

Jártassági vizsgálat tapasztalatai a búza minősítésében

Budai Judit és Fükő Judit

Országos Mérésügyi Hivatal, Budapest

Érkezett: 1966. február 26.

A búza a legnagyobb területen termesztett növényünk. A belőle készült liszt alapvető élelmiszer, a szemes takarmány és számos ipari termék alapanyaga. Egyúttal fontos export cikkünk is. Túlzás nélkül állíthatjuk, hogy hazánkban az éves búzatermés alapvetően meghatározza mezőgazdaságunk eredményességét. Ezen belül kiemelt jelentőségű az *objektív, egységes minősítés*. Az adás-vételnél az árat meghatározó tényezők a beltartalom, illetve egyes minőségi mutatók, amelyeknek az EU normáihoz való közelítése és egyeztetése elengedhetetlen feladat.

A minőségi paraméterek meghatározásának módját szabványok rögzítik, vizsgálatukra megfelelő tapasztalattal és felkészültséggel rendelkező laboratóriumi hálózat van. Tapasztalataink szerint a vizsgálati eredmények egymástól, ill. a mérések átlagától nagymértékű — a reprodukálhatóság megengedett mértékét többszörösen meghaladó — eltéréseket mutatnak.

A mérések megbízhatósága, egységessége érdekében szükségessé vált a mérésügyi rendezés. Ennek érdekében kezdtük meg 1993-ban az Országos Mérésügyi Hivatalban, ezirányú tevékenységünket, jártassági vizsgálatok szervezésével. A jártassági vizsgálatokat évente két alkalommal indítjuk.

Bármely analitikai mérés eredménye több — objektív, szubjektív — tényező hatásaként törvényszerűen eltér a valódi értéktől, ezért törekedni kell ezeknek a hibáknak a minimálisra történő leszorítására. Ennek egyik módja az önellenőrzés, ami napi-, vagy más időszakonkénti ellenőrzési tevékenységet jelent.

Egy labor számára az az egyik legjobb módszer, hogy bizonyos vizsgálatok elvégzésére felkészültségét, saját követelményeivel, ill. más laboratóriumokkal szemben értékelje, a *jártassági vizsgálatokban* való rendszeres részvétel. Ez egyes esetekben, mint pl. akkreditálás, követelményként is jelentkezik. Az ilyen célirányosan megszervezett körelemzés által lehetővé válik a vizsgálati módszerek egységesítése, megbízhatóságuk ellenőrzése, az ismétlődőképesség és a reprodukálhatóság értékeinek megállapítása, azaz a pontosság meghatározása.

Az általunk szervezett körvizsgálat a szabványosított módszerekre terjed ki. Az eredmények birtokában lehetőség nyílik a módszeres és a véletlen hibák feltárására, elemzésére, melyek segítséget nyújthatnak a vizsgálati szabványok előírásainak bővítésére és pontosítására is.

Fontos, hogy a *jártassági vizsgálat* eredményei alapján a laboratóriumok ellenőrizzék méréseiket és a szükségessé váló javító intézkedést megtegyék.

Mintakiválasztás, előkészítés

A körvizsgálatot igyekszünk körültekintően megszervezni úgy, hogy mindazok a célok, melyeket a bevezetőben kiemeltünk, maradéktalanul teljesüljenek.

Munkánkhoz a megfelelő mennyiségű és minőségű, új termésű fajtatiszta búza- és lisztmintákat az ország különböző termőhelyéről gyűjtjük be. A minták kiválasztásánál *meghatározó szempont* a különböző minőségű tartományok reprezentálása elsősorban fehérje-, sikértartalom és sütőipari minőség vonatkozásában.

A különböző termőhelyről beérkező mintákat az alábbiak szerint készítjük elő körvizsgálatra:

- *Érzékszervi vizsgálat*, mely alapján a morfológiai szempontból nem megfelelő, ill. a keverékes mintákat a további feldolgozásból kihagyjuk.
- Meghatározzuk *szabványos módszerrel* a minták fehérje-, nedvesség- és nedvessikér tartalmát, valamint sütőipari értékszámát.
- Vizsgálathoz a kívánt mennyiségű mintát *megtisztítjuk*.
- Minták *homogenizálását* a TURBULA Shaker Mixer Type T10B homogenizáló berendezésünkkel végezzük.
- A minták *sterilizését* az Izotóp Intézet Kft. Budapest, Sugártechnológiai és Sugárforrás Osztálya végezi. A besugárzás 5 kGy dózissal történik.
- A minták *csomagolását* a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet Csomagolási Centruma végezi a jól bevált, háromrétegű vízgőz át nem eresztő, fóliából készített zacskókba.

