

**MEDLABORATORIJSKA PRIMERJAVA
LABORATORIJEV NA PODROČJU ANALIZE
KRME ZA LETO 2015**

Špela VELIKONJA BOLTA

Ljubljana 2017

Izdal in založil Kmetijski inštitut Slovenije

Direktor izr. prof. doc. dr. Andrej Simončič

Uredili dr. Špela Velikonja Bolta, Lili Marinček

Ljubljana 2017

Kmetijski inštitut Slovenije

Hacquetova ulica 17, 1000 Ljubljana, Slovenija

Telefon +386 1 280 52 62

Telefaks +386 1 280 52 55

E-mail info@kis.si

Publikacija bo izšla v elektronski obliki in bo objavljena na spletni strani Kmetijskega inštituta Slovenije <http://www.kis.si/>

Katalogni zapis o publikaciji (CIP) pripravili v Narodni in univerzitetni knjižnici v Ljubljani

[COBISS.SI](http://cobiss.si)-ID=[292009216](http://cobiss.si)

ISBN 978-961-6998-13-0 (epub)

Vsebina

1.	UVOD	7
2.	SODELUJOČI.....	7
3.	ČASOVNI POTEK	8
4.	VZORCI	9
4.1.	Dopolnilna krmna mešanica za kunce	9
4.2.	Travna silaža.....	9
4.3.	Pšenica.....	10
4.4.	Ribja hrana	10
5.	PRIPRAVA VZORCEV	11
6.	UPORABLJENE ANALIZNE METODE	11
6.1.	Priprava vzorca.....	11
6.2.	Metoda za določanje higroskopske vlage.....	12
6.3.	Metoda za določanje surovih beljakovin.....	13
6.4.	Metoda za določanje surovega pepela.....	13
6.5.	Metoda za določanje pepela, netopnega v HCl	14
6.6.	Metoda za določanje surovih maščob.....	15
6.7.	Metoda za določanje celokupnih maščob (s hidrolizo)	16
6.8.	Metoda za določanje surove vlaknine	17
6.9.	Metoda za določanje fosforja	20
6.10.	Metode za določanje makro in mikro elementov	21
7.	STATISTIČNA OBDELAVA REZULTATOV	25
8.	REZULTATI.....	26
8.1.	Krmilo za kunce	29
8.1.1.	Krmilo za kunce - Rezultati analiz kakovostnih parametrov	29
8.1.2.	Krmilo za kunce - Rezultati analiz elementov.....	38
8.2.	Pšenica.....	49
8.2.1.	Pšenica - Rezultati analiz kakovostnih parametrov	49
8.2.2.	Pšenica – Rezultati analiz elementov	58
8.3.	Travna silaža.....	69
8.3.1.	Travna silaža - Rezultati analiz kakovostnih parametrov.....	69
8.3.2.	Travna silaža - Rezultati analiz elementov.....	78
8.4.	Ribja hrana	89
8.4.1.	Ribja hrana - Rezultati analiz kakovostnih parametrov.....	89
8.4.2.	Ribja hrana - Rezultati analiz elementov.....	98
9.	ZAKLJUČKI.....	109
10.	LITERATURA.....	110

Kazalo tabel

Tabela 1: Podatki o sestavi krmila za kunce	9
Tabela 2: Podatki o sestavi ribje hrane.....	10
Tabela 3: Uporabljene metode za pripravo vzorcev krme za analizo.....	12
Tabela 4: Uporabljene metode za določanje vlage (oz suhe snovi).....	13
Tabela 5: Uporabljene metode za določanje surovih beljakovin.....	13
Tabela 6: Uporabljene metode za določanje surovega pepela.....	14
Tabela 7: Uporabljene metode za določanje pepela, netopnega v HCl	15
Tabela 8: Uporabljene metode za določanje surovih maščob	16
Tabela 9: Uporabljene metode za določanje celokupnih maščob v vzorcu	17
Tabela 10: Uporabljene metode za določanje surovih vlaknin.....	19
Tabela 11: Uporabljene metode za določanje fosforja	20
Tabela 12: Uporabljene metode za določanje kovin – razklop vzorca in analizna tehnika	24
Tabela 13: Uporabljene valovne dolžine (AAS) za določanje kovin	24
Tabela 14: Število opravljenih analiz	26
Tabela 15: Povprečja absolutnih z vrednosti pri analizah kakovostnih parametrov.....	26
Tabela 16: Povprečja absolutnih z vrednosti pri analizah elementov.....	27
Tabela 17: Krmilo za kunce – parametri kakovosti, rezultati.....	29
Tabela 18: Krma za kunce – parametri kakovosti, z vrednosti	30
Tabela 19: Krmilo za kunce – elementi, rezultati.....	38
Tabela 20: Krmilo za kunce – elementi, z vrednosti	39
Tabela 21: Pšenica – parametri kakovosti, rezultati	49
Tabela 22: Pšenica – parametri kakovosti, z vrednosti	50
Tabela 23: Pšenica – elementi, rezultati	58
Tabela 24: Pšenica – elementi, z vrednosti	59
Tabela 25: Travna silaža – parametri kakovosti, rezultati.....	69
Tabela 26: Travna silaža – z vrednosti	70
Tabela 27: Travna silaža – elementi, rezultati.....	78
Tabela 28: Travna silaža – elementi, z vrednosti	79
Tabela 29: Ribja hrana – parametri kakovosti, rezultati.....	89
Tabela 30: Ribja hrana – z vrednosti	90
Tabela 31: Ribja hrana – elementi.....	98
Tabela 32: Ribja hrana – z vrednosti	99

Kazalo slik

Slika 1: Krmna mešanica za kunce.....	9
Slika 2: Travna silaža	9
Slika 3: Pšenica	10
Slika 4: Ribja hrana in deklaracija.....	10
Slika 5: Delilnik vzorcev in mlin za mletje vzorcev	11
Slika 6: Povprečne absolutne z vrednosti pri določanju kakovostnih parametrov	27
Slika 7: Povprečne absolutne z vrednosti pri določanju elementov	28
Slika 8: Krmilo za kunce – suha snov	31
Slika 9: Krmilo za kunce – surove beljakovine	32
Slika 10: Krmilo za kunce – surove maščobe	33
Slika 11: Krmilo za kunce – skupne maščobe.....	34
Slika 12: Krmilo za kunce – surova vlaknina.....	35
Slika 13: Krmilo za kunce – surovi pepel	36
Slika 14: Krmilo za kunce – v HCl netopen pepel	37
Slika 15: Krmilo za kunce – kalcij	40
Slika 16: Krmilo za kunce – fosfor.....	41
Slika 17: Krmilo za kunce – magnezij	42
Slika 18: Krmilo za kunce – kalij	43
Slika 19: Krmilo za kunce – natrij.....	44
Slika 20: Krmilo za kunce – cink	45
Slika 21: Krmilo za kunce – mangan	46
Slika 22: Krmilo za kunce – baker	47
Slika 23: Krmilo za kunce – železo.....	48
Slika 24: Pšenica – suha snov.....	51
Slika 25: Pšenica – surove beljakovine	52
Slika 26: Pšenica – surove maščobe.....	53
Slika 27: Pšenica – skupne maščobe	54
Slika 28: Pšenica – surova vlaknina	55
Slika 29: Pšenica – surovi pepel.....	56
Slika 30: Pšenica – v HCl netopen pepel.....	57
Slika 31: Pšenica – kalcij.....	60
Slika 32: Pšenica – fosfor.....	61
Slika 33: Pšenica – magnezij	62
Slika 34: Pšenica – kalij	63
Slika 35: Pšenica – natrij	64
Slika 36: Pšenica – cink.....	65
Slika 37: Pšenica – mangan.....	66
Slika 38: Pšenica – baker.....	67
Slika 39: Pšenica – železo	68
Slika 40: Travna silaža – suha snov	71
Slika 41: Travna silaža – surove beljakovine	72
Slika 42: Travna silaža – surove maščobe.....	73
Slika 43: Travna silaža – skupne maščobe	74
Slika 44: Travna silaža – surova vlaknina.....	75
Slika 45: Travna silaža – surovi pepel.....	76
Slika 46: Travna silaža – pepel, netopen v HCl	77

Slika 47: Travná silaža – kalcij	80
Slika 48: Travná silaža – fosfor.....	81
Slika 49: Travná silaža – magnezij.....	82
Slika 50: Travná silaža – kalij	83
Slika 51: Travná silaža – natrij.....	84
Slika 52: Travná silaža – cink	85
Slika 53: Travná silaža – mangan.....	86
Slika 54: Travná silaža – baker	87
Slika 55: Travná silaža – železo	88
Slika 56: Ribja hrana – suha snov	91
Slika 57: Ribja hrana – surove beljakovine.....	92
Slika 58: Ribja hrana – surove maščobe.....	93
Slika 59: Ribja hrana – skupne maščobe.....	94
Slika 60: Ribja hrana – surova vlaknina.....	95
Slika 61: Ribja hrana – surovi pepel.....	96
Slika 62: Ribja hrana – v HCl netopen pepel	97
Slika 63: Ribja hrana – kalcij	100
Slika 64: Ribja hrana – fosfor.....	101
Slika 65: Ribja hrana – magnezij.....	102
Slika 66: Ribja hrana – kalij	103
Slika 67: Ribja hrana – natrij.....	104
Slika 68: Ribja hrana – cink	105
Slika 69: Ribja hrana – mangan.....	106
Slika 70: Ribja hrana – baker	107
Slika 71: Ribja hrana – železo	108

1. UVOD

Medlaboratorijska primerjava na področju analiz krme sega v 70. leta 20. stoletja. Prvi, ki je prepoznal pomen enotnih rezultatov analiz vseh laboratorijev je bil g. Pen, ki je delal na KGZ v Muski Soboti in je tudi dal pobudo, ter sprva organiziral medlaboratorijsko primerjavo. Z leti se je sodelovanje razvilo. Vsako leto drug laboratorij organizira medlaboratorijsko primerjavo in predstavi rezultate na skupnem srečanju vseh sodelujočih.

Primerjava rezultatov analiz krme med laboratoriji KGZS, proizvajalci krme in javnimi zavodi je pomembna, saj so vsi med seboj hote ali nehoti povezani preko inšpekcijske kontrole trga s krmili v Sloveniji. Zagotavljanje enotnih analiznih metod in primerljivost rezultatov je pomembna zlasti za proizvajalce krme, saj na ta način lažje zagovarjajo vrednosti, natisnjene na deklaracijah in preverjene z notranjo kontrolo.

Rezultati medlaboratorijske primerjave so namenjeni za:

- primerjavo analiznih metod, ki jih uporabljajo različni laboratoriji
- primerjavo rezultatov, ki jih dobijo laboratoriji z uporabo svojih metod

V letu 2015 je bil za organizacijo medlaboratorijske primerjalne sheme na vrsti Centralni laboratorij Kmetijskega inštituta Slovenije.

2. SODELUJOČI

K sodelovanju so bili povabljene naslednje inštitucije:

- Bioinstitut d.o.o.
- Finančna uprava Republike Slovenije, Generalni finančni urad, Uprava za carine, Sektor za carinsko tarifo, Carinski laboratorij
- Emona Razvojni center za prehrano d.o.o.
- Euroinspekt Croatia Controla d.o.o.
- FSH srbski Itebej
- KGZS, Zavod Nova Gorica
- KGZS, Zavod Murska Sobota
- KGZS, Zavod Maribor
- Pekarna Pečjak
- Perutnina Ptuj d.d., Kemijski laboratorij
- Pivka Perutninarstvo d.d., enota krmila
- Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za agronomijo, Center za pedologijo in varstvo okolja
- Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za zootehniko, Katedra za prehrano
- Univerza v Ljubljani, Veterinarska fakulteta, Inštitut za varno hrano, krmo in okolje
- Veterinarski zavod Križevci

Sodelovanje so potrdili naslednji laboratoriji:

- Bioinstitut d.o.o.
- Finančna uprava Republike Slovenije, Generalni finančni urad, Uprava za carine, Sektor za carinsko tarifo, Carinski laboratorij
- Emona Razvojni center za prehrano d.o.o.
- Euroinspekt Croatia Controla d.o.o.
- FSH srbski Itebej
- KGZS, Zavod Nova Gorica
- KGZS, Zavod Murska Sobota
- Pekarna Pečjak
- Perutnina Ptuj d.d., Kemijski laboratorij
- Pivka Perutninarstvo d.d., Enota krmila
- Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za agronomijo, Center za pedologijo in varstvo okolja
- Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za zootehniko, Katedra za prehrano
- Univerza v Ljubljani, Veterinarska fakulteta, Inštitut za varno hrano, krmo in okolje
- Kmetijski inštitut Slovenije, Centralni laboratorij

3. ČASOVNI POTEK

- Izbira in zbiranje vzorcev – november 2015
- Priprava vzorcev – december 2015
- Pošiljanje vzorcev: 21. 12. 2016
- Predvidena oddaja rezultatov: 15. 2. 2016
- Pošiljanje ankete o uporabljenih metodah – september 2016
- Obdelava rezultatov avgust – oktober 2016
- Srečanje – 13. 10. 2016

4. VZORCI

Sodelujočim smo poslali štiri vzorce:

4.1. Dopolnilna krmna mešanica za kunce

Vzorec nam je priskrbel ga. Mateja Vendramin Pintar iz Emona razvojnega centra.

Slika 1: Krmna mešanica za kunce



Vzorec smo izbrali zaradi visoke vsebnosti vlaknin. Podatki iz deklaracije so bili naslednji:

Tabela 1: Podatki o sestavi krmila za kunce

Surove beljakovine	16,4 %
Surova olja in maščobe	4,2 %
Surova vlaknina	15 %
Surovi pepel	8,5 %
Škrob	15 %

4.2. Travná silaža

Vzorec travne silaže so nam priskrbeli sodelavci Oddelka za živinorejo. Zaradi nehomogenosti smo travno silažo zmleli na Kmetijskem inštitutu Slovenije in poslali sodelujočim zmlet vzorec. Podatkov o sestavi za vzorec travne silaže nismo imeli.

Slika 2: Travná silaža



4.3. Pšenica

Vzorec pšenice so nam priskrbeli sodelavci Infrastrukturnega centra Jabolje. Podatkov o sestavi nismo imeli.

Slika 3: Pšenica



4.4. Ribja hrana

Vzorec ribje hrane ERICO Alpha 714 nam je priskrbel sodelavec Tomaž Sket.

Slika 4: Ribja hrana in deklaracija

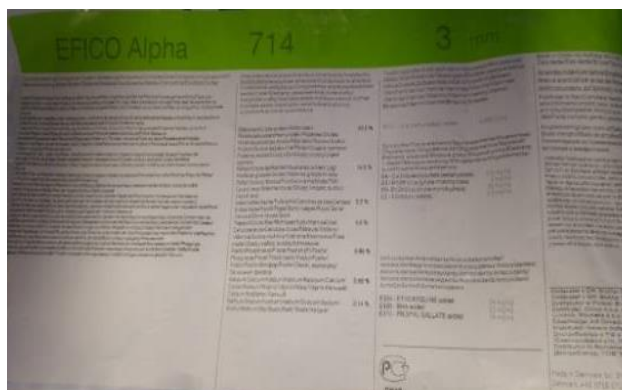


Tabela 2: Podatki o sestavi ribje hrane

Surove beljakovine	43 %
Surova olja in maščobe	14 %
Surova vlaknina	4,9 %
Surovi pepel	5,5 %
Fosfor - P	0,86 %
Kalcij – Ca	0,66 %
Natrij - Na	0,14 %

Vzorec smo izbrali, ker je nekoliko neobičajen za večino laboratorijev, ki sodelujejo v medlaboratorijski primerjalni shemi. Vzorec namreč vsebuje veliko maščob, ki lahko motijo nekatere druge analize.

5. PRIPRAVA VZORCEV

Vzorci pšenice, krmila za kunce in ribje hrane smo razdelili na delilnik vzorcev (Slika 5) in jih razporedili v označene vrečke.

Vzorec travne silaže smo posušili, zmleli in razdelili z delilnikom vzorcev ter jih razporedili v označene vrečke.

Slika 5: Delilnik vzorcev in mlin za mletje vzorcev



Vzorci smo, skupaj s tabelo za rezultate poslali udeležencem 21. 12. 2015. Rok za oddajo rezultatov je bil 15. 2. 2016. V mesecu septembru smo udeležencem poslali še tabelo za vnos analiznih metod.

6. UPORABLJENE ANALIZNE METODE

UREDBA KOMISIJE (ES) št. 152/2009 z dne 27. januarja 2009 o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za uradni nadzor krme (v nadaljevanju Uredba ali Uredba 152/2009) opisuje metode, ki jih morajo laboratoriji uporabljati v okviru uradne kontrole krme. V interesu kontrolnih laboratorijev za krmo je, da s svojimi analiznimi metodami dobijo enake rezultate kot uradni laboratoriji, saj na ta način zagotavljajo skladnost izdelkov z deklaracijo v primeru kontrole s strani inšpekcijskih organov.

Sodelujočim smo poslali anketo, v kateri smo jih poprosili za nekatere podatke glede analiznih metod, ki so jih uporabljali za analize vzorcev.

Deleže laboratorijev, ki delajo na enak način smo izračunali glede na vse sodelujoče laboratorije, ne glede na to, ali so laboratoriji poslali podatke o analiznim metodah.

6.1. Priprava vzorca

Za pripravo vzorcev Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

"Če v analitski metodi ni navedeno drugače, se po drobljenju celoten vzorec po potrebi preseje s sitom s kvadratnimi odprtinami 1 mm (v skladu s priporočilom ISO R565). Izogibati se je treba prekomernemu drobljenju."

