:

1. »Osnovni zakon o zdravstvenom nadzoru nad živežnim namirnicama« (1);
2. »Pravilnik o kvalitetu mlijeka i proizvoda od mlijeka, sirila i mljekarskih kultura, sladoleda i praška za sladoled, jaja i proizvoda od jaja« (2);
3. »Pravilnik o bakteriološkim uvjetima kojima moraju odgovarati životne namirnice u prometu« (3).

Osim ovih navedenih propisa kojima se određuje kvaliteta mlijeka i proizvoda kako u pogledu organoleptičkih, kemijskih i higijensko-zdravstvenih karakteristika, postoji i posebni propis (Pravilnik (4) o uvjetima i načinu ispitivanja namirnica u toku njihove proizvodnje i o načinu vođenja evidencije o izvršenim ispitivanjima).

* Referat održan na VII Seminaru za mljekarsku industriju 13—14. 2. 1969. Tehnološki fakultet, Zagreb.

Što se pak tiče ambalaže koja se koristi u industrijskoj preradi, odnosno pakovanja mlječnih proizvoda, postoji posebni Pravilnik o zdravstvenom nadzoru nad predmetima opće upotrebe (5) i obavezni propisi JUS-a i to: za boce za mlijeko (6), za boce za sterilizirano mlijeko (7), za boce za kiselo mlijeko i jogurt (8), te propis za provjeravanje kvalitete staklenih boca (9).

Iz prakse svima nam je dobro poznato kakve posljedice snose odgovorne osobe pa i čitavi radni kolektivi, ukoliko neki nadležni organ sanitarne ili tržišne inspekcije ustanovi da odgovarajući proizvod ne zadovoljava kvalitetu koju propisuje odgovarajući propis.

Proizvođači, odnosno prerađivači namirnica, da bi izbjegli sve neugodnosti vezane za nezadovoljavajuću kvalitetu svojih proizvoda, organiziraju svoje interne kontrolne službe, čiji podatak koriste kao izvore informacija o kvaliteti upotrebljenih sirovina, polufabrikata, ambalaže i gotovih proizvoda.

Osnovni zadatak svake kontrolne službe, pa tako i kemijskih i bakterioloških laboratorija u kontroli kvalitete mlječnih proizvoda prilikom industrijske prerade svodi se na davanje pouzdanih informacija koje moraju biti dostavljene rukovodiocima pogona u dovoljno kratkom vremenskom intervalu da bi se odgovarajuća operacija ili proces uspješno i racionalno mogao obavljati.

Ne ulazeći u okviru ovog izlaganja — u diskusiju o preciznosti i dužini trajanja odgovarajućih analitičkih metoda kojima se utvrđuje propisana kvaliteta određenih proizvoda — željeli bi težište našeg izlaganja postaviti samo na **problem evidencije analitičkih podataka koji treba da posluže bilo za vođenje odgovarajuće operacije ili industrijskog procesa, bilo za detaljniju analizu primjenjivane operacije ili procesa nakon duljeg vremenskog perioda.**

Radi ilustracije problema poslužimo se ovim primjerima:

- 1) Jedna mljekara — koja između ostalog proizvodi i prašak za sladoled, koristi poluautomatski stroj za pakovanje, i želi da neto težina pojedino originalnog pakovanja iznosi 50 grama.

Neka kapacitet stroja iznosi 20 000 paketića u jednoj radnoj smjeni.

Kako ni jedan stroj ne radi savršeno, to ne možemo očekivati ni od našeg stroja da će svih 20 000 paketića imati potpuno istu težinu; drugim riječima u našu operaciju pakovanja umiješat će se čitav niz varijabli koji će uzrokovati veća ili manja odstupanja od zahtijevane (deklarirane) neto težine.

Kao varijable koje dovode do odstupanja neto težine naših originalnih pakovanja mogu se pojaviti:

- osjetljivost stroja za pakovanje
- učestalost podešavanja mehanizma za postizanje željene neto težine;
- veća ili manja stručna sposobnost radnika koji radi za strojem, njegova budnost, umornost ili slično;
- relativna vlaga zraka u prostoriji gdje se obavlja pakovanje;
- temperatura zraka;
- kao i čitav niz drugih varijabli.