A minták minden esetben elvégzett homogenitás vizsgálatával bizonyítottuk, hogy az így előkészített minták esetében a mérés átlaga szignifikánsan nem különbözik, beltartalmi érték szempontjából a minták homogénnek tekinthetők.

A körelemzésbe vont laboratóriumok

A körelemzésben — önkéntes jelentkezés alapján — elsősorban a gabona felvásárlásánál a minősítést végző szaklaboratóriumok, valamint néhány, meghatározó szerepet játszó, külföldi laboratórium vesz részt. Értékelésre alkalmas eredményt általában mintegy 45 laboratórium, ebből 5 külföldi küld. A statisztikai értékelés során a laboratóriumokat kódszámmal látjuk el.

A körelemzésben alkalmazott módszerek

A vizsgálatokat azokkal a szabványosított módszerekkel végeztetjük el, melyek jelentős szerepet játszanak a hazai búza-, liszt-, valamint az export tételek minősítésénél, ill elterjedésük várható.

Nedvességtartalom mérés: MSZ 6367-3:83 szerint, 130-133 °C-on, 2 órás szárítással,

Nyersfehérje tartalom mérés: MSZ 6367-11:84 szerint (f=6,25).

Zeleny féle szedimentációs érték: MSZ-ISO 5529:1994 szerint.

Laboratóriumi liszt előállítás: MSZ 6367-9:1989 szerint.

Nedvessiker-tartalom meghatározása: MSZ 6367-12:87 3.1.5 pontja szerint.

Sütőipari érték vizsgálata: MSZ 6369-6:1988 szerint.

Esésszám meghatározása: MSZ 6369-9:77 1.pontja szerint.

Makro-és mikroelemek: A laboratóriumban használatos módszer szerint.

A kiértékelés módszere

A körvizsgálat eredményeinek értékelését az ISO REMCO N280 1993. (PROFICIENCY TESTING OF CHEMICAL ANALYTICAL LABORATORIES) alapján végezzük el. Azért esett választásunk e módszerre, mert egyszerűen számítható mutatóival, a vonatkozó szabványok ismételhetségi értékeinek felhasználásával a laboratóriumok eredményeinek helyességét könnyen megítélhetjük, ezáltal a "valódi érték" becslése megbízhatóbbá válik.

Az egyes laboratóriumok mérési eredményei alapján a következő értékeket és mutatókat határozzuk meg:

$$\bar{x}_i = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \qquad \bar{X} = \frac{\sum_{l=1}^N \bar{x}_l}{N}$$

x_i : párhuzamos mérési eredmények,

n: a párhuzamos mérési eredmények száma,

$\bar{x}_l (= \bar{x})$: a párhuzamos mérések átlaga a laboratóriumon belül,

\bar{X} : a mérések laboratóriumok közötti átlaga,

N: a laboratóriumok száma.

Az így kapott laboratóriumi átlagból (\bar{x}) és a laboratóriumok közötti átlagból (\bar{X}) kiszámítjuk a laborok mérésének ún. "z-score" értékét:

$$z = \frac{\bar{x} - \bar{X}}{\sigma}$$

ahol,

σ : a szórás *célértéke*, ami a vonatkozó szabványok alapján a párhuzamos mérések eredményei között megengedett maximális eltérés, a következők szerint:

Nedvességtartalom: $\sigma = \pm 0,15 \%$ (m/m),

Nyersfehérjetartalom: $\sigma = \pm 0,3 \%$ (m/m),

Nedvessiker tartalom: $\sigma =$ a laboratóriumok átlageredményének $\pm 2 \%$ -a,

Sikerterülés: $\sigma = \pm 1$ mm/h,

A "valódi érték" megállapításához elhagyjuk azokat a sikerterülés adatokat is, amelyek a sikértartalom esetében is elhagyásra kerültek.