Sodelujoči so se lotili priprave vzorcev na naslednji način (Tabela 3):

Tabela 3: Uporabljene metode za pripravo vzorcev krme za analizo

Lab.	Referenca	vrsta mlina	velikost delcev	hlajenje d/n
1	Uredba	Retsch ZM 100	1 mm	n
2		labmlin	do 3mm	n
4		kavni mlinček		
5	Uredba	Retsch ZM 200	1 mm	n
6	Uredba	mlin s kladivi, kavni mlinček,	<1mm	n
9		mlinček		
10		Homogenizator Foss Analytical		
11	ISO 6498	RETSCH ZM200	1mm	n
12		Retsch MZ 100	2 mm	n

Velikost delcev v mletem vzorcu je pri 5 laboratorijih (35,7 %) skladna z Uredbo. 2 laboratorija (14,3 %) meljeta vzorca do večjih delcev, od treh laboratorijev (21,4 %) pa nismo dobili podatkov o velikosti delcev. Štirje laboratoriji (28,6 %) niso sporočili podatkov o načinu mletja vzorcev.

Velikost delcev lahko pomembno vpliva na rezultate analiz in enotno mletje vzorcev bi pripomoglo k boljšim rezultatom analiz.

6.2. Metoda za določanje higroskopske vlage

Za določanje higroskopske vlage Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Krma

Posoda s pokrovom se stehta na 1 mg natančno. V stehtano posodo se natehta 5 g vzorca na 1 mg natančno, ki se enakomerno porazdeli. Posoda brez pokrova se postavi v sušilnik, segret na 103 °C. Posoda se postavi v sušilnik v najkrajšem možnem času, da se prepreči prevelik padec temperature. Sušenje traja štiri ure od trenutka, ko je temperatura v sušilniku ponovno 103 °C. Posoda se pokrije s pokrovom, vzame iz sušilnika, pusti v eksikatorju 30 do 45 minut, da se ohladi, in stehta na 1 mg natančno.

Žita, moka, drobljenci in zdrob

Posoda s pokrovom se stehta na 0,5 mg natančno. V stehtano posodo se natehta približno 5 g zdrobljenega vzorca na 1 mg natančno, ki se enakomerno porazdeli. Posoda brez pokrova se postavi v sušilnik, segret na 130 °C. Posoda se postavi v sušilnik v najkrajšem možnem času, da se prepreči prevelik padec temperature. Sušenje traja 2 uri od trenutka, ko je temperatura v sušilniku ponovno 103 °C. Posoda se pokrije s pokrovom, vzame iz sušilnika, pusti v eksikatorju 30 do 45 minut, da se ohladi, in stehta na 1 mg natančno.

Tabela 4: Uporabljene metode za določanje vlage (oz suhe snovi)

Lab.	Referenca	zatehta [g]	T [°C]	čas sušenja [h]
1	Uredba 152/2009	5	103	4
2		3-5	103 ± 2	4
4		cca. 3	105 ± 5	3
5	Uredba 152/2009	5	103 ± 3	4
6	Uredba 152/2009	3 do 5	103 - 105	3
7	HRN ISO 6496:2001			
8		4	104-106	4
9	Uredba 152/2009	5	103	4
10		cca 5	105	4 - 5
11	ISO 6496	5	103	4
12		7 - 17	105	24
13	SIST ISO 6496:2000	3,0000	105	3

Reference, na katere so se laboratoriji sklicevali, predvidevajo podobne temperature in čase sušenja. Kljub sklicevanju na isti standard, se med laboratoriji pojavljajo precejšnje razlike. Samo štiri laboratoriji (33.3 %) striktno uporabljajo zatehto 5 g. V Uredbi 152/2009 predpisano temperaturo in čas sušenja je uporabljalo šest laboratorijev (42,9 %).

6.3. Metoda za določanje surovih beljakovin

Za določanje surovih beljakovin Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Vzorec se razkroji z žveplovo kislino v prisotnosti katalizatorja. Raztopina natrijevega hidroksida se doda kisli raztopini, da postane bazična. Amonijak se destilira in zbere v odmerjeno količino žveplove kisline, katere presežek se titrira s standardno raztopino natrijevega hidroksida. Sproščeni amonijak se lahko destilira v presežek raztopine borove kisline ter nato titrira z raztopino klorovodikove ali žveplove kisline.

Predpisana količina kisline: 25 mL

Predpisana zatehta: 1 g

Predpisan katalizator: bakrov (II) oksid CuO ali bakrov (II) sulfat pentahidrat, CuSO₄ 5H₂O

Predpisan čas razklopa vzorca: 2 h po tem, ko se raztopina zeleno obarva

Razlike od Uredbe 152/2009 so za določanje surovega pepela po standardu ISO 5983:2 so naslednje:

Predpisana količina kisline: 12 mL

Predpisana zatehta: 1 g

Predpisan čas razklopa vzorca: cca. 1 h

Tabela 5: Uporabljene metode za določanje surovih beljakovin

Lab.	Referenca	zatehta [g]	katalizator	kislina	C _{kislina}	t _{razklopa} [h]	T _{razklopa} [°C]	kislina za titracijo	C _{kislina}	način destilacije	določitev končne točke
1	Uredba 152/2009	1	Cu, Se	H ₂ SO ₄	98 %	3		HCl	0,1 M	avto	potenc.
2	Kjeldahl	0,6 - 0,9	Kjeldahlove tablete	H ₂ SO ₄	konc.	1		H ₂ SO ₄	0,05 M	avto	po Sheru
4		0,5 /1	K ₂ SO ₄ CuSO ₄	H ₂ SO ₄	96 %	1,25	300 - 400	H ₂ SO ₄	0,2 N	avto	elektroda
5	ISO 5983:2	0,5/1	K ₂ SO ₄ CuSO ₄	H ₂ SO ₄	98 %	1	420 ± 5	HCl	0,15 M	avto	spektrof.
6	Uredba 152/2009	0,5 -1	K ₂ SO ₄ CuSO ₄ /Se	H ₂ SO ₄	96 %	3	20 – 420	HCl	0,1 N	avto	pH meter
7	HRN ISO 5983-2: 2010										
8		1	Kjeldahl tablete	H ₂ SO ₄	95-97 %	1,5		H ₂ SO ₄	0,1 M	avto	H ₃ BO ₃
9	ISO 937-1978 - (Buchi sistem)	0,8 - 1	Kjeldahl tablete brez Hg in Se	H ₂ SO ₄	98 %	1,5	650	HCl	0,1 N	avto	
10		0,48 - 0,77	2 x Kjeldahl tableti	20 mL H ₂ SO ₄	96 %	0,5	480	HCl	0,1 M	avto	
11	ISO 5983	0.5 - 1	CuSO ₄ x5H ₂ O + K ₂ SO ₄	H ₂ SO ₄	98 %	1,5		H ₂ SO ₄	0.1 M	avto	pH = 4.65
12	sežig 900 °C	0,3 -1	n								
13	SIST ISO 5983-1: 2005	0,5000 - 1,0000	CuSO ₄ x5H ₂ O + K ₂ SO ₄	H ₂ SO ₄ tehn.	96 %	1	370	H ₂ SO ₄	0,2 N	avto	pH končni 4,65

Večina laboratorijev (78,5 %) uporablja za določanje surovih beljakovin metodo po Kjeldahlu, samo en laboratorij pa instrument za suhi sežig. Med laboratoriji, ki uporabljajo Kjeldahlovo metodo, se samo eden drži direktive 152/2009 glede časa razkopa vzorcev (3 h). Štirje laboratoriji uporabljajo standard ISO 5983 za krmo, ki predvideva čas razklopa okrog 1 h, vendar so v času razklopa tudi med temi laboratoriji razlike. Vsi laboratoriji, ki uporabljajo Kjeldahlovo metodo, imajo zatehto vzorca med 0,5 in 1 g in instrument za avtomatsko destilacijo vzorcev. Končno točko titracije večina laboratorijev določa potenciometrično, samo eden spektrofotometrično.

6.4. Metoda za določanje surovega pepela

Za določanje surovega pepela Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Približno 5 g vzorca se natehta na 1 mg natančno (2,5 g pri proizvodih, ki lahko nabreknejo) in prenese v žarilni lonček za upepelitev, ki se predhodno segreje na 550 °C, ohladi in tarira. Lonček se postavi na grelno ploščo in postopoma segreva, da snov zgoreni. Upepeli se v skladu s točko 5.1 ali 5.2.

5.1

Lonček se postavi v žarilno peč, segreto na 550 °C. Pri tej temperaturi se pusti, dokler ne nastane bel, svetlo siv ali rdečkast pepel, ki je videti, da ne vsebuje ogljikovih delcev. Lonček se postavi v eksikator, pusti se, da se ohladi, in takoj stehta.

5.2

Lonček se postavi v žarilno peč, segreto na 550 °C. V peči se pusti 3 ure. Lonček se postavi v eksikator, pusti se, da se ohladi, in takoj stehta. Ponovno se postavi v žarilno peč za 30 minut, pri čemer mora biti masa pepela konstantna (izguba mase med dvema zaporednima tehtanjema ne sme presegati 1 mg).

Razlike od Uredba 152/2009 so za določanje surovega pepela po standardu ISO 5984 naslednja:

Lonček se postavi v žarilno peč, segreto na 550 °C. V peči se pusti 3 ure. Lonček se postavi v eksikator, pusti se, da se ohladi, in takoj stehta. Preveri se, ali pepel še vsebuje delce ogljika. Če jih ne, se lonček postavi v žarilno peč za 1 h. Če so delci ogljika še vidni, lonček ohladi, navlaži z destilirano vodo, previdno izpari do suhega v sušilniku pri 103° C. Potem lonček postavi v peč in pusti še 1 uro.

Tabela 6: Uporabljene metode za določanje surovega pepela

Lab.	Referenca	zatehta [g]	predhodna	čas	temperatura [°C]
1	Uredba 152/2009	5	n	6	550
2		1	n	3	525
4		cca. 3	predhodno	3	550
5	ISO 5984	5	d	4	550
6	Uredba 152/2009	4	d	8	520
7	HRN ISO				
8		4		4	560
9	Uredba 152/2009	5	n	3	550
10		1,97 - 4,9	n	1	800 - 850
11	ISO 5984	3	n	1,5 - 2	550
12		3,0 - 6,0		24	550
13	SIST ISO 5984:2003	3,0000	n	8	530

Rezultate je oddalo 13 laboratorijev. Med njimi delajo 3 laboratoriji (21,4 %) po Uredbi 152/2009, štirje po ISO standardu 5984 (28,4 %), ostali reference niso navedli. Kljub predpisani temperaturi 550 °C se pojavljajo odstopanja od te temperature, časi žarenja se prav tako razlikujejo.

6.5. Metoda za določanje pepela, netopnega v HCl

Za določanje v klorovodikovi kislini netopnega pepela Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Postopek A: uporablja se za organska posamična krmila in za večino krmnih mešanic. Vzorec se upepeli po metodi za določanje surovega pepela. Lahko se uporabi pepel, dobljen pri navedeni analizi. Pepel se prenese v 250 do 400 mililitrsko čašo s 75 ml 3 M klorovodikove kisline. Počasi se segreje do vretja in pusti rahlo vreti 15 minut. Topla raztopina se filtrira skozi filtrirni papir brez pepela, ostanek pa se spira s toplo vodo, dokler kislja reakcija ne preneha. Filter z ostankom in pepelom se posuši v tariranem žarilnem lončku pri 550 – 700 °C. Ohladi se v eksikatorju in stehta.

Postopek B: uporablja se za mineralne krmne mešanice in krmne mešanice, ki vsebujejo več kot 1 % snovi, netopnih v klorovodikovi kislini in določenih po metodi A.

5 g vzorca se natehta na 1 mg natančno in prenese v 250 do 400 mililitrsko čašo. Doda se 25 ml vode in nato 25 ml 3 M klorovodikove kisline, premeša se, nato pa se počaka, da se reakcija umiri. Doda se še 50 ml 3 M klorovodikove kisline. Počaka se, da se preneha izločati plin, nato pa se čaša postavi v vrelo vodno kopel za 30 minut ali po potrebi dlje, da se popolnoma hidrolizira kakršen koli škrob, ki je lahko prisoten. Vsebina, ki je še topla, se filtrira skozi filter brez pepela, filter pa se spere s 50 ml tople vode (Če pri filtriranju nastopijo težave, se analiza ponovi, pri čemer se 50 ml 3 M klorovodikove kisline nadomesti s 50 ml 20-odstotne trikloroocetne kisline, filter pa se spere s toplo raztopino 1-odstotne trikloroocetne kisline). Filter, ki vsebuje ostanek, se prenese v žarilni lonček, posuši in upepeli pri 550 – 700 °C. Pepel se prenese v 250 do 400 mililitrsko čašo s 75 ml 3 M klorovodikove kisline; nadaljuje se, kakor je opisano v Metodi A.

Razlike od Uredbe 152/2009 so za določanje netopnega pepela po standardu ISO 5985 naslednje:

Postopek A:

... se posuši v tariranem žarilnem lončku, ki se je prej žaril vsa 30 min na 550 °C in je stehtan na 0,0001 g. Posuši lonček s filtrom 2 uri v sušilniku pri 103 °C, potem žari 30 min v žarilni peči pri 550 °C ...Ohladi v eksi...

Postopek B: ni razlik, razen že omenjenih pri postopku A

Tabela 7: Uporabljene metode za določanje pepela, netopnega v HCl

Lab.	Referenca	zatehta [g]	T _{prvega sežiga} [°C]	kislina za raztapljanje, c	V _{kisline} [ml]	t _{sušenja} [h]	T _{žarenja} [°C]	t _{žarenja} [h]
1	Uredba	5	550	HCl 37 %	25	čez noč	550	0,5
5	ISO 5985	5	550	HCl 3 M	75	2 h / 103 °C	550	2
6	Uredba	5	520	HCl 10 %	75	12	520	8
11	ISO 5985	3	550	HCl 3 M	75	2 h / 103 °C	550	0,5
13		3	530	HCl 25 %	5	3	530	8

Podatke o metodi za določanje v klorovodikovi kislini netopnega pepela je oddalo samo 5 laboratorijev od sedmih, ki so oddali rezultate. Večina laboratorijev uporablja Uredbo ali standard ISO 5985, ki se med seboj bistveno ne razlikujeta. Kljub temu se med seboj precej razlikujejo koncentracije klorovodikove kisline za raztapljanje in temperatura in čas žarenja.

6.6. Metoda za določanje surovih maščob

Za določanje v surovih maščob Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Postopek A: Ta metoda se uporablja za krmo rastlinskega izvora, razen tiste, ki je zajeta v področju uporabe postopka B (celokupne maščobe)

5 g vzorca se natehta na 1 mg natančno, prenese v kartušo za ekstrakcijo (4.2) in pokrije s čepkom iz vate, ki ne vsebuje maščobe. Kartuša se postavi v ekstraktor (4.1) in šest ur ekstrahira s petroletrom (3.1). Ekstrakt petroletra se zbere v suho stehtano bučko, v kateri so delci plovca (1). Topilo se oddestilira. Ostanek se osuši tako, da se bučka za uro in pol postavi v sušilnik (4.3). Pusti se, da se ohladi v eksikatorju, in stehta. Ponovno se suši 30 minut, da se zagotovi ohranitev konstantne mase olj in maščob (izguba mase med dvema zaporednima tehtanjema ne sme presegati 1 mg).

Tabela 8: Uporabljene metode za določanje surovih maščob

Lab.	Referenca	zatehta [g]	ekstrakcijsko topilo	čas ekstrakcije [h]
1	Uredba 152/2009	5	petroleter	2
2	Soxhlet	~ 5	petroleter	6
4		cca. 3	dietileter	4
5	Uredba 152/2009	3 do 5	petroleter 40 – 60 °C	4
6	Uredba 152/2009	3 do 5	petroleter 40 – 60 °C	1,75
7	HRN ISO 6492:2001	~3	dietileter	4
8		450	tetrakloroetilen	5 min
9	KVANTITATIVNO	~4-6	petroleter 40-60 °C	cca.6-8
11	ISO 11085-SoxTec	0.5 - 3	petroleter 40-60 °C	1,5
13	98/64 EC:1998	1 do 3	dietileter	3

V nekaterih laboratorijih še vedno uporabljajo druga ekstrakcijska topila (dietileter, tetrakloroetilen), šest laboratorijev (42,9 %) pa uporablja petroleter z vreliščem med 40 in 60 °C. Glede na to, da je količina raztopljene maščobe zelo odvisna od uporabljenega topila, pri čemer metoda za uradno kontrolo uporablja petroleter, so lahko razlike v količini maščobe v vzorcu precejšnje, kadar se uporablja drugo topilo. Zatehte so precej podobne, precej pa se razlikujejo časi ekstrakcij. V Uredbi je predpisana tudi aparatura za ekstrakcijo, ki naj (če je narejena po Soxhletu) bi zagotavljala vsaj 10 sifoniranj na uro. V laboratorijih bi bilo priporočljivo preveriti ta parameter.

6.7. Metoda za določanje celokupnih maščob (s hidrolizo)

Za določanje v surovih maščob s hidrolizo Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Postopek B: Ta metoda se uporablja za krmo živalskega izvora in za vse krmne mešanice. Uporablja se za vso krmo, iz katere ni mogoče povsem ekstrahirati olj in maščob brez predhodne hidrolize (npr. gluteni, kvas, krompirjeve beljakovine in izdelki, pri katerih se izvaja izrivanje, kosmičenje in segrevanje).

2,5 g vzorca se natehta na 1 mg natančno, prenese v 400-mililitrsko čašo ali 300-mililitrsko erlenmajerico in ter doda 100 ml 3 M klorovodikove kisline in delci plovca. Čaša se pokrije z urnim steklom ali pa se erlenmajerica spoji s kondenzatorjem povratnega toka. Pri nizkem plamenu ali na električnem kuhalniku se mešanica počasi zavre in se pusti rahlo vreti eno uro. Paziti je treba, da se vzorec ne oprijema sten posode.