Za uspješno rješenje iznesenog problema, tj. da postignemo što manju fluktuaciju neto težina naših originalnih pakovanja, moramo operaciju pakovanja voditi na najracionalnije mogući način. Naša operacija pakovanja bit će onda najracionalnija kad iz nje uklonimo sve one varijable čije je uklanjanje ekonomski opravdano.

Ovakva vrst problema u praksi se vrlo uspješno može rješavati postupkom tzv. »Statističke kontrole proizvodnih procesa i operacija«, te će zbog toga takav postupak biti predmet naše daljnje diskusije.

Primjer broj (2):

U kontrolnom laboratoriju neke mljekare koji stalno kontrolira sve šarže određenih artikala, vode se rezultati svih analiza u tzv. »kontrolnoj knjizi«.

Nakon 10 godina rada te tvornice tehnički direktor želi u okviru općeg prikaza rada pogona koristiti i podatke o rezultatima kontrole kvalitete.

Ukoliko bi se evidencija podataka vršila na način kako je to uobičajeno upotrebom tzv. »kontrolnih karata« (uobičajeni način tzv. »statističkoj kontroli«) umjesto u »kontrolnoj knjizi« problem analize podataka nakon duljeg vremenskog perioda ni izdaleka ne bi bio tako kompliciran.

Prednosti statističkog postupka nad uobičajenim postupcima u našoj praksi su tolike, da je vrijedno pozabaviti se tim postupkom, tim više kad je nama takav postupak dostupan i u našim propisima jugoslavenskog zavoda za standardizaciju (10, 11).

Sam postupak »statističke kontrole« pokušat ćemo ilustrirati na nekim praktičnim primjerima iz svakodnevnih prakse, ali prije te ilustracije, moramo se malo zadržati na slijedećim osnovnim pojmovima:

Pojam »dozvoljenih i nedozvoljenih« faktora u nekom industrijskom procesu ili operaciji definiramo na ovaj način:

- nedozvoljeni faktori predstavljaju uzroke koji se mogu utvrditi i ukloniti bez suštinske izmjene samog procesa ili operacije proizvodnje;
- dozvoljeni faktori predstavljaju slučajne uzroke koji se ne mogu utvrditi i koji su uvijek prisutni, ili opet to su takovi uzroci koji se mogu utvrditi ali bi njihovo uklanjanje zahtijevalo suštinsku izmjenu postojećeg proizvodnog procesa.

Kao primjer **nedozvoljenih faktora** može se nabrojiti: nedovoljna obučanost pojedinih radnika, razlike u podešavanju stroja, upotreba sirovina čije su partije različitog kvaliteta itd.

Kao primjer **dozvoljenog faktora** može se navesti: promjenljivost klimatskih uvjeta, nedovoljno kvalitetna sirovina itd.

»Stabilnost proizvodnog procesa«

Kažemo da je neki proces ili operacija **stabilan**, ako su iz njega uklonjeni nedozvoljeni faktori.

I kada je proizvodni proces stabilan postoje razlike između pojedinih primjeraka istog proizvoda. Te razlike mogu biti i dosta velike. Ali, one se ne mogu smanjiti bez bitne ili suštinske izmjene samog proizvodnog procesa.

»Tačnost proizvodnog procesa«

Ako postoji određena specifikacija određenog proizvoda, onda se propisuju i granične vrijednosti za određenu karakteristiku kvalitete dotičnog proizvoda.

Katkad se daje u specifikaciji samo donja ili samo gornja granica.

Proizvodni proces imat će zadovoljavajuću tačnost samo onda ako neznatna količina proizvoda ne ispunjava zahtjeve specifikacije.

Moguće je da proizvodni proces pokazuje zadovoljavajuću tačnost, a da ne bude stabilan i obratno, da bude stabilan, a da njegova tačnost ne bude zadovoljavajuća (»netačan proces«).

Ako je proizvodni proces »stabilan i tačan« kontrola stabilnosti otkriva da li se on možda ne odlikuje nepotrebno visokom tačnošću.