NIR/NIT mérések:

nedvesség, fehérje: $\sigma = \pm 3 \%$ az átlag eredményre vonatkoztatva,

siker: $\sigma = \pm 5 \%$ az átlag eredményre vonatkoztatva,

Esésszám: $\sigma =$ a laboratóriumok átlageredményének $\pm 5 \%$ -a,

Zeleny szedimentációs érték: $\sigma = \pm 2$ ml,

Vízfelvevőképesség: $\sigma = \pm 0,8 \%$ (az ICC 115/1 alapján),

Makro- és mikroelemek:

Ca: $\sigma = \pm 10 \%$ a mérések átlagára vonatkoztatva,

Cu, Fe, Mg, Mn, Zn: $\sigma = \pm 15 \%$ a mérések átlagára vonatkoztatva,

K, Na: $< 0,5 \%$ koncentráció esetén $\sigma = \pm 0,05 \%$ abszolút érték,

$> 0,5 \%$ koncentráció esetén $\sigma = \pm 10 \%$ a mérések átlagára vonatkoztatva.

Minőségi értékszám esetében az értékelésnél kizárjuk azokat az eredményeket, melyek a vízfelvevő képesség alapján elhagyásra kerülnek

és azokat az eredményeket is, amelyeknél a számított eltérés ($\bar{x} - \bar{X}$) a laboratóriumok eredményeiből számított szórásérték kétszeresét meghaladja.

Az értékelés során:

- első lépésben kiszámoljuk a laboratóriumok "z-score" értékét;
- a laboratóriumi eredményeket a kapott "z" abszolút értékük alapján, növekvő sorrendbe rendezzük;
- azt az eredményt, amely 3 felett a legnagyobb "z" abszolút értékű, a további számításból elhagyjuk (\bar{X} = laboratóriumok közötti átlag számításából is) és újra meghatározzuk a "z" értéket, az így kapott új laboratóriumközi átlag felhasználásával;
- a fenti lépéseket addig ismételjük, amíg a laboratóriumok "z" értékei között 3-nál magasabb érték adódik;
- az ekkor kapott laboratóriumi átlagot (\bar{X}) fogadjuk el a vizsgált paraméter "valódi érték"-ének;
- végül, az összes laboratórium esetében újra kiszámoljuk a "z-score" értéket, a fentiek alapján kapott \bar{X} valódi értékkel.

Az így kapott "z-score" értékek jellemzik a laboratórium mérésének minőségét, és hangsúlyozottabban mutatják a kiugró eredményeket ($z > 3$).

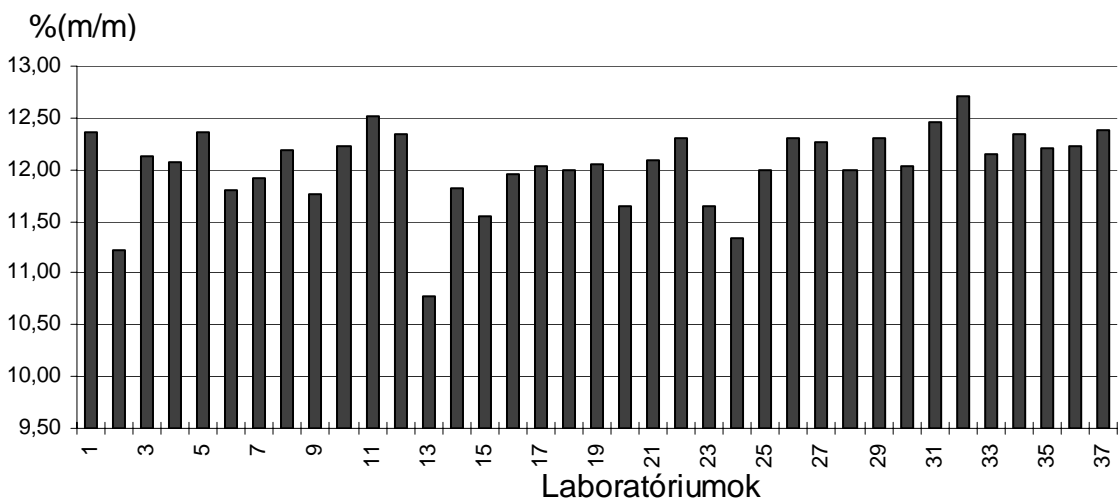
Ez azt jelenti, hogy amennyiben a labor "z-score" abszolút értéke

- 0 és 2 közé esik: akkor a laboratórium eredménye *megfelelő*,
- 2 - 3 között: az eredmény megítélése *bizonytalan*,
- 3 felett: *helyesbítő tevékenység* válik szükségessé.