Ohladi se in doda toliko filtracijskega sredstva, da med filtracijo ne pride do izgub olja in maščob. Filtrira se skozi navlažen, dvojni filtrirni papir, ki ne vsebuje maščob. Ostanek se spere s hladno vodo, dokler filtrat ni nevtralen. Prepričati se je treba, da filtrat ne vsebuje nobenih olj ali maščob. Njihova prisotnost pomeni, da se mora vzorec pred hidrolizo ekstrahirati s petroletrom po postopku A.

Tabela 9: Uporabljene metode za določanje celokupnih maščob v vzorcu

Lab.	Referenca	zatehta [g]	C _{kislina}	V _{kislina} [mL]	t _{hidrolize} [mL]	ekstrakcijsko topilo	t _{ekstrakcije} [h]
1	Uredba 152/2009 (modif.)	3	HCl 6 M	80	1	petroleter	2
4	Kromatografska metoda po Caviezzelu		Umiljenje s KOH		0,75	butanol	0,75
5	Uredba 152/2009	3 do 5	HCl 3 M	80	1		4
6	reg.EC152/2009Ann.III/H	3 do 5	HCl 6 M	800/3 vzorce	1	petroleter	3
7	HRN ISO 6492:2001						
9	KVANTITATIVNO	~4-6	4 M HCl	100	2-3	petroleter	3
10		1,32-2,51	4 M	100	0,5	petroleter	~1,5
11	SoxCap+SoxTec	0.5 - 3	4 M HCl	900	1	petroleter	1,5
13		0,5 do 1,0	31 %	67,7	0,33	dietileter	3

Večina laboratorijev (8, 57,1 %) uporablja za določanje celokupnih maščob gravimetrično metodo, en laboratorij pa kromatografsko metodo. Trije laboratoriji (21,4 %) uporabljajo metodo v skladu z Uredbo. Koncentracije klorovodikove kisline, ki se uporablja za hidrolizo, se med seboj precej razlikuje, prav tako njen volumen, čas hidrolize in čas ekstrakcije.

6.8. Metoda za določanje surove vlaknine

Za določanje v surove vlaknine Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Ta metoda omogoča določanje nemastnih organskih snovi v krmi, ki so netopne v kislih in baznih medijih ter so po navadi poimenovane surova vlakna. Vzorec se po potrebi razmasti in zaporedno obdelava s specifičnimi koncentracijami vrelih raztopin žveplove kisline in kalijevega hidroksida. Ostanek se loči s filtracijo skozi filter iz sintranega stekla, spere, posuši, stehta in upepeli pri 475 – 500 °C. Izguba teže pri upepeljevanju ustreza vsebnosti surovih vlaken v preskusnem vzorcu.

1 g pripravljenega vzorca se natehta na 1 mg natančno in prenese v lonček, čemur se doda 1 g filtrirnega sredstva (Celit 545 ali podobno). Najprej se povežeta enota za segrevanje in filtrirni lonček, nato pa valj in lonček. V povezana valj in lonček se nalije 150 ml vrele 0,31 M žveplove kisline in po potrebi nekaj kapljic sredstva proti penjenju (n-oktanol). Tekočina se zavre v 5 ± 2 minutah ter pusti močno vreti natančno 30 minut. Odpre se zamašek na odtočni cevi, žveplove kislina se pod vakuumom filtrira skozi filtrirni lonček, ostanek pa se trikrat spere s po 30 ml vrele vode, da je filtrirni ostanek po vsakem spiranju suh. Odtočni zamašek se zapre, v povezana valj in lonček se nalije 150 ml vrele raztopine 0,23 M kalijevega hidroksida, nato pa se doda nekaj kapljic sredstva proti penjenju. Tekočina naj zavre v 5 ± 2 minutah ter pusti močno vreti natančno 30 minut. To se filtrira, postopek spiranja pa se ponovi, kakor je bil uporabljen za žveplove kislino. Po končnem spiranju in sušenju se lonček z vsebino odklopi in priklopi na enoto za hladno ekstrakcijo. Ostanek v lončku se pod vakuumom trikrat spere s po 25 ml acetona, da je filtrirni ostanek po vsakem spiranju suh. Lonček se suši v sušilniku pri 130 °C do konstantne teže. Po vsakem sušenju se ohladi v eksikatorju in hitro stehta. Lonček se postavi v žarilno peč in pri 475 – 500 °C žari najmanj 30 minut do konstantne teže (izguba teže med dvema zaporednima tehtanjema ne sme presegati 2 mg). Po vsakem segrevanju in pred merjenjem se lonček najprej ohladi v peči, nato pa še v eksikatorju. Slep preskus se izvede brez vzorca. Izguba teže pri žarjenju ne sme presegati 4 mg.

Tabela 10: Uporabljene metode za določanje surovih vlaknin

Lab.	Referenca	razmastitev mastnih vzorcev	zatehta [g]	način filtracije	kislina, c, t	spiranje do nevtralnega pH d/n	lug, c, t	spiranje	T _{sušenja} [°C]	t _{sušenja} [h]	T _{žarenja} [°C]	žarenje, čas [h]
1	Uredba 152/2009	d	1	steklen filtrirni lonček	H ₂ SO ₄ 0,13 M sveža	d	KOH 0,23 M sveža	d	130	čez noč	500	0,75
4		n	cca. 3	Fibercap	H ₂ SO ₄ 1,25 % 30min	d	KOH 1,25 % 30 min	d	130	2	850	0,5
5	Uredba 152/2009	da, če sm>10%	1	Fibercap	H ₂ SO ₄ 0,13 M	d	KOH 0,23 M	d	130	2	580	2
6	Uredba 152/2009	d	3	Celit	1,25 % H ₂ SO ₄ ,30min	d	1,25%KOH, 30min	d	103	12	520	8
7	HRN ISO 6865:2004											
8		ne	1 ali 3		H ₂ SO ₄ – 1 %, 0,5h		KOH-28 %- 1/2 ure	aceton	104- 106	4	560	4
11	FiberCap	da, če sm>10%	0.5 – 3	FiberCap	H ₂ SO ₄ ; 1,25 %; 30min	d -3x, pH ne merimo	NaOH; 1,25%; 30min	spiranje da - 3x, pH ne merimo	130	2	600	2
13	SIST ISO 6865:2001	n	3,0000	filtr.lonček z Al-oksidom	0,14744 M H ₂ SO ₄ , 30 min	500 ml H ₂ O	0,2228 mol/l KOH, 30 min	500 ml H ₂ O, 100 ml aceton, 100 ml dietileter	130	2	850 st C	0,5

Trije laboratoriji (28,6 %) uporabljajo metodo v skladu z Uredbo, dva laboratorija (21,4 %) pa metodo v skladu z ISO standardom 6865. Koncentracije uporabljene kisline in luga se nekoliko razlikujejo, prav tako temperature in časi žarenja in sušenja. Štirje laboratoriji v primeru razmastitve vzorca rezultate preračunajo na originalni vzorec, dva laboratorija pa tega ne naredita.

6.9. Metoda za določanje fosforja

Za določanje fosforja Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Vzorec se mineralizira s suhim sežigom (pri organski krmi) ali z raztapljanjem s kislino (pri mineralnih mešanicah in tekoči krmi) ter prenese v kislno raztopino. Raztopini se doda molibdovanadatni reagent. Optična gostota rumene raztopine, ki pri tem nastane, se meri s spektrofotometrom pri 430 nm.

Standardni postopek za vzorce, ki vsebujejo organske snovi in ne vsebujejo kalcijevih in magnezijevih dihidrogen fosfatov:

V žarilni lonček se natehta približno 2,5 g vzorca na 1 mg natančno. Doda se 1 g kalcijevega karbonata in meša, da se snovi popolnoma premešata. Žari se v pečici pri 550 °C, da nastane bel ali siv pepel (majhna količina oglja ni problematična). Pepel se prenese v 250 mL čašo. Doda se 20 ml vode, nato pa se dodaja 6M klorovodikova kislina, dokler ne prenehajo izhajati mehurčki. Doda se nadaljnjih 10 ml klorovodikove kisline. Čaša se postavi na pečeno kopel in pusti uparevati do suhega, da kremen postane netopen. Ostanek se raztopi v 10 ml dušikove kisline in se na peščeni kopeli ali vroči plošči pusti vreti 5 minut, raztopina pa ne sme upariti v celoti. Tekočina se prelije v 500 mL merilno bučko, čaša pa se večkrat spere z vročo vodo. Pusti se, da se ohladi, dopolni se z vodo do oznake, homogenizira in filtrira.

Alikvot filtrata se razredči do koncentracije fosforja največ 40 µg/ml. 10 ml te raztopine se prenese v epruveto in doda 10 ml molibdovanadatnega reagenta. Homogenizira se in pusti stati najmanj 10 minut pri 20 °C. Izmeri se optična gostota s spektrofotometrom pri 430 nm raztopine, ki se dobi z dodajanjem 10 ml molibdovanadatnega reagenta v 10 ml vode. Kalibracijska raztopina se pripravi v območju 5 – 40 µg/ml fosforja.

Razlike med Uredbo 152/2009 in ISO 6491 praktično ni.

Tabela 11: Uporabljene metode za določanje fosforja

Lab.	Referenca	zatehta [g]	razklop	analizna tehnika	barvni reagent	valovna dolžina
1	interna metoda	0,5	mikrovalovni	ICP MS	-	
4		cca. 3	pepel + HCl	HCl 25 %	spektrometrija	430 nm
5	ISO 6491:1998 MOD.	3	pepel, 550 ± 15 °C	spektrofotometrija	amonijev monovanadat/	430 nm
6	AOAC Official	4	mokri	spektrofotometrija	amon vanadijev	425 nm
7	interna metoda - AAS					
11	ISO 6941	3	klas. kuhanje	spektrofotometrija	molibdo-vanadat	430 nm
12	raztopina pepela	1-2	kislinski	spektrofotometrija	MV -reagent	406,0
13	ISO6491:1999,mod.	3,0000	pepel	spektrofotometrija	amonvanadat	440 nm

Laboratoriji za analizo fosforja uporabljajo tako suhi, kot mokri razklop. Vsi laboratoriji razen enega, ki uporablja ICP-MS, uporabljajo MV reagent. Absorbance merijo pri podobnih valovnih dolžinah (425 – 440 nm), razen enega laboratorija, ki meri absorbanco pri 406 nm.

6.10. Metode za določanje makro in mikro elementov

Za določanje v železa, bakra, mangana in cinka v sledovih Uredba 152/2009 predpisuje naslednje:

Po razkroju morebitnih organskih snovi se vzorec raztopi v klorovodikovi kislini. Po primernem razredčenju se z atomsko absorpcijsko spektrometrijo določijo železo, baker, mangan in cink. Meje določanja so 20mg/kg za železo, 10 mg/kg za baker, 20 mg/kg za mangan in 20 mg/kg za cink.

Po razkroju morebitnih organskih snovi se vzorec raztopi v klorovodikovi kislini. Po primernem razredčenju se z atomsko absorpcijsko spektrometrijo določijo železo, baker, mangan in cink.

Upepeljevanje in priprava raztopine za analizo

10 g vzorca se natehta na 0,2 mg natančno in prenese v žarilni lonček iz kvarca ali platine, osuši v sušilniku pri 105°C in postavi v hladno žarilno peč. Peč se zapre, temperatura pa se približno 90 minut postopoma viša na 450 – 475 °C. Ta temperatura se ohranja 4 – 16 ur (npr. čez noč), da se odstranijo zoglenele snovi, nato pa se peč odpre in ohladi. Pepel se navlaži z vodo in prenese v 250-mililitrsko čašo. Lonček se spere s skupaj približno 5 ml klorovodikove kisline , vsebina pa se počasi in previdno prenese v čašo (lahko pride do burne reakcije zaradi nastanka CO₂). Po kapljicah se dodaja klorovodikova kislina, meša pa se, dokler penjenje ne poneha. Upareva se do suhega, pri čemer se občasno premeša s stekleno palčko. Nato se ostanku doda 15 ml klorovodikove kisline 6 mol/l in približno 120 ml vode. Premeša se s stekleno paličico, ki se pusti v čaši, čaša pa se pokrije z urnim steklom. Počasi se segreva do vretja in pusti vreti do popolne raztopitve pepela. Skozi filter, ki ne vsebuje pepela, se filtrira v 250-mililitrsko merilno bučko. Čaša in filter se spereta s 5 ml vroče klorovodikove kisline 6 mol/l in dvakrat z vrelo vodo. Merilna bučka se napolni z vodo do oznake (koncentracija HCl približno 0,5 mol/l). Če je ostanek na filtru videti črn (ogljik), se ponovno postavi v peč in upepeli pri 450–475°C. Ta upepelitev, ki zahteva le nekaj ur (približno 3 – 5 ur), je končana, ko je pepel videti bel ali skoraj bel. Ostanek se raztopi s približno 2 ml klorovodikove kisline, upari do suhega in doda 5 ml klorovodikove kisline 6 mol/l. Segreje se, raztopina se filtrira v merilno bučko in dopolni z vodo do oznake (koncentracija HCl približno 0,5 mol/l). Nato se ostanku doda 15 ml klorovodikove kisline 6 mol/l (3.2) in približno 120 ml vode. Premeša se s stekleno paličico, ki se pusti v čaši, čaša pa se pokrije z urnim steklom. Počasi se segreva do vretja in pusti vreti do popolne raztopitve pepela. Skozi filter, ki ne vsebuje pepela, se filtrira v 250 mL merilno bučko. Čaša in filter se spereta s 5 ml vroče klorovodikove kisline 6 mol/l in dvakrat z vrelo vodo. Merilna bučka se napolni z vodo do oznake (koncentracija HCl približno 0,5 mol/l).

Določanje s spektrofotometrijo

Priprava raztopin za umerjanje

Za vsak element, ki se določa, se iz standardnih delovnih raztopin pripravi serija raztopin za umerjanje, pri čemer je koncentracija HCl v vsaki približno 0,5 mol/l (in (pri železu, manganu in cinku) koncentracija lantanovega klorida, ki ustreza 0,1 % La (m/v)).

Izbrane koncentracije elementov v sledovih morajo ustrezati območju občutljivosti uporabljenega spektrofotometra.

Za določanje bakra se lahko raztopina, pripravljena v skladu s točko 5.1.1, po navadi uporabi neposredno.

Če je treba koncentracijo prilagoditi območju umeritve, se ustrezen alikvot odpipetira v 100-mililitrsko merilno bučko in dopolni s klorovodikovo kislino 0,5 mol/l do oznake.

Za določanje železa, mangana in cinka se odpipetira ustrezen alikvot raztopine, pripravljene v skladu s točko 5.1.1, v 100-mililitrsko merilno bučko, doda se 10 ml raztopine lantanovega klorida in dopolni do oznake s klorovodikovo kislino 0,5 mol/l.

Atomska absorpcija raztopin za umerjanje in raztopine, ki se analizira, se izmeri z uporabo oksidnega plamena zrak-acetilen pri naslednjih valovnih dolžinah:

Fe: 248,3 nm

Cu: 324,8 nm

Mn: 279,5 nm

Zn: 213,8 nm

Standard ISO 6869:2000 opisuje določanje Ca, Cu, Fe, Mg, Mn K, Na in Zn z absorpcijsko spektrometrijo.

Princip: Vzorec se raztopi v klorovodikovi kislini po žarenju v peči pri 550 +/- 15 °C. Prisotne silikate se odstrani z obarjanjem in filtracijo. Preostanek se raztopi v klorovodikovi kislini in razredči na zelen volumen in vsrka v plamen zrak-acetilen atomskega absorpcijskega spektrometra. Absorbanco vsakega elementa se meri s primerjavo z absorbanco kalibracijskih raztopin za isti element.

Zatehtaj 1 do 5 g vzorca na 1 mg natančno v sežigno posodo. Segrevaj na vroči plošči ali nad plinskim gorilnikom, dokler se vzorec popolnoma ne karbonizira. Prenesi posodo v žarilno peč, ki je že segreti na temperaturo 550° C 15 min. Žari 3 ure pri tej temperaturi. Ohladi vzorec, ga navlaži z 2 ml vode. Če je prisotnih velik ogljikovih delcev, posuši posodo na vodni kopeli. Žari še 2 h v žarilni peči pri 550°C. Pusti, da se ohladi in dodaj 2 ml vode.

Med mešanjem dodaj 10 mL 6 M klorovodikove kisline, najprej po kapljicah, dokler ne prenehajo izhajati mehurčki, potem pa hitreje zavrti lonček. Mešaj in segrevaj vsebino skoraj do suhega; pazi, da ne škropi okoli. Preostanek raztopi v 5 mL 6 M HCl in z deionizirano vodo prenesi raztopino kvantitativno v 50 mL merilno bučko. Ko se ohladi, dopolni do oznake z vodo in premešaj. Počakaj, da se delci vsedejo in filtriraj.

Atomska absorpcija raztopin za umerjanje in raztopine, ki se analizira, se izmeri z uporabo oksidnega plamena zrak-acetilen pri naslednjih valovnih dolžinah:

Fe: 248,3 nm

Cu: 324,8 nm

Mn: 279,5 nm

Zn: 213,8 nm

Ca: 422,6 nm

K: 766,5 nm

Mg: 285,2 nm

Na: 589,6 nm

Tehniko atomske absorpcijske spektrometrije je za določanje makroelementov v vzorcih uporabljalo 6 laboratorijev (42,9 %), za določanje mikroelementov pa pet laboratorijev (35,7 %).

Za določanje kalcija je en laboratorij uporabil titracijo s kompleksonom. En laboratorij je za določanje kovin uporabil tehniko z induktivno sklopljeno plazmo.

Večina laboratorijev je raztopino za merjenje pripravila iz pepela. Koncentracije kisline, v kateri je bil pepel raztopljen, se med laboratoriji razlikujejo.