U takvom slučaju mogle bi se npr. upotrebene sirovine zamijeniti jeftinijim, što bi dovelo do sniženja troškova proizvodnje.

Ako je proizvodni proces »tačan i nestabilan«, stabilizacijom povećava se njegova tačnost.

Ako je proizvodni proces »stabilan i netačan«, postoje samo slijedeće tri mogućnosti:

- (a) zadovoljiti se postojećim stanjem, tj. dopustiti da i u buduće imamo veliki procenat defektnih primjeraka proizvoda;
- (b) izvršiti suštinsku izmjenу proizvodnog procesa;
- (c) izmijeniti granične vrijednosti izvjesnih karakteristika u skladu s mogućnostima proizvodnog procesa.

Prednosti ako je proizvodni proces stabilan

Ako je proizvodni proces stabilan:

- a) jednoobraznost proizvoda je najveća koja se može postići pri postojećim uvjetima;
- b) konačna kontrola kvalitete može se tako organizirati da njeni troškovi budu minimalni;
- c) s velikom tačnošću može se predvidjeti procenat primjeraka čija će kvaliteta biti u određenim granicama.

Pojam uzorka

Prema usvojenoj terminologiji npr. u JUS-u svaki izabrani primjerak nekog artikla predstavlja uzorak.

Međutim, prema statističkoj terminologiji (kako kod nas tako i u svijetu) usvojeno je da uzorak n primjeraka uzetih iz osnovnog skupa N .

Detaljni opis načina utvrđivanja stabilnosti neke operacije ili procesa dan je u ranije citiranim propisima JUS-a (10, 11), pa ga ovdje nećemo iznositi.

S teoretskog stanovišta ovdje se radi o problemu »prilagođavanja poligona frekvencija na Gaussovu teoretsku krivulju distribucije frekvencija«, a problem se rješava primjenom zakona vjerojatnosti i kvocijentom gama funkcija, time da se određene distribucije izražavaju u istim dimenzijama (12, 13 i 14). Praktično rješenje problema svodi se na prikupljanje podataka, konstrukciju »kontrolne karte« (X , XR ili Xp) i donošenje zaključaka.

»Kontrolna karta« u stvari predstavlja grafikon u kome su na apcisi naneseni redni brojevi uzoraka, a na ordinati vrijednosti karakteristike uzoraka (aritmetičke sredine, odnosno raspona, standardne devijacije, ili % defektnih primjeraka).

Podatak o svakom uzorku prikazan je jednom tačkom. Na visinama koje odgovaraju centralnoj vrijednosti i kontrolnim granicama povuku se paralelni pravci.

Prema broju tačaka koje padaju izvan kontrolnih granica, zaključuje se da se proces smatra stabilnim, ako se svih posljednjih 25 tačaka nalazi unutar kontrolnih granica ili ako se od posljednjih 35 tačaka najviše jedna nalazi izvan kontrolnih granica ili pak ako se od posljednjih 100 tačaka najviše 2 nalaze izvan kontrolnih granica.

Ako se karakteristika proizvoda mjeri, obično se koriste 2 kontrolne karte, jedna za X, a druga za R ili σ . U slučaju da bilo koja od njih pokazuje pojave navedene u prethodnom stavu, proces se mora smatrati nestabilnim.

Radi ilustracije ovog postupka navodimo slijedeći praktični primjer:

Eksperimentalni dio

Jedna mljekara, koja između ostalog, proizvodi i sladoled u prahu, želi ispitati »stabilnost« operacije pakovanja svojih artikala. Za pakovanje koristi automatski stroj, čiji kapacitet iznosi 20 000 paketića unutar jedne radne smjene od 8 sati. Deklarirana težina originalnih pakovanja treba da iznosi 55 grama. Nikakve granice tolerancije nisu propisane.

Odlučeno je da se kao uzorak izuzima po 4 originalna pakovanja, time da se vrši izuzimanje uzoraka svakih 25 minuta u jednoj radnoj smjeni. Svima izuzetim primjercima određena je vaganjem neto težina, te je za svaki uzorak izračunata srednja vrijednost i raspon.

Rezultati odvaga prikazani su u tabeli.