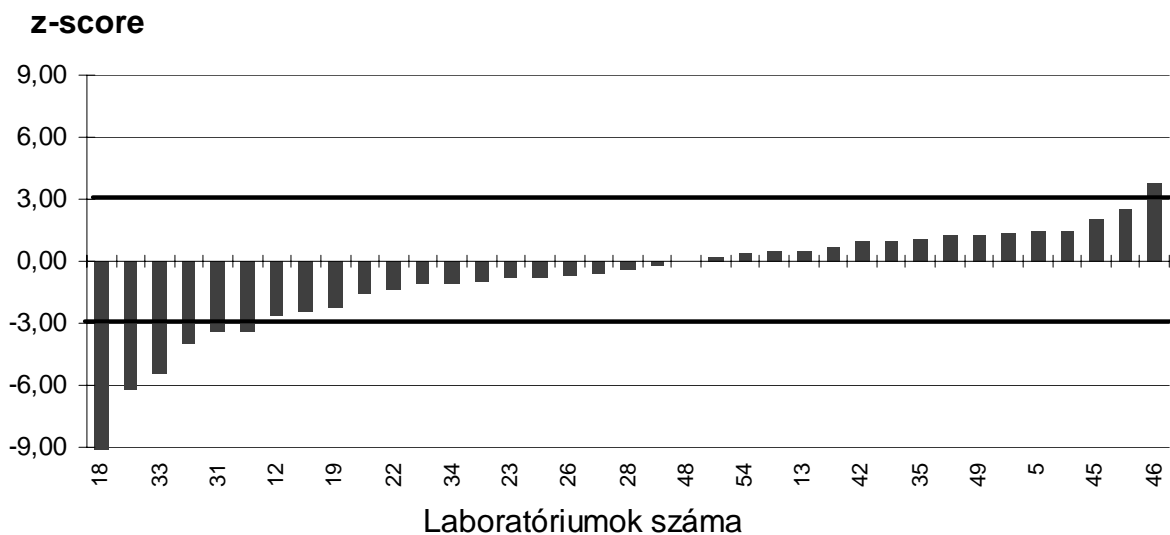
Az 1. ábra egy búza minta nedvességtartalom meghatározás eredményeit, a 2. ábra ezen vizsgálat "z-score" értékeit mutatja.

Az eredmények értékelése

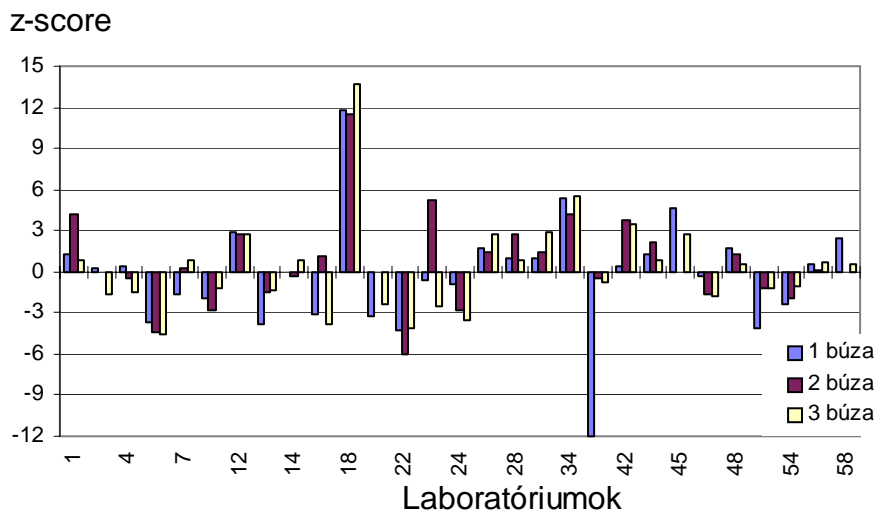
Az eredmények értékelése során, mind pozitív, mind negatív irányban nagymértékű eltéréseket tapasztalunk, melyek esetenként a reprodukálhatóság határát többszörösen meghaladják. Ennek oka lehet véletlenszerű vagy szisztematikus. A szisztematikus hiba jól megfigyelhető a 3. ábrán, ahol a vízfelfelvő képesség mérés "z-score" eredményei vannak feltüntetve, három különböző búza minta mérése esetében.