Tabela 12: Uporabljene metode za določanje kovin – razklop vzorca in analizna tehnika

Lab.	Referenca	zatehta [g]	razklop	kislina	analizna tehnika
1	Interna metoda	0,5	mikrovalovni	HNO ₃ - 37 %	ICP MS
2	ISO 6869:2001	1	suhi razklop	6 M HCl	AAS
4		cca. 3	pepel + razt. HCl	HCL 25 %	Titracija Komplexon
5	ISO 6869:2000	3	pepel, 550 ± 15 °C	HCl, 6 mol/l	FAAS
6	AOAC Official methods (minerals in animal feed)	4	mokri	HCl 25 %	AAS
7	interna metoda - AAS				
8		1		10 % HCl	titracija
11	ISO 6869	3	klas. kuhanje	6 M HCl	AAS-plamen
12	raztopina pepela	1 -2	kislinski	HCl 1:1, HNO ₃ 1:1	AAS
13	ISO6869:2001	3,0000	pepel	HCl, 25 %	AAS

Tabela 13: Uporabljene valovne dolžine (AAS) za določanje kovin

Laboratorij	Ca [nm]	Mg [nm]	K [nm]	Na [nm]	Fe [nm]	Cu [nm]	Mn [nm]	Zn [nm]
2	422,7	285,2	766,5	589	248,3	324,8	279,5	213,9
5	422,7	285,2	766,5	589,0	248,3	324,8	279,5	213,9
6	422,7	285,2	766,5	589,0	248,8	324,8	279,5	213,9
11	422,7	285,2	766,5	589,0	248,3	324,8	279,5	213,9
12	422,7	285,2	769,9	589,6				
13	422,7	285,2	769,9	589,6	248,3	324,8	279,5	213,9

Vsi laboratoriji, ki so vsebnost kovin merili z AAS, so uporabljali enake valovne dolžine, kar je pričakovano.

Sklep

Laboratoriji za analize uporabljajo metode, ki so opisane v Uredbi 152/2009 ali v različnih ISO standardih. Do razhajanja pri rezultati lahko pride, ker ne upoštevajo točno navodil. Večinoma so spremembe majhne, v nekaterih primerih pa lahko pomenijo pomembno razliko, ki se pokaže tudi pri rezultatih.

7. STATISTIČNA OBDELAVA REZULTATOV

Rezultate smo zbrali v Excel preglednici in jih statistično obdelali. Najprej smo:

- izločili ubežnike z Grubbsovim testom
<https://graphpad.com/quickcalcs/Grubbs1.cfm>

Iz preostalih rezultatov smo izračunali

- Povprečje
- Korigirano povprečje
- Mediano
- Standardni odmik
- Ciljni standardni odmik – 2s brez ubežnikov
- Minimum
- Maksimum
- BIPEA odmik – Kmetijski inštitut od leta 2002 sodeluje v francoski medlaboratorijski primerjalni shemi za krmo, v okviru katere prejmemo vsako leto okrog 20 vzorcev, ki so nezmleti. Kot zanimivost smo v grafe dodali tudi dovoljene meje za podoben vzorec pri BIPEA, iz česar lahko laboratoriji sklepajo na to, ali bi pri sodelovanju v shemi oddali primerne vrednosti.
- z vrednost - $z_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s}$ pri čemer je s standardni odklon vseh ustreznih rezultatov, x_i določena vrednost in $\bar{x}$ povprečna vrednost vseh ustreznih rezultatov
 - $|z| \leq 2$ dober rezultat
 - $2 < |z| < 3$ vprašljiv rezultat, rumeno obarvan
 - $|z| > 3$ nesprejemljiv rezultat, rdeče obarvan

8. REZULTATI

Skupaj so laboratoriji oddali 646 rezultatov. Najpogostejše so bile analize suhe snovi (SS), surovih beljakovin (SB) in surovega pepela (SP), sledijo analize kalcija (47), skupnih maščob (ΣM), fosforja (P), surovih olj in maščob (SM), surove vlaknine (SV), magnezija (Mg), natrija (Na), kalija (K), cinka (Zn), mangana (Mn), bakra (32), železa (Fe) in pepela, netopnega v HCl (NP). Samo po en laboratorij je oddal rezultate za vsebnost škroba in vodotopnega klorida, preračunanega na NaCl. (Tabela 14).

Tabela 14: Število opravljenih analiz

Parameter	Št. analiz.	Parameter	Št. analiz.
SS	56	Na	36
SB	56	K	32
SP	56	Zn	32
Ca	47	Mn	32
ΣM	44	Cu	32
P	44	Fe	28
SM	40	NP	27
SV	40	škrob	4
Mg	36	NaCl iz Cl	4

Za splošno vrednotenje rezultatov smo uporabili povprečja absolutnih z vrednosti (brez ubežnikov), ki kažejo, kolikšen je bil povprečen odmik od povprečnih vrednosti.

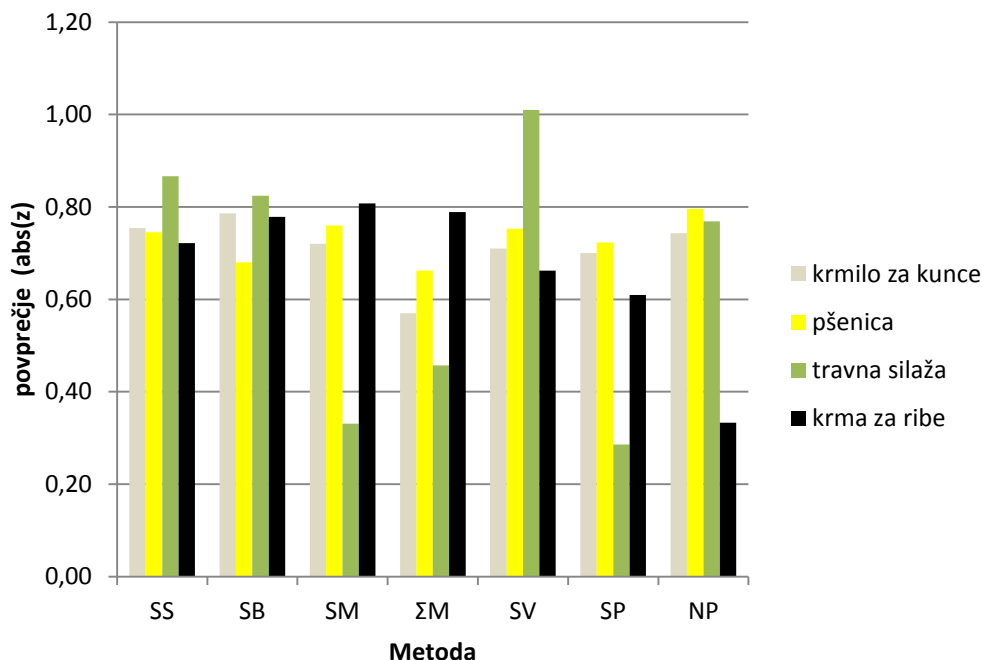
Povprečne absolutne z vrednosti so bile pri kakovostnih parametrih za vse štiri analizirane vzorce zelo podobne (Tabela 15). Najmanjši odmik je bil pri analizah surovega pepela, največji pa pri analizah surove vlaknine.

Tabela 15: Povprečja absolutnih z vrednosti pri analizah kakovostnih parametrov

	SS	SB	SM	ΣM	SV	SP	NP	Povprečje
krmilo za kunce	0,75	0,79	0,72	0,57	0,71	0,70	0,74	0,71
pšenica	0,75	0,68	0,76	0,66	0,75	0,72	0,80	0,73
travna silaža	0,87	0,82	0,33	0,46	1,01	0,29	0,77	0,65
krma za ribe	0,72	0,78	0,81	0,79	0,66	0,61	0,33	0,67
Povprečje	0,77	0,77	0,65	0,62	0,78	0,58	0,66	

Povprečne absolutne z vrednosti so znotraj posamezne vrste analize zelo podobne, izstopajo samo surova maščoba v travni silaži (↓), surova vlaknina v travni silaži (↑), surovi pepel v travni silaži (↓) in netopni pepel v ribji hrani (↓) (Slika 6).

Slika 6: Povprečne absolutne z vrednosti pri določanju kakovostnih parametrov



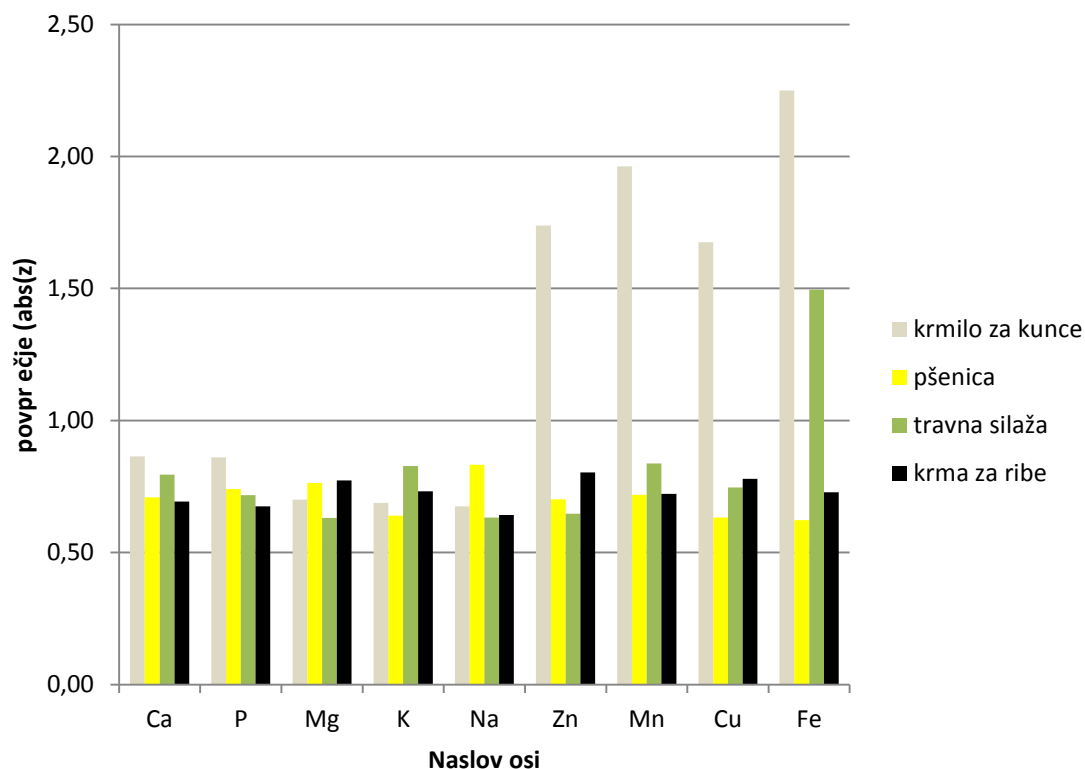
Povprečne absolutne z vrednosti so bile pri elementih za vse štiri analizirane vzorce precej raznolike (Tabela 16). Najmanjši odmik je bil pri analizah natrija, največji pa pri analizah surove železa.

Tabela 16: Povprečja absolutnih z vrednosti pri analizah elementov

	Ca	P	Mg	K	Na	Zn	Mn	Cu	Fe	Povprečje
krmilo za kunce	0,86	0,86	0,70	0,69	0,68	1,74	1,96	1,68	2,25	1,27
pšenica	0,71	0,74	0,76	0,64	0,83	0,70	0,72	0,63	0,62	0,71
travna silaža	0,80	0,72	0,63	0,83	0,63	0,65	0,84	0,75	1,50	0,81
krma za ribe	0,69	0,67	0,77	0,73	0,64	0,80	0,72	0,78	0,73	0,73
Povprečje	0,77	0,75	0,72	0,72	0,70	0,97	1,06	0,96	1,27	

Povprečja absolutnih z vrednosti so znotraj posamezne vrste analize zelo podobna, izstopajo samo cink (↑), mangan (↑), baker (↑) in železo (↑) v krmilu za kunce in železo v travni silaži (↑). (Slika 7).

Slika 7: Povprečne absolutne vrednosti pri določanju elementov



Sledijo tabele z rezultati. Vsak od laboratorijev je prejel svojo številko, ki ni nikakor povezana s seznamom sodelujočih laboratorijev na strani 8. Na ta način je laboratorijem zagotovljena anonimnost.

Za vsak vzorec so posebej predstavljeni rezultati za kakovostne parametre in posebej za elemente. Rezultati brez ubežnikov (če ti zelo odstopajo) so predstavljeni v prvem grafikonu, v katerem so vrednosti parametrov v izmerjenih enotah. Z namenom, da se vidi tudi dejansko odstopanje ubežnikov, so le-ti prikazani v grafu z vrednosti.

8.1. Krmilo za kunce

8.1.1. Krmilo za kunce - Rezultati analiz kakovostnih parametrov

Tabela 17: Krmilo za kunce – parametri kakovosti, rezultati

Laboratorij	SS [g/kg]	SB [g/kg]	SM [g/kg]	ΣM [g/kg]	SV [g/kg]	SP [g/kg]	NP [g/kg]	Škrob [g/kg]	NaCl [g/kg]
1	928	174	47	44	184	84	9,0	185	
2	934	166	42			84			
3	931	165		44	215	88	7,6		
4	926	172	42	46	169	85			7,5
5	928	168	45	46	168	84	10,0		
6	930	169	43	44	178	81	9,1		
7	930	173	46	207	144	84	9,6		
8	929	171	39		187	82			
9	928	174	44	45		87			
10	949	171		34		77			
11	929	171	43	43	165	86	10,4		
12	928	174				87			
13	928	173	51	46	174	85	10,1		
14	927	169	0	47	150	85			
število podatkov	14	14	10	11	10	14	7		
povprečje	929,8	170,6	44,2	58,7	173,3	84,2	9,40		
korigirano povprečje	928,8	170,6	44,2	45,0	173,3	84,1	9,40		
mediana	928,7	171,1	43,7	44,8	171,3	84,3	9,60		
standardni odmik	2,0	2,9	3,4	3,8	20,0	2,9	0,95		
relativni standardni odmik	0,2	1,7	7,7	8,4	11,5	3,4	10,15		
min	925,8	165,0	39,0	33,8	143,6	77,2	7,58		
max	948,5	174,0	51,1	207,3	215,0	88,2	10,40		
x - 3s	922,8	161,8	34,0	33,7	113,4	75,5	6,53		
x - 2s	924,8	164,7	37,4	37,4	133,4	78,4	7,49		
x + 2s	932,8	176,4	51,0	52,5	213,2	89,8	11,30		
x + 3s	934,8	179,3	54,3	56,2	233,2	92,7	12,26		
odmik BIPEA	6	5	6	10	5	4	4		
toleranca - 2s	4,0	5,8	6,8	7,5	39,9	5,7	1,9		

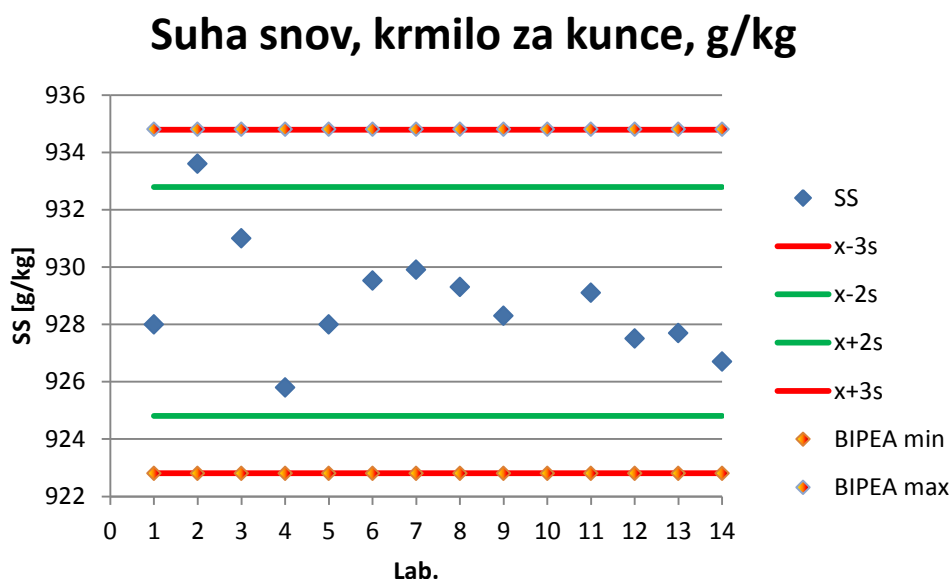
Tabela 18: Krma za kunce – parametri kakovosti, z vrednosti

z vrednosti							
Laboratorij	SS	SB	SM	ΣM	SV	SP	NP
1	-0,4	1,2	0,9	-0,4	0,5	-0,2	-0,4
2	2,4	-1,7	-0,8			-0,1	
3	1,1	-1,9		-0,2	2,1	1,4	-1,9
4	-1,5	0,4	-0,6	0,2	-0,2	0,2	
5	-0,4	-0,9	0,2	0,3	-0,3	0,0	0,6
6	0,4	-0,4	-0,4	-0,1	0,2	-1,2	-0,3
7	0,6	0,8	0,4	43,2	-1,5	-0,1	0,2
8	0,2	0,2	-1,5		0,7	-0,9	
9	-0,3	1,0	0,1	0,0		1,0	
10	9,9	0,0		-3,0		-2,4	
11	0,1	0,1	-0,4	-0,7	-0,4	0,7	1,1
12	-0,7	1,0				1,0	
13	-0,6	0,8	2,0	0,4	0,0	0,1	0,7
14	-1,1	-0,6		0,4	-1,2	0,5	

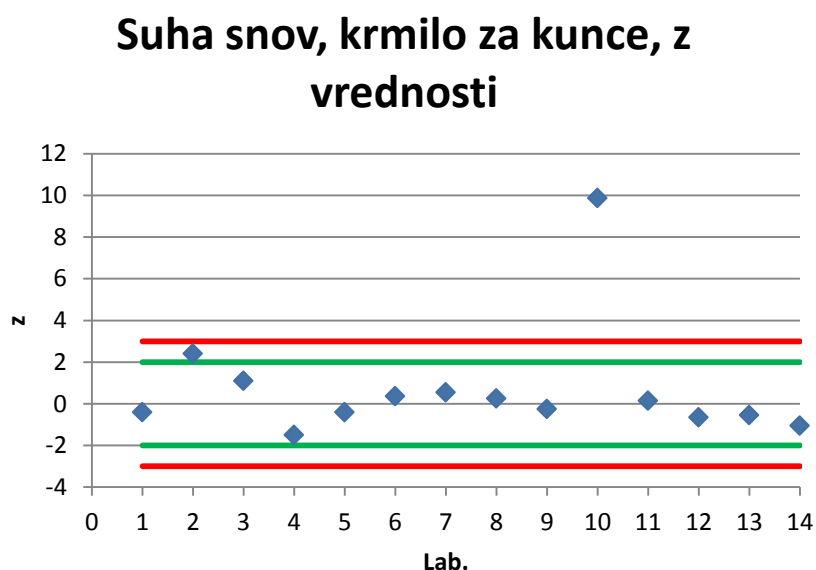
Pri analizi kakovosti v vzorcu krmila za kunce smo izločili samo dva ubežnika. Analize vseh laboratorijev na vsebnost surovih beljakovin in pepela, netopnega v HCl so bile znotraj tolerančnih mej. Pri analizah surove vlaknine, surovih maščob in surovega pepela je imel po en laboratorij vprašljiv rezultat.