Prikaz srednjih vrijednosti i raspona neto težina uzoraka originalnih pakovanja »sladoleda u prahu«

Redni broj uzorka (1)	Prosječna neto tež. (n = 4) (2)	Raspon uzorka (3)	Redni broj uzorka (1)	Prosječna neto tež. (n = 4) (2)	Raspon uzorka (3)
1.	54,9	4,5	26.	54,1	0,5
2.	54,6	4,5	27.	54,3	1,5
3.	53,9	0,8	28.	55,7	3,0
4.	53,7	1,1	29.	55,1	1,5
5.	54,2	0,5	30.	54,8	0,5
6.	54,6	1,1	31.	55,2	2,0
7.	54,2	0,5	32.	54,3	0,5
8.	54,1	0,5	33.	54,6	0,8
9.	54,0	0,0	34.	54,5	0,0
10.	54,3	1,5	35.	54,8	1,5
11.	55,7	0,3	36.	55,2	1,5
12.	55,5	0,3	37.	55,0	0,0
13.	55,6	0,8	38.	55,6	2,0
14.	55,0	0,3	39.	55,0	1,0
15.	55,5	0,3	40.	55,6	2,0
16.	55,5	0,3	41.	54,2	1,0
17.	54,5	0,0	42.	55,2	0,5
18.	53,0	0,2	43.	55,3	1,0
19.	54,9	1,5	44.	55,6	1,5
20.	54,5	0,0	45.	57,7	4,5
21.	54,6	0,5	46.	55,6	4,6
22.	55,3	2,0	47.	55,0	4,5
23.	54,6	2,0	48.	53,6	3,5
24.	54,3	1,0	49.	55,3	1,0
25.	54,6	2,0	50.	55,4	0,9

Kako se u konkretnom slučaju radi o prikupljenim podacima nakon određenog vremenskog perioda, to ćemo za konstrukciju »kontrolne karte« sa ciljem utvrđivanja stabilnosti provedene operacije pakovanja koristiti propis JUS-a A. A. 2.021 (10.).

U konkretnom slučaju treba izračunati veliki prosjek (\bar{X}) svih prosječnih težina i prosječni raspon (\bar{R}), kao i utvrditi granice prosjeka i granice raspona: tj. kontrolne granice prosječnih težina će iznositi: $\bar{X} \pm A_2(n) \cdot \bar{R}$, gdje su:

\bar{X} = prosjek neto težine svih uzoraka;

$A_2(n)$ = faktor koji se vadi iz tablice citiranog JUS-a

R = prosjek raspona svih uzoraka

n = broj pojedinačnih pakovanja u svakom pojedinačnom uzorku

Kontrolne granice raspona dobivaju se iz formule:

donja kontrolna granica raspona:

$$D_3(n) \cdot \bar{R} \dots \dots \dots \text{(IIa)}$$

gornja kontrolna granica raspona

$$D_4(n) \bar{R}, \dots \dots \dots \text{(IIb), gdje su}$$

$D_3(n)$ i $D_4(n)$ faktori koji se vade iz tablice citiranog JUS-a.

Prema tome u našem primjeru imat ćemo ove vrijednosti:

$$54,85 \pm 0,729 \cdot 1,356 \text{ tj.}$$

kontrolne granice prosječnih težina uzoraka kretat će se od

$$53,86 \text{ do } 55,84 \text{ ili približno od}$$

$$53,9 \text{ do } 55,8 \text{ grama, a za raspone:}$$

$$(\bar{R} = 1,356)$$

od 0 do $(2,282 \cdot 1,356 = 3,09)$ 3,1 gram.

Na temelju izračunatih ovih vrijednosti pristupamo konstrukciji kontrolne karte — koju prilažemo u dijagramu.

Iz dijagrama možemo lako ustanoviti da su nam 3 uzorka izvan kontrolne granice prosječne težine ($3/50 \cdot 100 = 6\%$), i 5 uzoraka izvan kontrolnih granica raspona ($5/50 \cdot 100 = 10\%$). Prema tome budući da nam je preveliki broj uzoraka izvan kontrolnih granica, donosimo zaključak da u ispitivanom vremenskom razdoblju naša operacija pakovanja nije bila stabilna, tj. da su na nju djelovali nedozvoljeni faktori, koje bi trebalo u svakom slučaju u budućnosti ukloniti.