1. ábra: Búza nedvességtartalom meghatározás eredményei



2. ábra: Búza nedvességtartalom meghatározás "z-score" értékei



3. ábra: Vízfelvevőképesség "z-score" értékek 3 különböző búza minta mérésénél

Az eredményeket befolyásoló főbb hibaforrások a következők szerint foglalhatók össze:

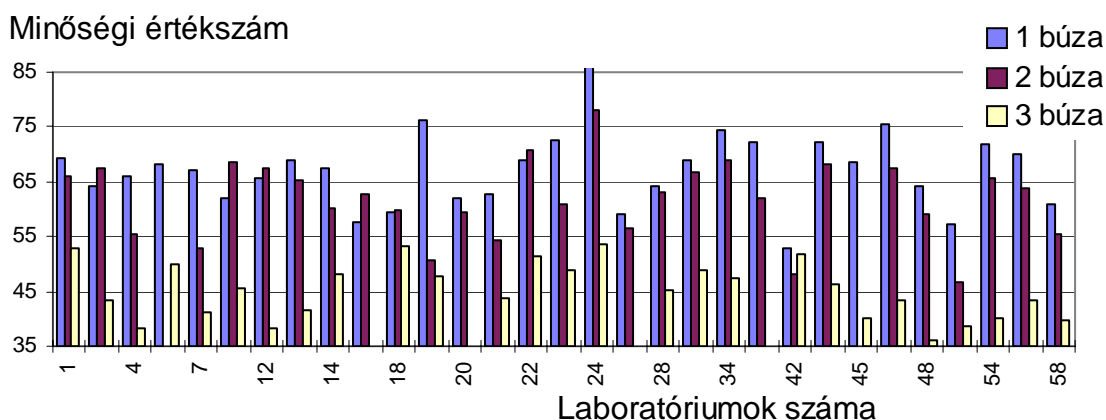
Nedvességtartalom meghatározásnál megadjuk a szárítás pontos paramétereit (130 °C, 2 óra szárítási idő). Több laboratórium esetében tapasztaltunk jelentős eltéréseket, aminek oka a nem megfelelő fűtőteljesítmény-beállítás és a szárítószekrény légterének hőmérsékleti inhomogenitása lehet, ami hiteles hőmérő használatával nyomonkövethető és elkerülhető.

Laboratóriumi liszt esetében a minőség döntően befolyásolja a liszt vizsgálatánál kapott eredmények alakulását. *Alacsony kiőrlési százalék* oka lehet nem megfelelő kondicionálás, túl rövid őrlési idő vagy az őrlőberendezés elhasználódása, kopása. *Magas kiőrlési százalékot eredményezhet* a nem megfelelő (>250 µm) lyukméretű szitabetét alkalmazása vagy a szitakeret sérülése. A kiőrlés százaléktól függően változik a liszt hamutartalma, ami befolyásolja a vízfelvevőképességet. A vizsgálati eredmények megítélése azonban csupán a kiőrlési százalék alapján nem egyértelmű és nem minden esetben vezethető vissza azokra a kiugró eredményekre sem, ahol a kiőrlési százalék nagymértékben ($\pm 15\%$) eltért a 60 %-tól. Az viszont látható, hogy az őrlőberendezések rendszeres ellenőrzése, karbantartása elengedhetetlen.

Nedvessikér-tartalom meghatározás. A sikértartalom a magyar búza-, és lisztminősítő rendszer egyik fő minősítő paramétere. A vizsgálataink során tapasztalt 4 % körüli abszolút eltérés, a minőségi kategóriákat figyelembe véve, túl magas. A vizsgálatból azonban nem zárható ki bizonyos fokú szubjektivitás sem.