Slika 8: Krmilo za kunce – suha snov

Lab.	SS [g/kg]
1	928
2	934
3	931
4	926
5	928
6	930
7	930
8	929
9	928
10	949
11	929
12	928
13	928
14	927



Lab.	z
1	-0,40
2	2,40
3	1,10
4	-1,50
5	-0,40
6	0,36
7	0,55
8	0,25
9	-0,25
10	9,87
11	0,15
12	-0,65
13	-0,55
14	-1,05



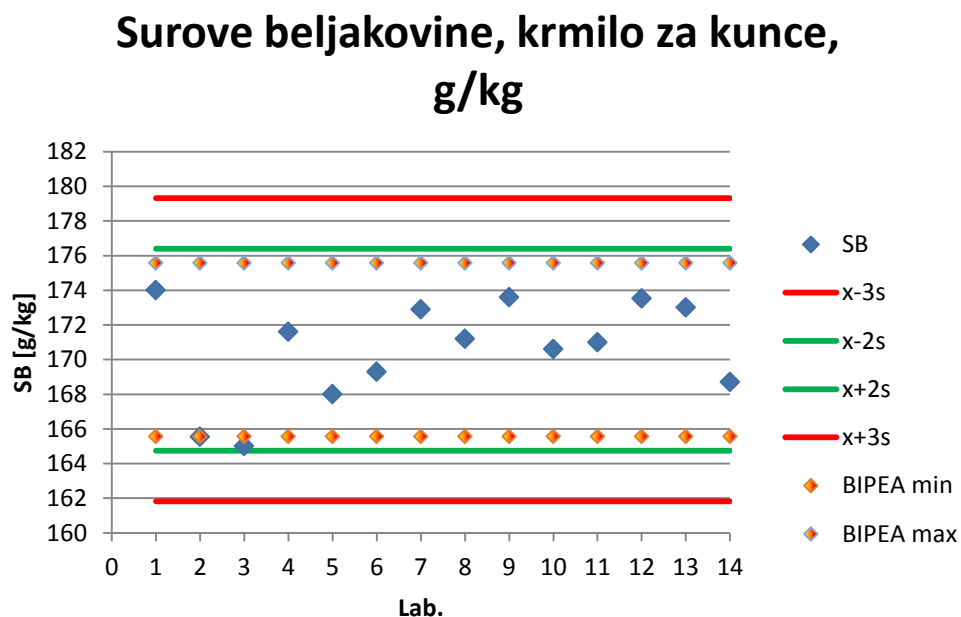
Pri določanje suhe snovi v vzorcu krmila za kunce smo zaznali ubežnika in vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 10 so določali suho snov s sušenjem pri 105 °C 4 – 5 ur, medtem ko je po Uredbi 152/2009 predvideno sušenje 4 ure pri 103 °C. Prevelik rezultat lahko posledica daljšega sušenja pri višji temperaturi.

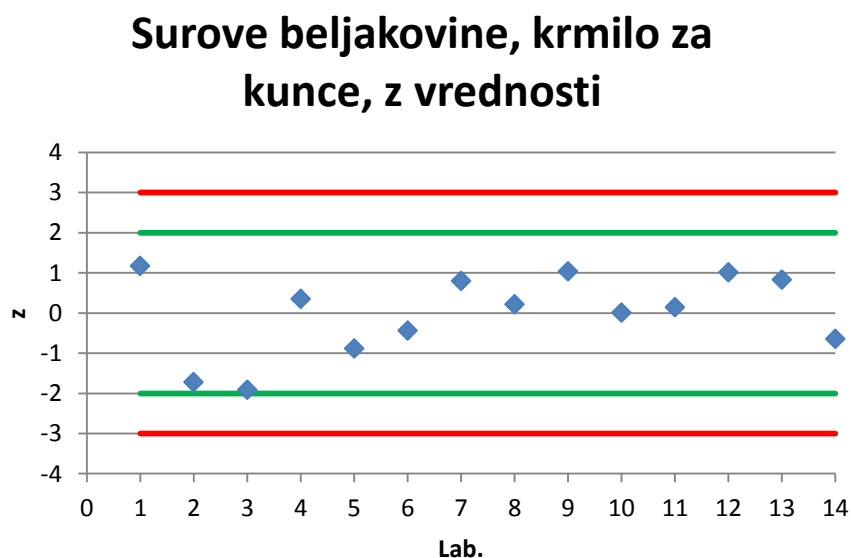
Rezultati laboratorija 2 nekoliko odstopajo, čeprav je bila analiza narejena v skladu z Uredbo 152/2009.

Slika 9: Krmilo za kunce – surove beljakovine

Lab.	SB [g/kg]
1	174
2	166
3	165
4	172
5	168
6	169
7	173
8	171
9	174
10	171
11	171
12	174
13	173
14	169



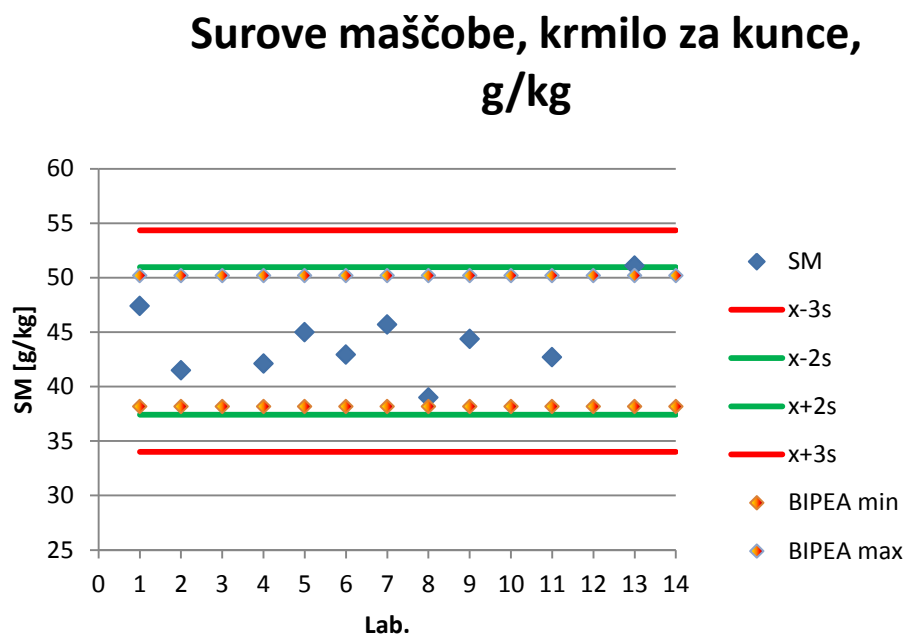
Lab.	z
1	1,18
2	-1,72
3	-1,91
4	0,35
5	-0,88
6	-0,44
7	0,80
8	0,22
9	1,04
10	0,01
11	0,15
12	1,01
13	0,83
14	-0,64



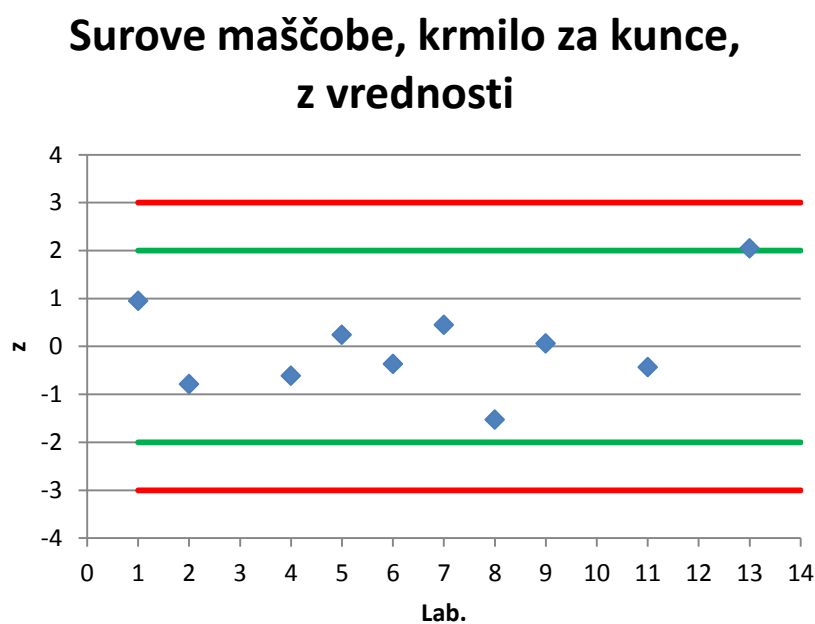
Vsi rezultati analiz surovih beljakovin v krmilu za kunce so znotraj tolerančnega območja. Če upoštevamo meje BIPEA en vzoreček malce odstopa.

Slika 10: Krmilo za kunce – surove maščobe

Lab.	SM [g/kg]
1	47
2	42
3	
4	42
5	45
6	43
7	46
8	39
9	44
10	
11	43
12	
13	51
14	



Lab.	z
1	0,95
2	-0,79
3	
4	-0,61
5	0,24
6	-0,37
7	0,45
8	-1,53
9	0,06
10	
11	-0,44
12	
13	2,04
14	

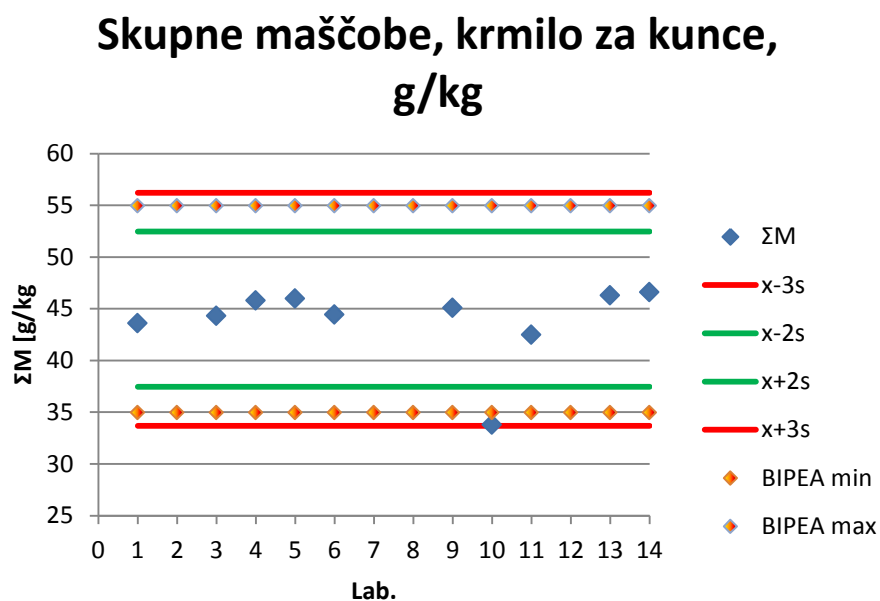


Pri določanju surovih maščob samo en vzorec malenkostno odstopa.

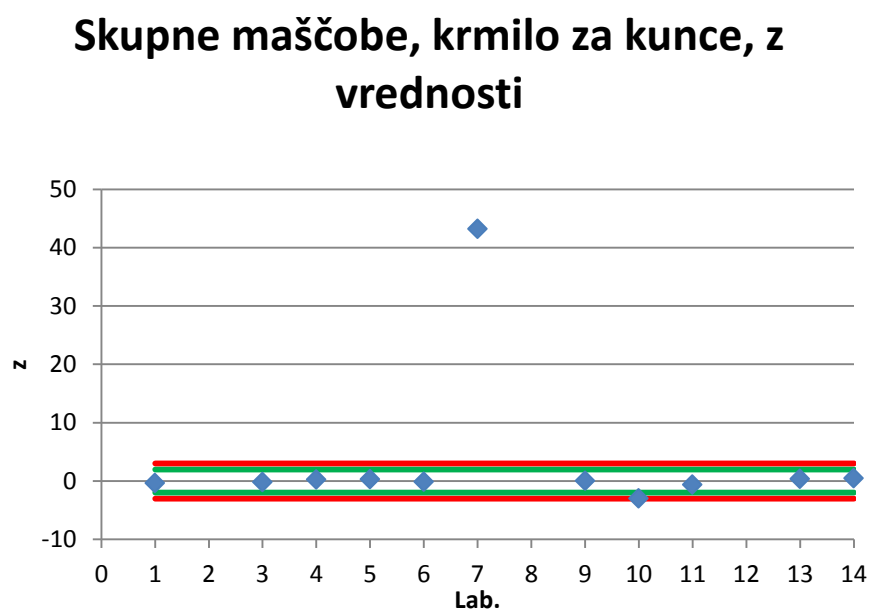
V laboratoriju 13 za ekstrakcijo uporabljajo dietil eter, ki pa ga uporabljata tudi laboratorija 4 in 7, čeprav pri njiju ni prišlo do odstopanja.

Slika 11: Krmilo za kunce – skupne maščobe

Lab.	ΣM [g/kg]
1	44
2	
3	44
4	46
5	46
6	44
7	207
8	
9	45
10	34
11	43
12	
13	46
14	47



Lab.	z
1	-0,36
2	
3	-0,18
4	0,22
5	0,28
6	-0,14
7	43,22
8	
9	0,03
10	-2,97
11	-0,65
12	
13	0,36
14	0,44



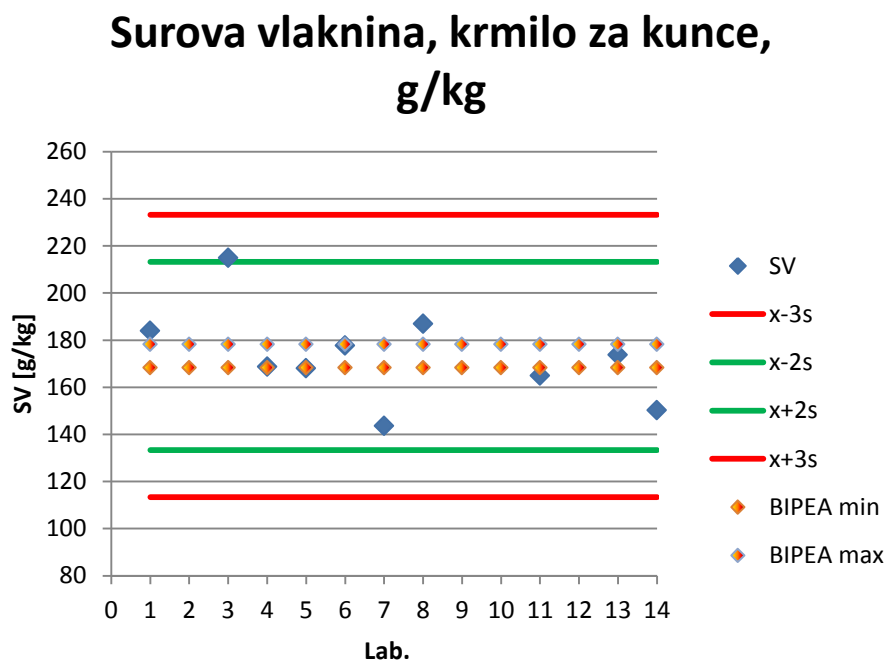
Pri določanju skupnih maščob v krmilu za kunce smo zaznali ubežnika in vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 7 so uporabljali standard ISO 6492:2001, podrobnih podatkov o metodi nimamo.

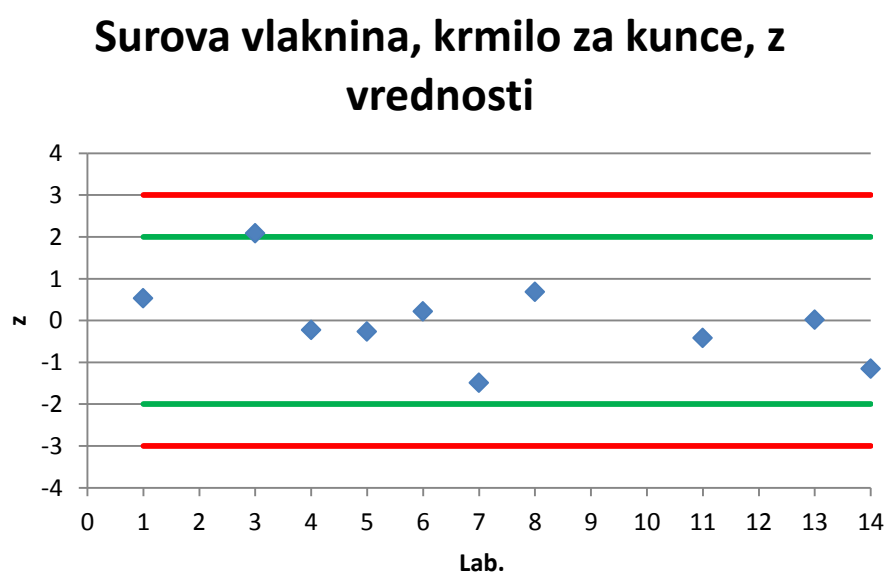
V laboratoriju 10 so uporabljali za hidrolizo 4 M HCl, ekstrahirali pa so s petroletrom.