Pronalaženje uzoraka koji su doveli do nestabilnosti operacije pakovanja zahtijeva detaljnu diskusiju svih okolnosti pod kojima je operacija vršena, i nema, naravno, nikakove veze sa statistikom.

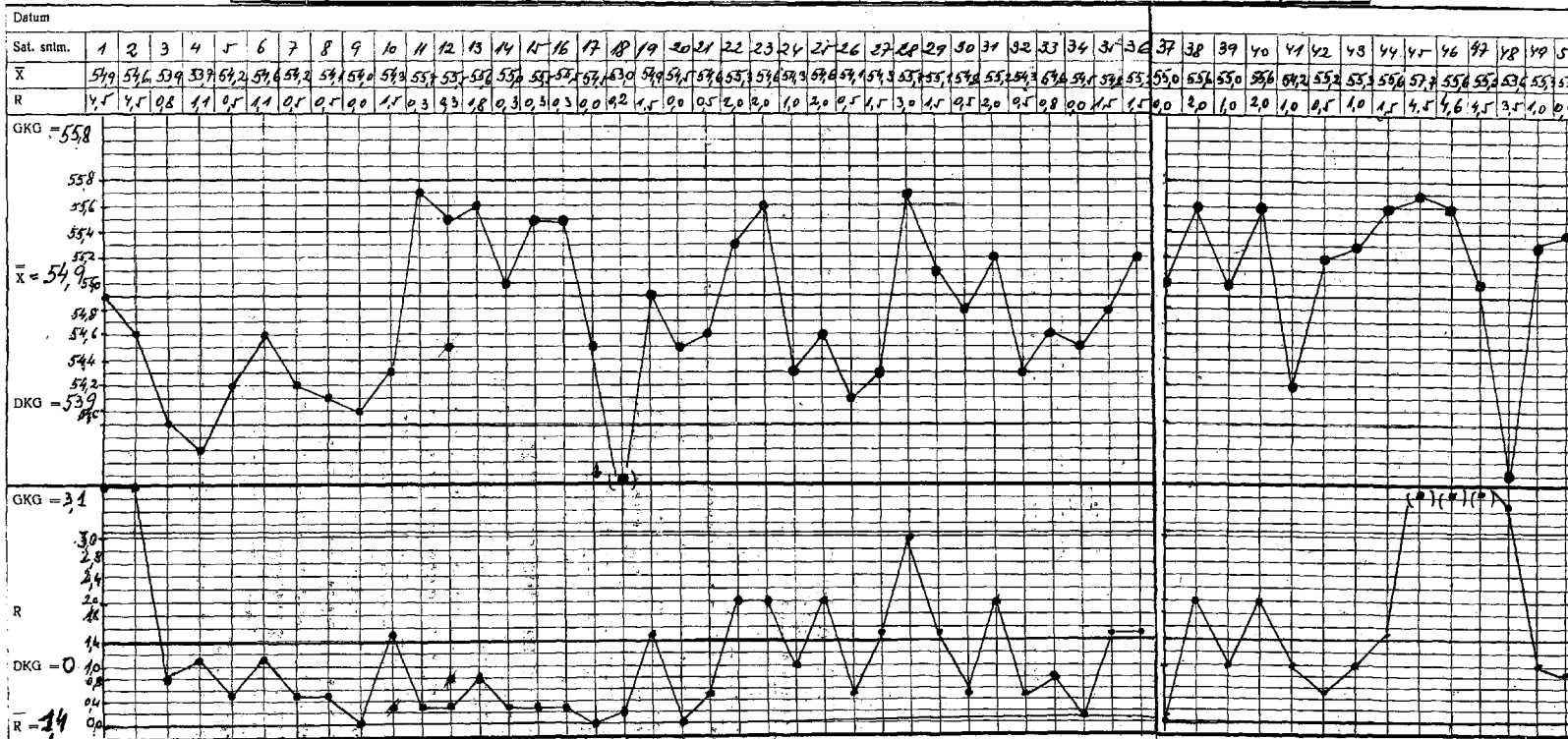
Statistički način obrade rezultata u ovom slučaju između ostalog — omogućio nam je lakši pristup analizi konkretne situacije.