Vízfelvevőképesség és sütőipari érték meghatározása. A sikértartalom mellett ez a második fontos minősítő paraméter. A vízfelvevőképesség a kialakuló tézta konzisztenciája szempontjából döntő. A körvizsgálat eredményeiből látható, hogy ez a leginkább bizonytalan vizsgálat mind a búza, mind a liszt vizsgálatokor, mert az eredmények a lehetséges értéktartományban szinte teljesen egyenletesen oszlanak el. (4. ábra) Az anomáliákat alapvetően készülékbeállítás (termosztálás, kopás, alapvonal, 500-as vonal), valamint a készülékek magas kora (estenként 10 év feletti) okozza.

Esésszám meghatározás. Ezzel a módszerrel az őrlemény α -amiláz aktivitását határozzuk meg. A módszer egyszerűsége ellenére is jelentősen eltérő eredményeket kapunk. Jellemző tendencia a pozitív eltérés, ami az ejtőttest deformálódására, a nem elégséges termosztálásra, a nem megfelelő viszkoziméter csövek alkalmazására és a nedvességtartalom korrekció elhagyására vezethető vissza.



4. ábra: Minőségi értékszám alakulása 3 búzaminta mérése esetén

Zeleny szedimentációs érték meghatározása. A módszer bevezetés alatt áll, ezért kevesebb eredményt kaptunk. Néhány eredmény alapján azonban úgy tűnik, hogy ez a módszer jól alkalmazható a búza minősítésére.

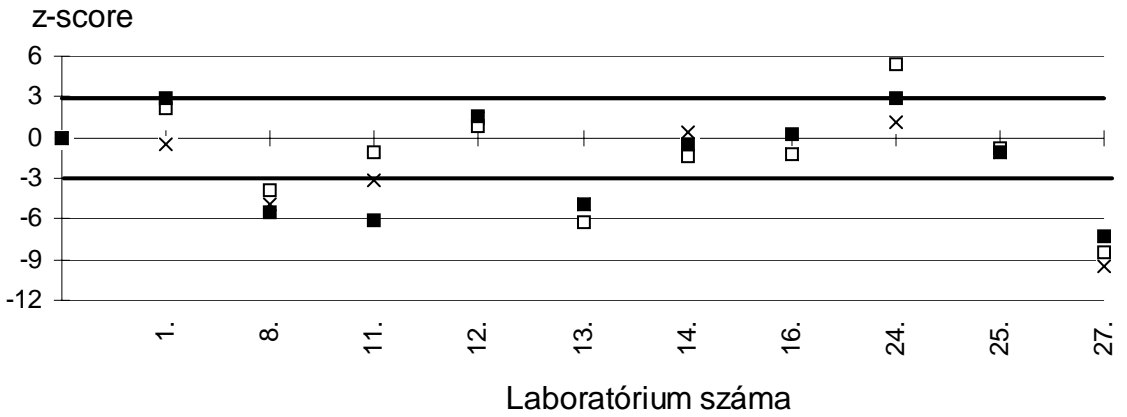
NIR/NIT. Az eredmények azt mutatják, hogy egyre elterjedtebb az infravörös tartományban működő gyorsmeghatározó készülékek használata a búzavizsgálatok területén. A készülék kalibrációja, recalibrációja és időszakonkénti ellenőrzése (újabb fajta, más évjárat, eltérő környezeti és időjárási körülmények) azonban nem hanyagolható el. Az 5. ábra három különböző minta nedvességtartalom meghatározás eredményeit jellemző "z"-pontosítás értékeit mutatja. Az ábrán látható, hogy a 8., 13. és a 27. számú laboratórium mind a három minta esetén $z < -3,00$ értéket kapott a kiértékelés során. Ezt az egyirányú eltérést, mivel a három minta a jellemző mérési tartományt jól átfedi, a K_0 kalibrációs görbe eltolásával korrigálni lehetne.

Makro- és mikro elemek meghatározása. A laboratóriumok által beküldött mérési eredmények közt több nagyságrendű eltérést tapasztalunk. Igaz, hogy e vizsgálati paraméterek nem tartoznak szorosan a búza minősítéshez, de a makro- és mikroelemek az egészséges táplálkozás szempontjából egyre inkább előtérbe kerülnek. A nagy eltérések egyik oka valószínűleg arra vezethető vissza, hogy e vizsgálatok vonatkozásában nem jelölünk ki konkrét szabványos módszereket, hanem a laboratórium által használt eljárás alkalmazását kértük. Nagy tévedési lehetőséget ad a számítási hiba is. Mindezek önmagukban azonban nem indokolják a mutatkozó eltéréseket, ezért mindenképpen szükségessé válik az alkalmazott módszerek felülvizsgálata és a helyes eljárás begyakorlása a rutinszerűen végezhető és megbízható mérések végrehajtása érdekében.