Slika 12: Krmilo za kunce – surova vlaknina

Lab.	SV [g/kg]
1	184
2	
3	215
4	169
5	168
6	178
7	144
8	187
9	
10	
11	165
12	
13	174
14	150



Lab.	z
1	0,54
2	
3	2,09
4	-0,23
5	-0,27
6	0,22
7	-1,49
8	0,69
9	
10	
11	-0,42
12	
13	0,02
14	-1,15

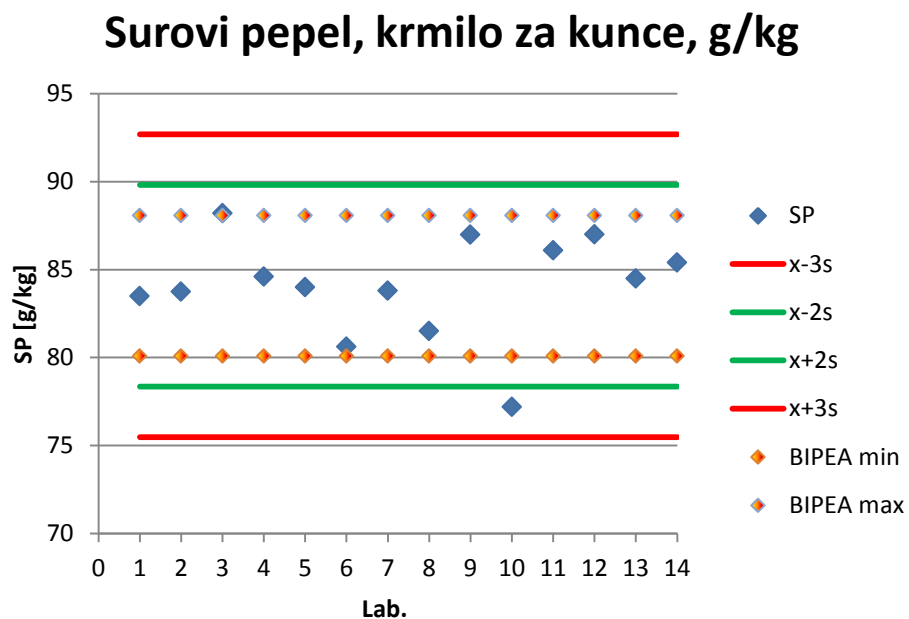


Pri določanju surove vlaknine v krmilu za kunce je bil samo en rezultat vprašljiv, pa še ta minimalno.

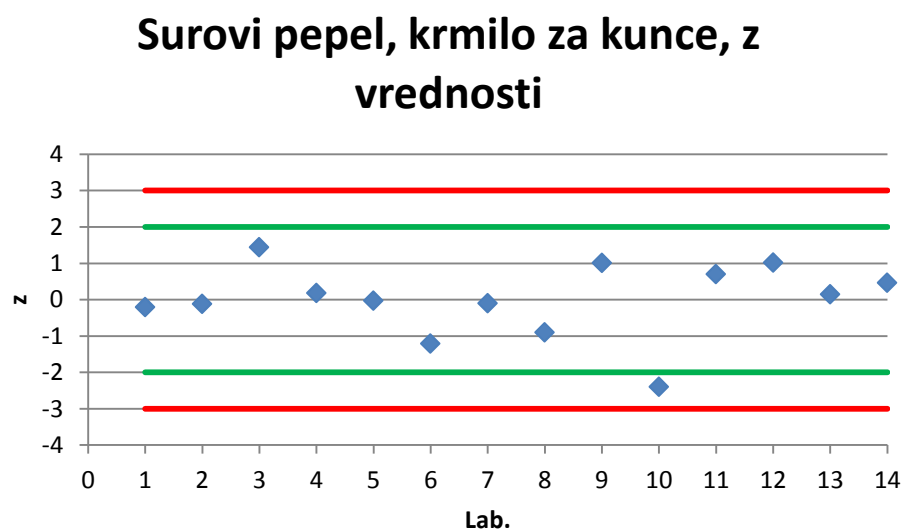
Za laboratorij 3 nimamo nobenih podatkov o uporabljeni metodi.

Slika 13: Krmilo za kunce – surovi pepel

Lab.	SP [g/kg]
1	84
2	84
3	88
4	85
5	84
6	81
7	84
8	82
9	87
10	77
11	86
12	87
13	85
14	85



Lab.	z
1	-0,20
2	-0,12
3	1,44
4	0,18
5	-0,03
6	-1,21
7	-0,10
8	-0,90
9	1,01
10	-2,40
11	0,70
12	1,02
13	0,15
14	0,46

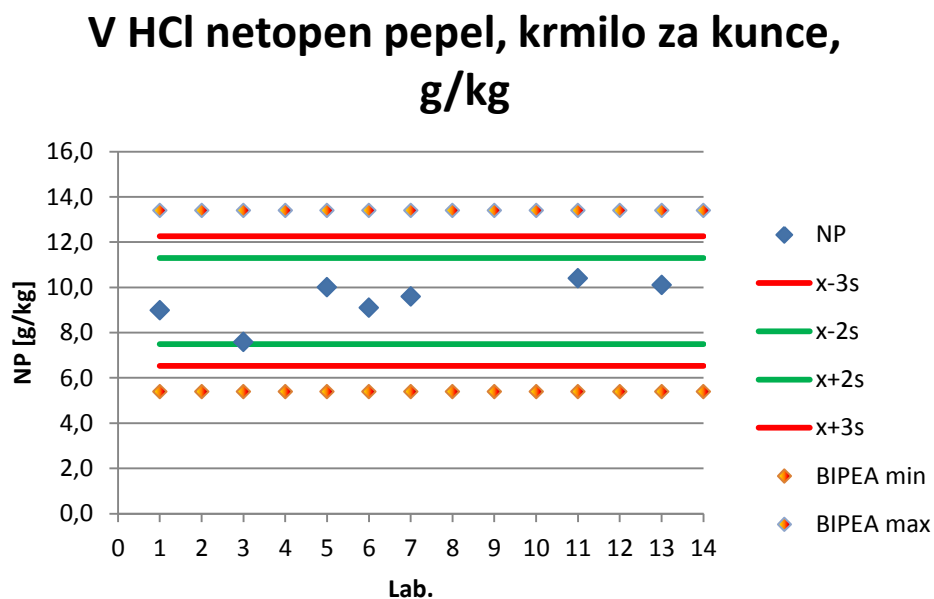


Pri določanju surovega pepela v krmilu za kunce smo zaznali en vprašljiv rezultat.

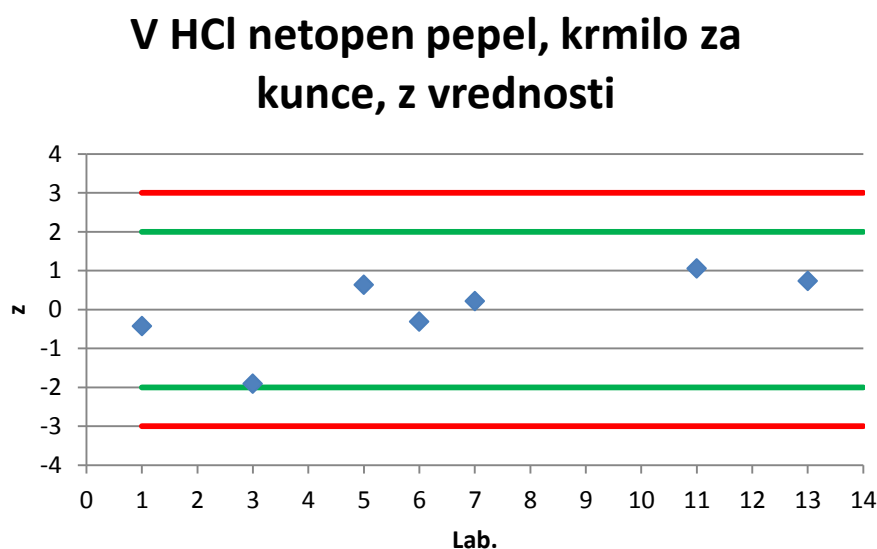
V laboratoriju 10 so vzorec sežigali 1 uro pri temperaturi 800 – 850 °C, zato nizek rezultat ni presenetljiv, saj Uredba predvideva sežig pri 550 °C.

Slika 14: Krmilo za kunce – v HCl netopen pepel

Lab.	NP [g/kg]
1	9,0
2	
3	7,6
4	
5	10,0
6	9,1
7	9,6
8	
9	
10	
11	10,4
12	
13	10,1
14	



Lab.	z
1	-0,43
2	
3	-1,90
4	
5	0,63
6	-0,31
7	0,21
8	
9	
10	
11	1,05
12	
13	0,74
14	



V klorovodikovi kislini netopen pepel v vzorcu krme za kunce je bil pri vseh laboratorijih znotraj tolerančnih vrednosti. Dobljene meje so bile celo nižje kot tiste v medlaboratorijski primerjalni shemi BIPEA.

8.1.2. Krmilo za kunce - Rezultati analiz elementov

Tabela 19: Krmilo za kunce – elementi, rezultati

Laboratorij	Ca [g/kg]	P [g/kg]	Mg [g/kg]	K [g/kg]	Na [g/kg]	Zn [mg/kg]	Mn [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Fe [mg/kg]
1	10,90	7,43	3,49	14,80	1,7	128	139	19	525
2	12,10	7,55	3,70	14,25	1,8	154	180	28	656
3	10,25	7,95	3,24	12,81	2,0	138	162	22	577
4	11,70	7,90							
5	10,90	7,62	3,40	14,70	2,0	129	182	20	564
6	11,21	8,28	3,87	15,69	2,2	178	187	25	651
7	15,40	7,80	39,47		25,6	930	1041	240	
8	10,10	8,20							
9									
10									
11	10,40	7,16	3,55	14,70	2,2	152	179	24	575
12	12,40	7,63	3,53	13,83	2,8				
13	10,85	7,48	3,48	14,63	2,2	139	165	24	595
14	9,30								
število podatkov	12	11	9	8	9	8	8	8	7
povprečje	11,29	7,73	7,52	14,43	2,04	129	182	20	592
korigirano povprečje	11,29	7,73	3,53	14,43	2,10	145	171	23	592
mediana	10,90	7,63	3,51	14,67	2,16	146	180	24	577
standardni odmik	0,91	0,34	0,19	0,84	0,34	17	17	3	47
relativni standardni odmik	8,07	4,37	5,37	5,82	16,09	12	10	13	8
min	9,30	7,16	3,24	12,81	1,66	128	139	19	525
max	15,40	8,28	39,47	15,69	25,57	930	1041	240	656
x - 3s	8,56	6,71	2,96	11,91	1,09	93	121	14	450
x -2s	9,47	7,05	3,15	12,75	1,42	111	137	17	497
x +2s	13,11	8,40	3,91	16,10	2,77	180	204	29	686
x+3s	14,03	8,74	4,10	16,94	3,11	197	221	32	734
odmik BIPEA	1,3	0,4	0,5	1,4	0,5	15	25	3,5	124
toleranca - 2s	1,82	0,67	0,38	1,68	0,68	34,7	33,3	6,0	94,5

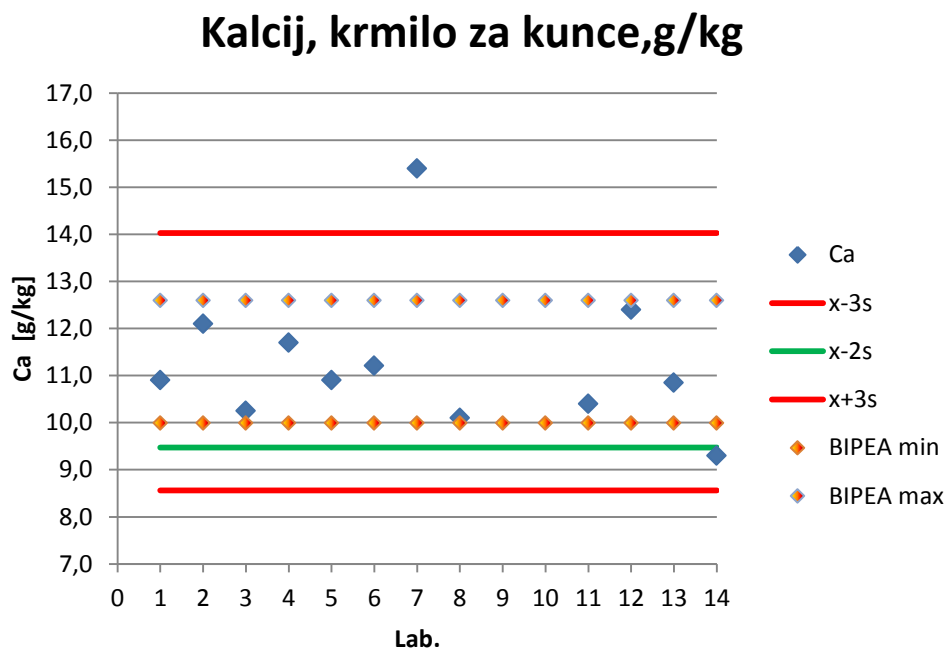
Tabela 20: Krmilo za kunce – elementi, z vrednosti

z vrednosti									
Laboratorij	Ca	P	Mg	K	Na	Zn	Mn	Cu	Fe
1	-0,4	-0,9	-0,2	0,4	-1,3	-1,0	-1,9	-1,4	-1,4
2	0,9	-0,5	0,9	-0,2	-1,0	0,5	0,6	1,5	1,4
3	-1,1	0,7	-1,6	-1,9	-0,2	-0,4	-0,5	-0,4	-0,3
4	0,4	0,5							
5	-0,4	-0,3	-0,7	0,3	-0,2	-0,9	0,7	-1,0	-0,6
6	-0,1	1,6	1,8	1,5	0,2	1,9	1,0	0,7	1,3
7	4,5	0,2	189,5		69,5	45,2	52,2	72,2	
8	-1,3	1,4							
9									
10									
11	-1,0	-1,7	0,1	0,3	0,3	0,4	0,5	0,3	-0,4
12	1,2	-0,3	0,0	-0,7	2,0	-8,4	-10,2	-7,7	-12,5
13	-0,5	-0,7	-0,3	0,2	0,2	-0,4	-0,3	0,4	0,1
14	-2,2								

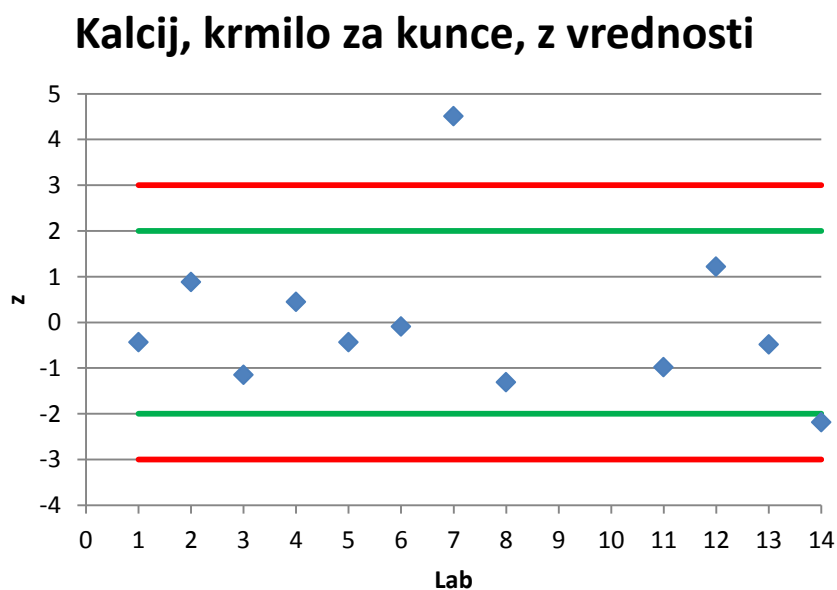
Na splošno lahko rečemo, da so rezultati analiz elementov v krmi za kunce zelo dobri. Predvidevamo, da je v enem laboratoriju prišlo do napake pri preračunu podatkov.