Čitav princip primijenjenog postupka utvrđivanja kontrolnih granica prosječnih težina i kontrolnih granica raspona ispitivanih uzoraka naših pakovanja sastoji se kod primjene navedenih formula pod I, II/a i II/b u komparaciji distribucije poligona frekvencija naših uzoraka s krivuljom distribucijom po Gaussu.

$$\text{Faktor } A = 3 \cdot \frac{1}{2} \text{ (predstavlja trostruku vrijednost standardne greške)}$$

XR KONTROLNA KARTA BR. 1

Nalog br:	Predmet: <i>Neto težina pakovanja hrane za pladanj</i>	Radnik: <i>K. Y.</i>
Komada:	Stroj: <i>Automat</i>	Kontrolor: <i>Z. A.</i>
Mjerena dimenzija: <i>težina 55 gr</i>	Toleranca: <i>~</i>	Datum početka: <i>1. III. 1968</i>
		Datum svršetka: <i>3. III. 1968</i>



Faktor $A_2 = A \cdot \frac{1}{d_2}$ (gdje je d_2 veličina zavisna o uzorku, a služi za preračunavanje raspona u standardnu devijaciju i obratno)

Faktor $A_1 = A \cdot \frac{1}{c_2}$ (gdje je c_2 kvocijent dviju gama funkcija:

$$c_2 = \frac{\Gamma\left(\frac{n}{2}\right)}{\Gamma\left(\frac{n-1}{2}\right)} \sqrt{\frac{2}{n}}$$

kojima se — grubo govoreći vrši prilagođavanje poligona frekvencija na teoretsku Gaussovu krivulju.

Inače sve ove vrijednosti navedenih faktora mogu se direktno očitati prema veličini upotrebljenog uzorka iz citiranog propisa JUS-a (10, 11).

POPIS LITERATURE:

- (1) Osnovni zakon o zdravstvenom nadzoru nad živežnim namirnicama (Sl. list SFRJ br. 44/1965. god.)
- (2) Pravilnik o kvaliteti mlijeka i proizvoda od mlijeka, sirila i mljekarskih kultura, sladoleda i praška za sladoled, jaja i proizvoda od jaja Sl. list SFRJ br. 15/1964. god. sa ispravcima u Službenim listovima br. 22/1964 i br. 36/1964. god.)
- (3) Pravilnik o bakteriološkim uvjetima kojima moraju odgovarati životne namirnice u prometu. (Sl. list SFRJ br. 4/1964 sa izmjenama i dopunama u br. 2/1967. god.)
- (4) Pravilnik o uvjetima i načinu ispitivanja namirnica u toku njihove proizvodnje i o načinu vođenja evidencije o izvršenim ispitivanjima. (Sl. list SFRJ br. 2/1968 god.)
- (5) Pravilnik o zdravstvenom nadzoru nad predmetima opće upotrebe. (Sl. list SFRJ br. 3/1964 sa ispravcima i dopunama u službenim listovima br. 7/1964, br. 23/1964 i br. 6/1965).
- (6) — Boca za mlijeko: JUS B. E. 6.030/15. V 1962.
- (7) — Boca za sterilizirano mlijeko: JUS B. E. 6.031/15. V 1962.
- (8) — Boce za kiselo mlijeko i jogurt: JUS B. E. 6.032 (15. V 1962).
- (9) Provjeravanje kvalitete staklenih boca: JUS B. E. 8.010/1. III 1965.
- (10) »Kontrola stabilnosti proizvodnog procesa po isteku određenog perioda« JUS A.A. 2.021/1965. god. i
- (11) »Kontrola stabilnosti proizvodnog procesa u toku proizvodnje« JUS A.A. 2.022/1965. god.
- (12) O.L. Davies, Statistical Methods in Research of Production, Oliver and Boyd, 1961.
- (14) M. Rovešnjak, Statistička kontrola kvalitete, »Panorama« Zagreb, 1966.