A búza- és lisztminták eredményeinek összehasonlítása.

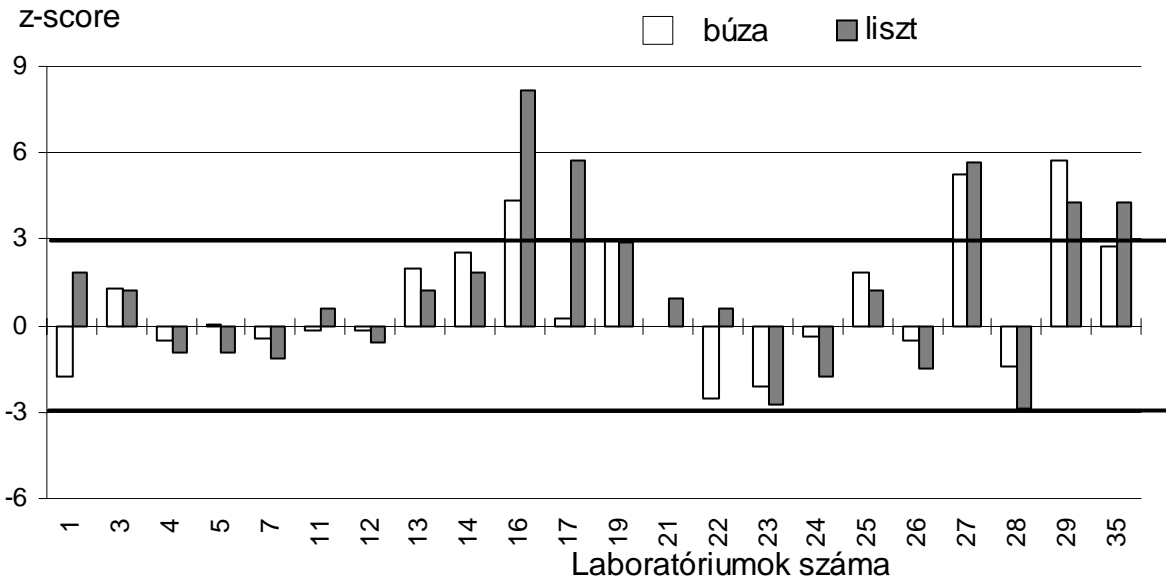
Ugyanazon alapanyagból készült búza- és lisztminta vizsgálati eredményeiből kitűnik, hogy a laboratóriumok meglehetősen nagy szisztematikus és véletlenszerű hibával dolgoznak. Liszt esetében a

maximum és minimum értékek terjedelme szignifikánsan nem tér el a búza minták vizsgálatakor kapott értékektől.



5. ábra: NIT/NIR nedvességtartalom meghatározás eredményeinek z-score értékei búza minta esetén

A 6. ábra az ugyanazon alapanyagból készített búza- és lisztminták nedvessikér tartalom "z-score" eredményeit mutatja.



6. ábra: Búza és lisztjének nedvessikér-tartalom meghatározás "z-score" értékei

Következtetések

A körvizsgálat eredményei azt mutatják, hogy a búza- és a liszt minősítő vizsgálatok eredményeinek szórása rendkívül nagy. A vizsgálatok eredményeit befolyásolja a szubjektív mérési módszer, a használt eszközök egységességének hiánya, eltérő életkoruk. Ezek a

problémák méréskor nem küszöbölhetőek ki. Azonban, ha figyelembe veszünk más nemzetközi körvizsgálati eredményeket akkor az figyelhető meg, hogy a körvizsgálatok ott is a nálunk tapasztalható képet mutatják.

A kiválasztott minőségi paraméterek vonatkozásában az eredmények azt bizonyítják, hogy ezek a mérések nem kielégítőek a gabona minősítésére, osztálybasorolására, de az étkezési és a takarmánybúza minőség szétválasztására sem. Ezen az anomálián csakis a jelenlegi műszerpark egységesítése, valamint a szigorúbb műszaki előírások, a bemérések és a beállítások egységes rendszere tud segíteni.