Slika 15: Krmilo za kunce – kalcij

Lab.	Ca [g/kg]
1	10,90
2	12,10
3	10,25
4	11,70
5	10,90
6	11,21
7	15,40
8	10,10
9	
10	
11	10,40
12	12,40
13	10,85
14	9,30



Lab.	z
1	-0,43
2	0,89
3	-1,14
4	0,45
5	-0,43
6	-0,09
7	4,51
8	-1,31
9	
10	
11	-0,98
12	1,22
13	-0,49
14	-2,19

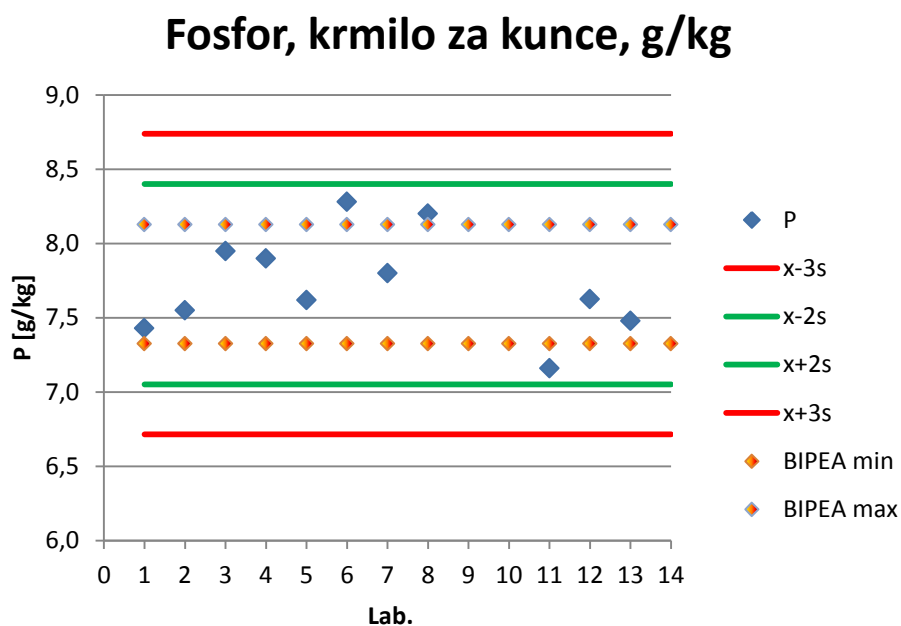


Pri določanju kalcija v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

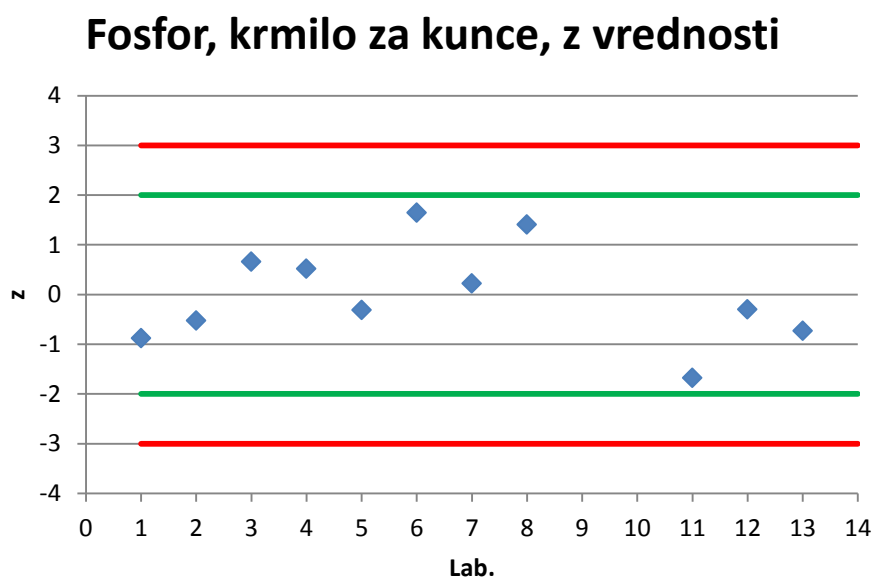
Od laboratorija 7 in 14 nismo prejeli podrobnih podatkov o uporabljenih analiznih metodah.

Slika 16: Krmilo za kunce – fosfor

Lab.	P [g/kg]
1	7,43
2	7,55
3	7,95
4	7,90
5	7,62
6	8,28
7	7,80
8	8,20
9	
10	
11	7,16
12	7,63
13	7,48
14	



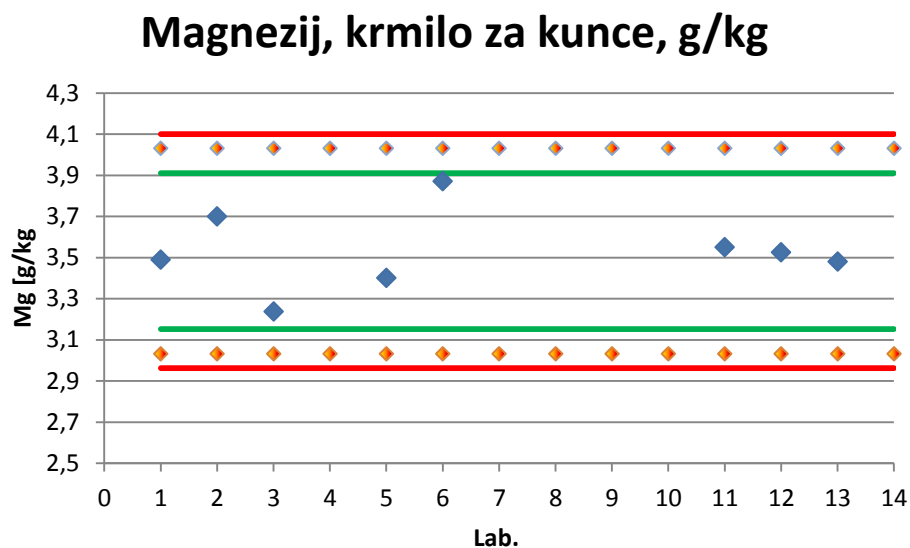
Lab.	z
1	-0,88
2	-0,52
3	0,66
4	0,51
5	-0,32
6	1,64
7	0,22
8	1,40
9	
10	
11	-1,68
12	-0,30
13	-0,73
14	



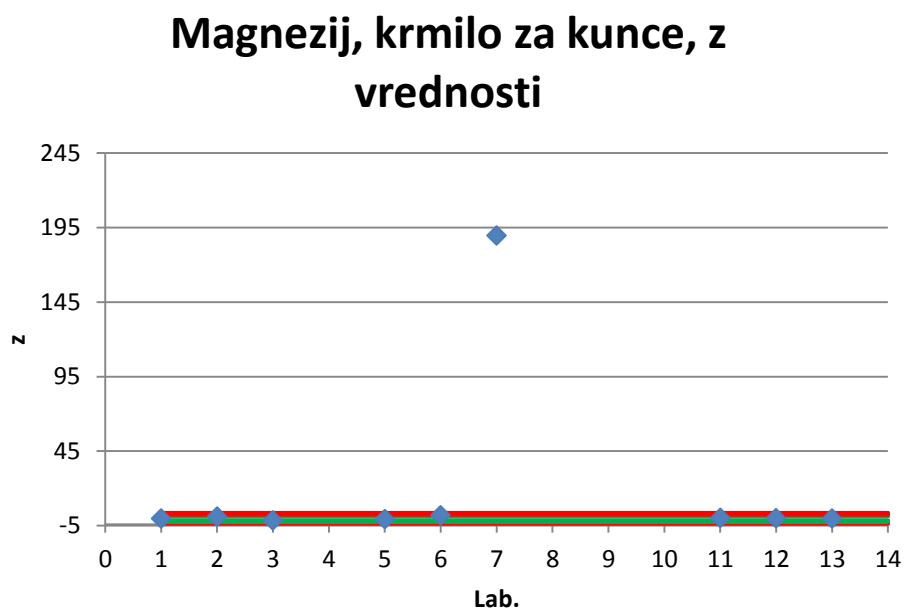
Vsebnost fosforja v vzorcu krme za kunce je bila pri vseh laboratorijih znotraj tolerančnih vrednosti. Dobljene tolerančne meje so bile višje kot tistih v medlaboratorijski primerjalni shemi BIPEA.

Slika 17: Krmilo za kunce – magnezij

Lab.	Mg [g/kg]
1	3,49
2	3,70
3	3,24
4	
5	3,40
6	3,87
7	39,47
8	
9	
10	
11	3,55
12	3,53
13	3,48
14	



Lab.	z
1	-0,22
2	0,89
3	-1,55
4	
5	-0,69
6	1,78
7	189,48
8	
9	
10	
11	0,10
12	-0,03
13	-0,27
14	

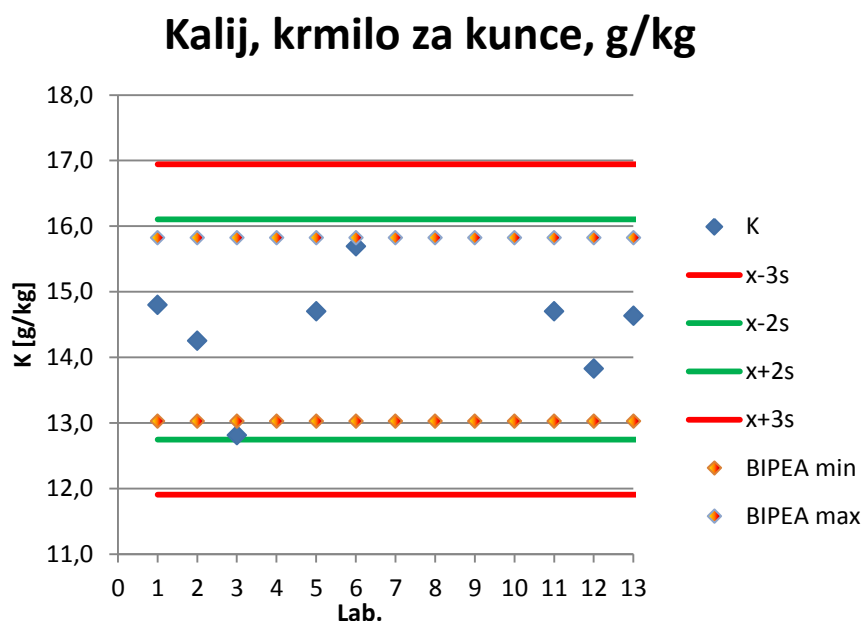


Pri določanju magnezija v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika.

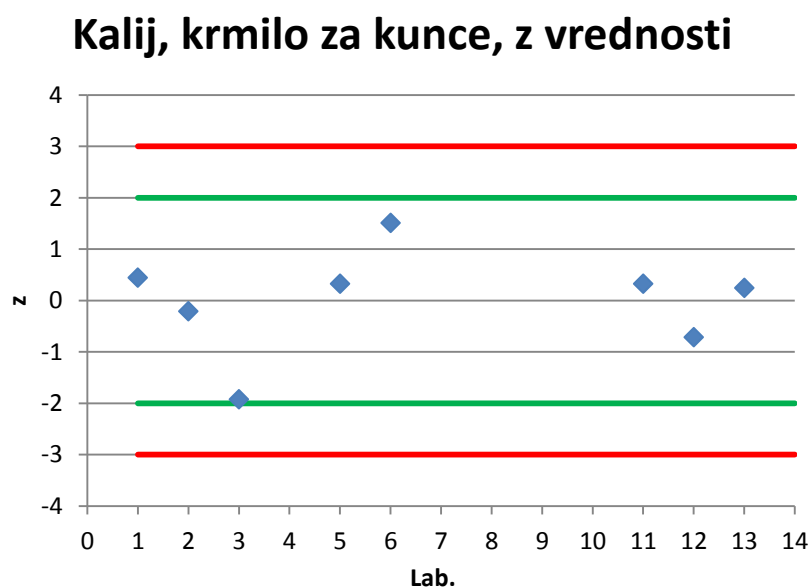
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah; glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 18: Krmilo za kunce – kalij

Lab.	K [g/kg]
1	14,80
2	14,25
3	12,81
4	
5	14,70
6	15,69
7	
8	
9	
10	
11	14,70
12	13,83
13	14,63
14	



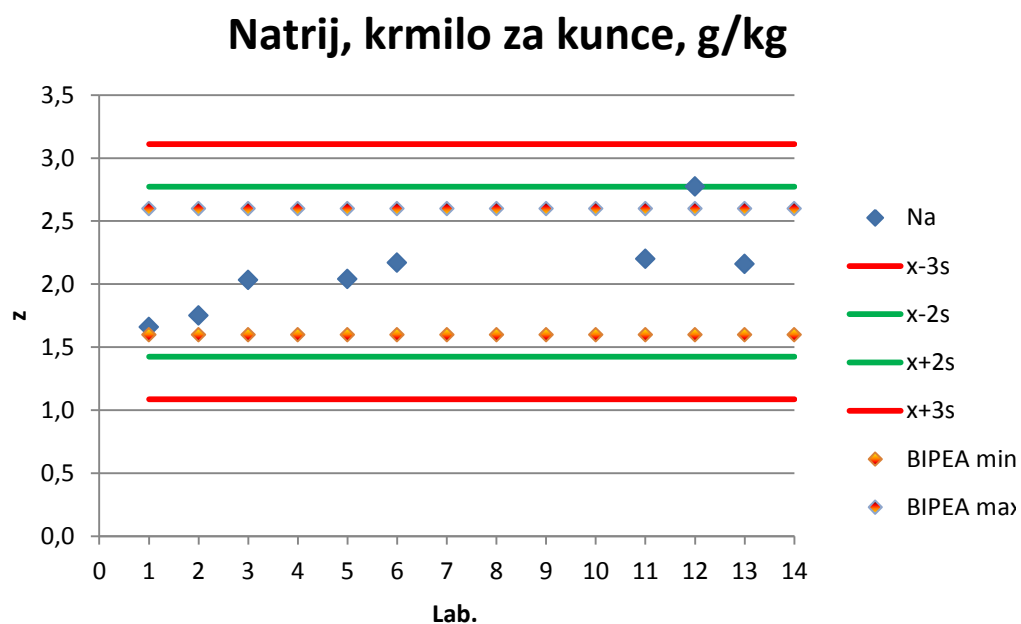
Lab.	z
1	0,45
2	-0,21
3	-1,92
4	
5	0,33
6	1,51
7	
8	
9	
10	
11	0,33
12	-0,72
13	0,24
14	



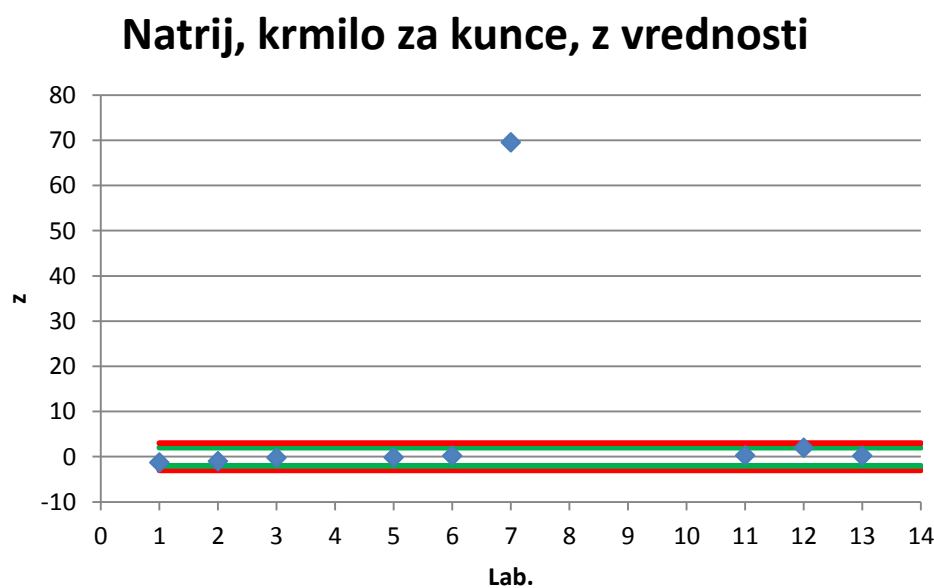
Koncentracija kalija v vzorcu krme za kunce je bila pri vseh laboratorijih znotraj tolerančnih vrednosti. Dobljene tolerančne meje so bile višje kot tistih v medlaboratorijski primerjalni shemi BIPEA.

Slika 19: Krmilo za kunce – natrij

Lab.	Na [g/kg]
1	1,66
2	1,75
3	2,03
4	
5	2,04
6	2,17
7	25,57
8	
9	
10	
11	2,20
12	2,78
13	2,16
14	



Lab.	z
1	-1,30
2	-1,03
3	-0,19
4	
5	-0,17
6	0,21
7	69,49
8	
9	
10	
11	0,30
12	2,00
13	0,18
14	

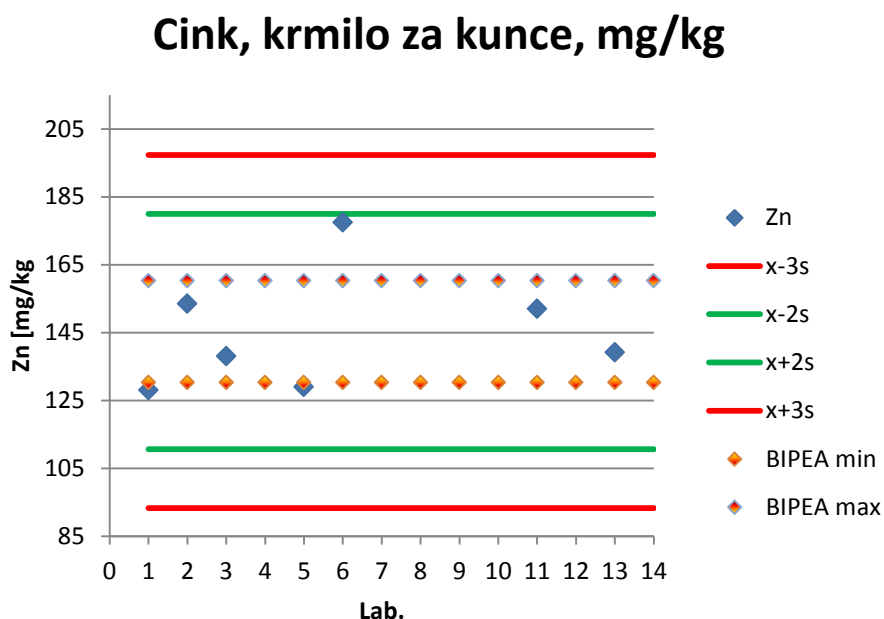


Pri določanju natrija v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika.