Szükségesnek látszik hasonló körvizsgálatok szervezése bizonyos meghatározott időszakonként. Az eredmények objektív értékelése hasznos segítséget nyújt a minőségmegállapító, osztálybasoroló méréseket végző laboratóriumok részére hibajavító, helyesbítő tevékenységükhöz.

A mérések egységesítéséhez, pontosabbá tételéhez és az esetleg szükségessé váló hibajavító tevékenységhez az Országos Mérésügyi Hivatal *hiteles búzaliszt referencia anyagminta* sorozatával, illetve a későbbiek során is rendszeresen szervezendő *jártassági vizsgálat*aival tud segítséget nyújtani.

Irodalom

- ISO Remco n280 1993. (Proficiency Testing of Chemical Analytical Laboratories)/Republication of the Technical Report 1993 IUPAC from Pure&Appl. Chem., Vol. 65, No. 9, pp. 2123-2124, 1993/)
- 9th World Congress of Food Science and Technology /Budapest/, 1995. júli 30 - aug4., dr. Budai Judit, Fükő Judit, Certified reference material (Wheat) series for NIR/NIT equipment.
- NIR-95 the Future Waves, 7th International Conference on Near Infrared Soectroscopy /Montreal, (Québec), Kanada/ 1995. aug 6 - 11., dr. Budai Judit, Fükő Judit, Experience with certified reference material (Wheat) series for NIR/NIT
- Leaping Ahead with Near Infrared Spectroscopy, dr. Budai Judit, Fükő Judit, Certified reference material (wheat) series for NIR/NIT /32-35p./ Edited by G.D. Batten, P.C. Flinn, 1995. Yanco Agricultural Institute, Yanko NSW Australia
- Certification of properties of common wheat flour reference material CRM 563 EUR Report, Salmon S.E., Curtis P.S. and Scotti G. (1995)
- A jártassági vizsgálatok szerepe a vizsgálati módszerek jellemzőinek meghatározásában, Náray Miklós, Vegyészkonferencia Eger 1996. július 2-4.
- Organization of proficiency testing in the Czech Republic., Jana Hajslova, Vladimir Koroucek, Petr Cuhra, PROCEEDINGS 1995. Quality Assurance in the Analytical Laboratory at the Second Annual Meeting of the AOAC Central Europe Subsection

Method of analysis and their validation, the uncertainty of measurements and criteria for reagents and performance requirements for analytical procedures: harmonizing and using analytical methods, Braxton Reynolds, PROCEEDINGS 1995. Quality Assurance in the Analytical Laboratory at the Second Annual Meeting of the AOAC Central Europe Subsection International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Thompson M., Wood R., J. AOAC Int. Vol. 76, No.4, 1993.

Jártassági vizsgálat tapasztalatai a búza minősítésében *Budai Judit és Fükő Judit*

Búza- és lisztminták kiemelt minőségi paramétereinek körvizsgálata nagy eltéréseket jelzett. Ennek okai a laboratóriumok felszereltségének különbözőségére és módszertani hiányosságokra vezethetők vissza. Az eredmények értékelése és elemzése alapján jól hasznosítható következtetésekre jutottak a vizsgálatok pontosabb és egyértelműbb kivitelezése szempontjából.

Experiences of a Proficiency Testing concerning Evaluation of Wheat *Budai, J. and Fükő, J.*

The executed proficiency testing concerning the selected quality parameters of wheat and flour samples indicated considerable differences between the results. The reasons for these could be differences between the laboratory equipment and methodological discrepancies. From the evaluation and analysis of the data consequences could be drawn regarding the execution of the investigations more exactly and definitely.

Erfahrungen eines Ringversuches bei der Qualitätsbewertung von Weizen *Budai, J. und Fükő J.*

Die durchgeführte Ringanalyse ausgewählter Qualitätsparameter von Weizen- und Mehlproben wies erhebliche Abweichungen auf. Die Ursachen dafür können auf die Unterschiede der Laborausrüstungen und auf methodische Mängel zurückgeführt werden. Auf der Grundlage der Bewertung und Analyse der Ergebnisse wurden anwendbare Schlußfolgerungen bezüglich der exakteren und eindeutigeren Ausführung der Untersuchungen gezogen.