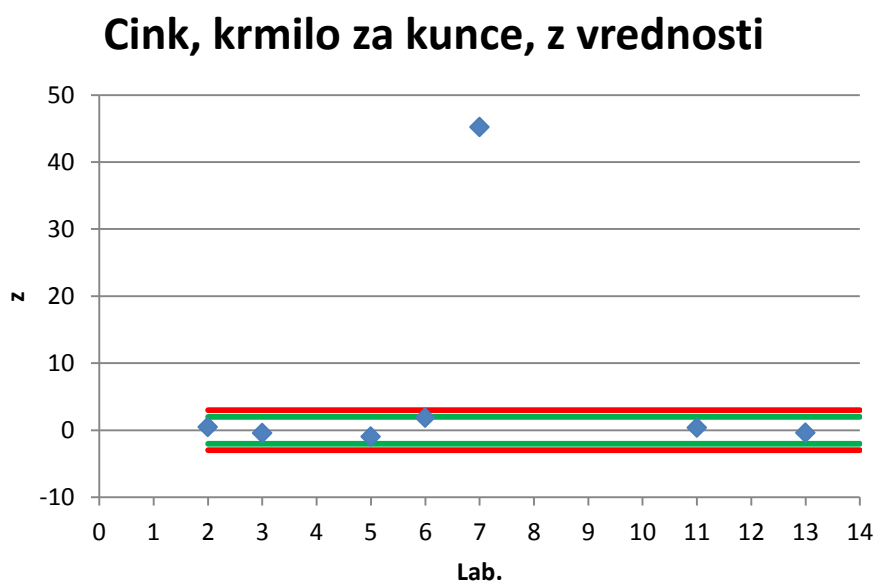
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 20: Krmilo za kunce – cink

Lab.	Zn [mg/kg]
1	128
2	154
3	138
4	
5	129
6	178
7	930
8	
9	
10	
11	152
12	
13	139
14	



Lab.	z
1	-1,00
2	0,47
3	-0,42
4	
5	-0,94
6	1,86
7	45,24
8	
9	
10	
11	0,39
12	
13	-0,35
14	

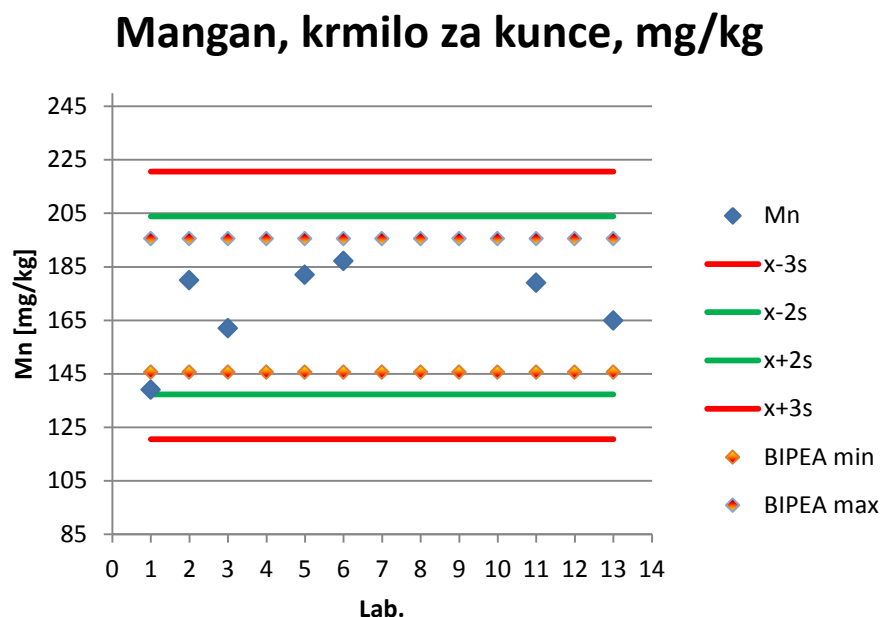


Pri določanju cinka v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika.

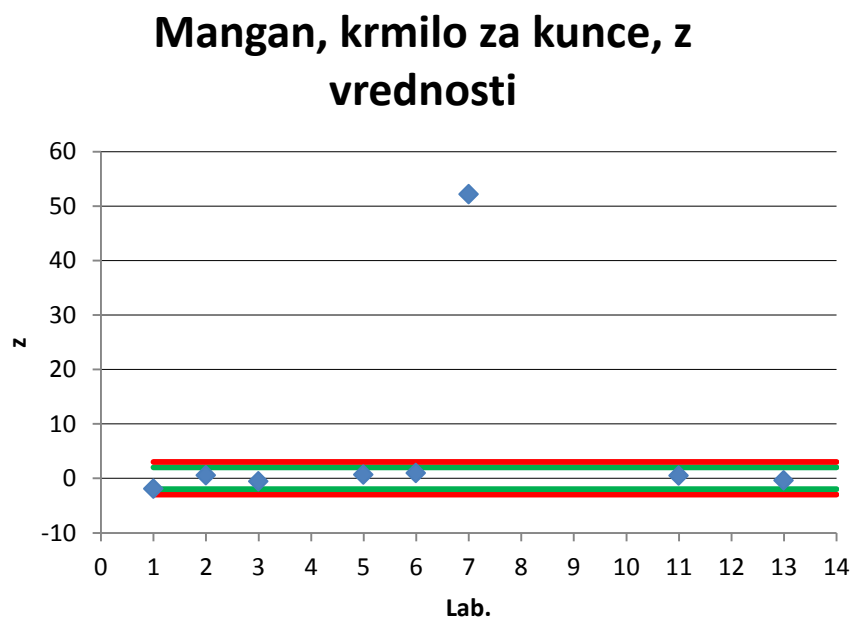
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 21: Krmilo za kunce – mangan

Lab.	Mn [mg/kg]
1	139
2	180
3	162
4	
5	182
6	187
7	1041
8	
9	
10	
11	179
12	
13	165
14	



Lab.	z
1	-1,89
2	0,57
3	-0,51
4	
5	0,69
6	0,99
7	52,19
8	
9	
10	
11	0,51
12	
13	-0,34
14	

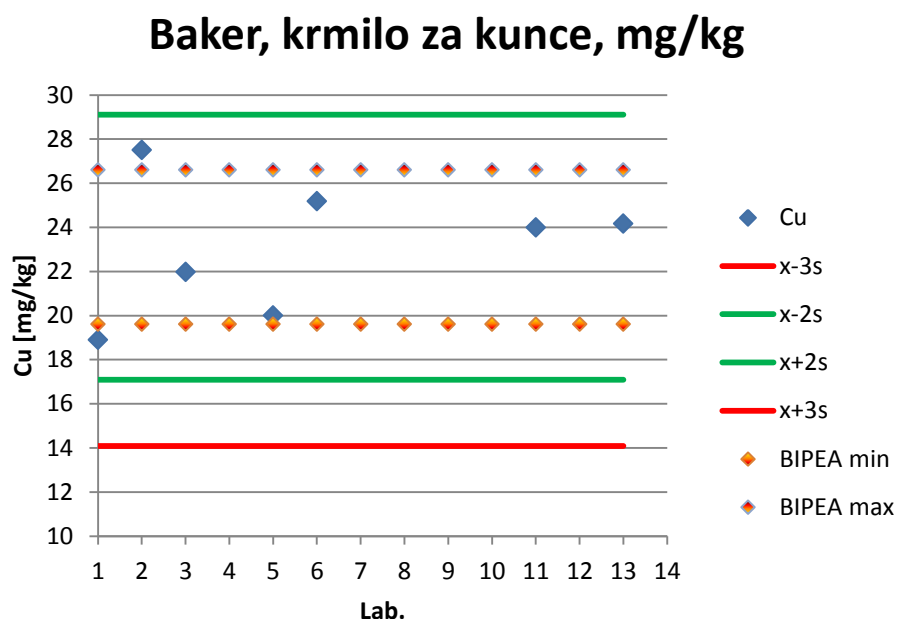


Pri določanju mangana v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika.

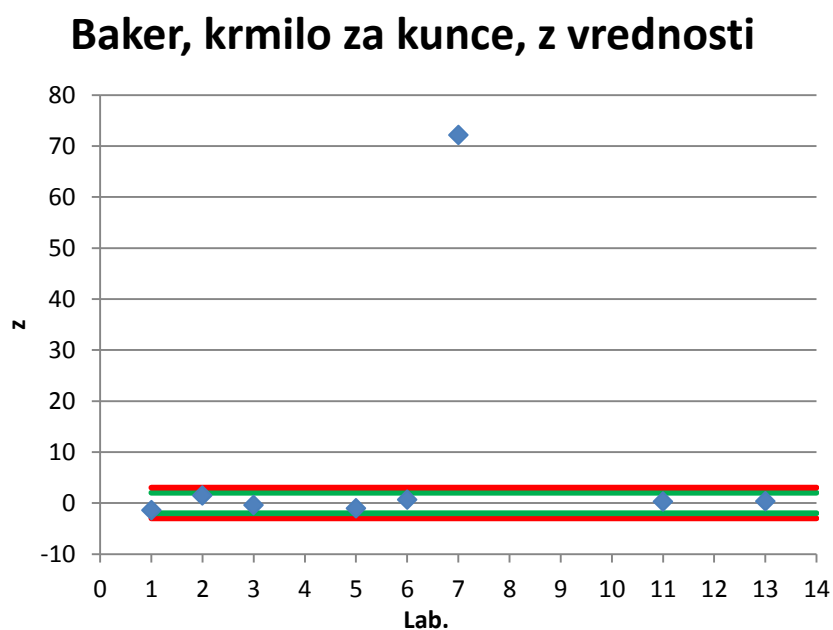
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 22: Krmilo za kunce – baker

Lab.	Cu [mg/kg]
1	19
2	28
3	22
4	
5	20
6	25
7	240
8	
9	
10	
11	24
12	
13	24
14	



Lab.	z
1	-1,40
2	1,46
3	-0,38
4	
5	-1,03
6	0,69
7	72,19
8	
9	
10	
11	0,30
12	
13	0,35
14	

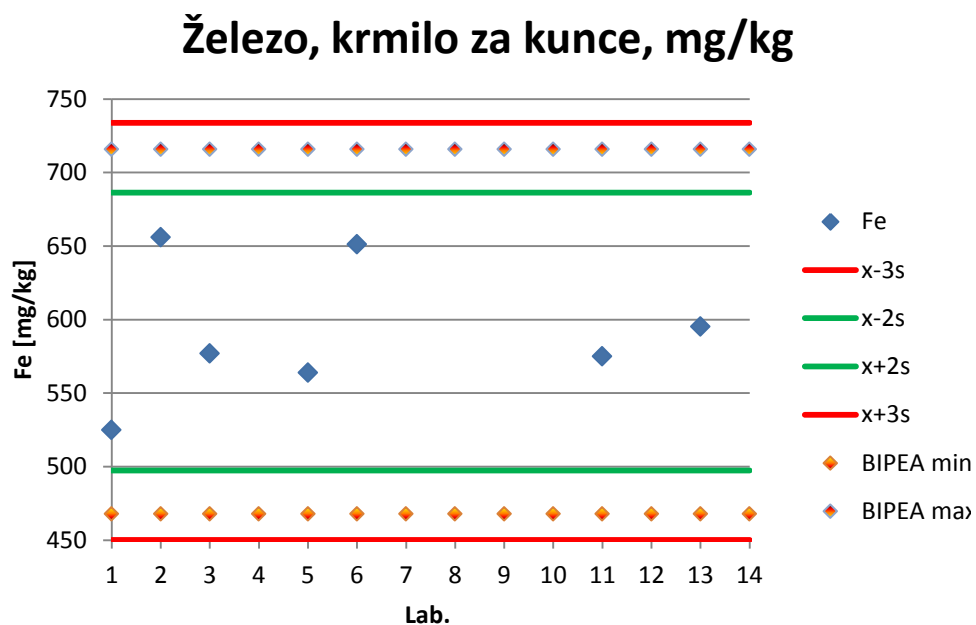


Pri določanju bakra v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika.

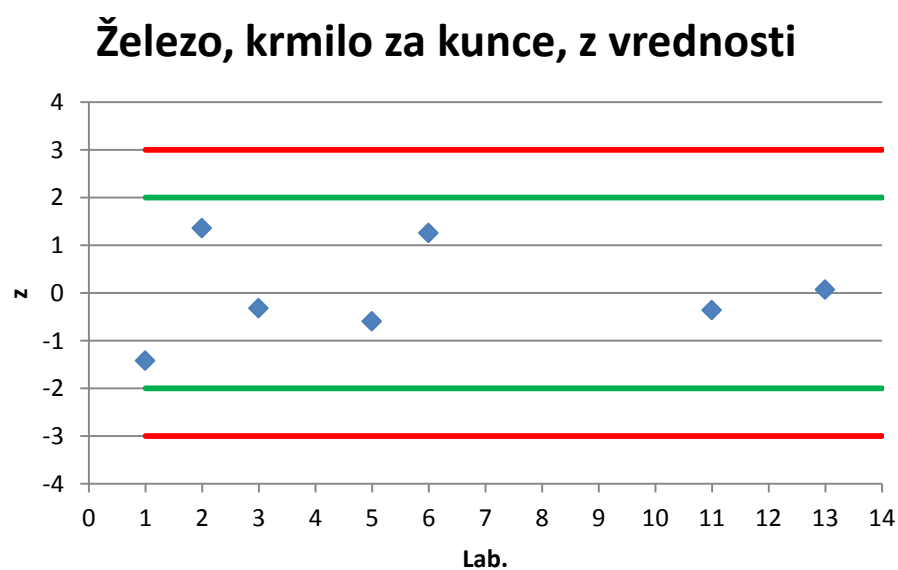
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 23: Krmilo za kunce – železo

Lab.	Fe [mg/kg]
1	525
2	656
3	577
4	
5	564
6	651
7	
8	
9	
10	
11	575
12	
13	595
14	



Lab.	z
1	-1,42
2	1,36
3	-0,32
4	
5	-0,59
6	1,26
7	
8	
9	
10	
11	-0,36
12	
13	0,07
14	



Pri določanju železa v krmilu za kunce so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

8.2. Pšenica

8.2.1. Pšenica - Rezultati analiz kakovostnih parametrov

Tabela 21: Pšenica – parametri kakovosti, rezultati

Laboratorij	SS [g/kg]	SB [g/kg]	SM [g/kg]	ΣM [g/kg]	SV [g/kg]	SP [g/kg]	NP [g/kg]	Škrob [g/kg]	NaCl [g/kg]
1	896	136	11	20	28	16		576	
2	900	118	12			17			
3	898	118		18	38	17	0,04		
4	893	124	13	15	25	17			1,2
5	893	121	14	21	25	17	0,20		
6	896	120	13	21	28	17	0,19		
7	895	114	15	21	25	17	<0,5		
8	898	121	15		29	16			
9	897	123	12	20		17			
10	922	126		15		18			
11	888	121	13	19	21	16	0,07		
12	895	121				19			
13	899	124	19	26	27	16	0,30		
14	897	121		13	15	17			
število podatkov	14	14	10	11	10	14	6		
korigirano povprečje	896	121	13	19	26	17	0,16		
mediana	896	121	13	19	26	17	0,19		
standardni odmik	3,1	3,1	1,4	3,7	2,6	0,8	0,10		
relativni standardni odmik	0,3	2,5	11,0	19,9	9,9	4,5	64,97		
min	888	114	10,8	12,6	14,6	16,3	0,04		
max	922	136	19,4	25,5	37,5	19,1	0,30		
x - 2s	890	115	10,1	11,3	20,7	15,4	-0,05		
x + 2s	902	127	15,9	26,2	31,0	18,4	0,37		
x - 3s	887	112	8,7	7,6	18,1	14,6	-0,15		
x + 3s	905	130	17,3	29,9	33,5	19,2	0,47		
odmik BIPEA	6	4	6,0	10,0	8,0	4,0	4		
toleranca - 2s	6	6	2,9	7,5	5,1	1,5	0,21		

Tabela 22: Pšenica – parametri kakovosti, z vrednosti

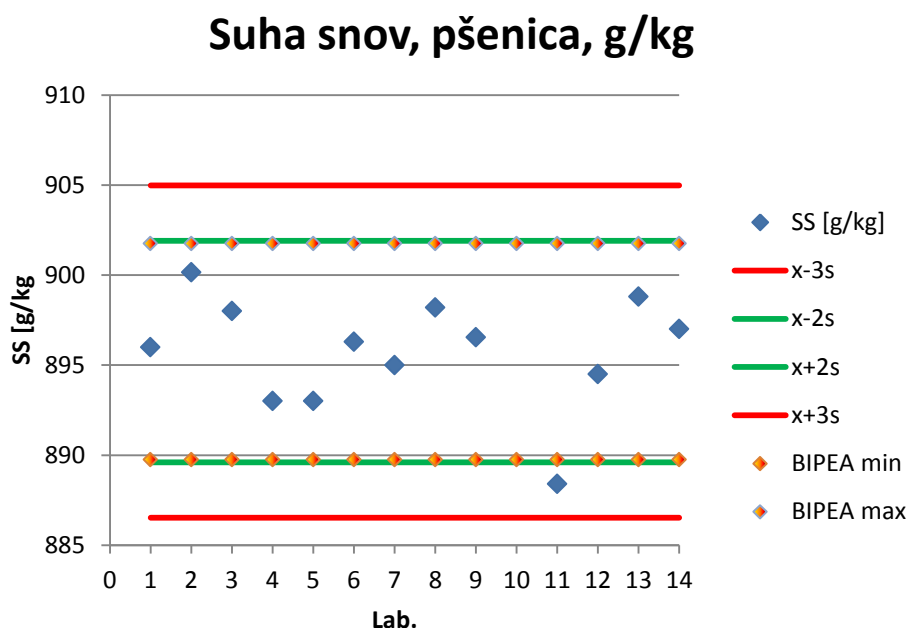
z vrednosti							
Laboratorij	SS	SB	SM	ΣM	SV	SP	NP
1	0,08	4,91	-1,54	0,45	0,65	-0,81	
2	1,43	-0,95	-0,87			-0,29	
3	0,73	-0,97		-0,17	4,54	0,37	-1,12
4	-0,90	0,92	-0,28	-0,89	-0,17	-0,55	
5	-0,90	0,01	0,70	0,61	-0,32	0,11	0,38
6	0,17	-0,24	-0,01	0,69	0,79	-0,55	0,28
7	-0,25	-2,24	1,67	0,66	-0,52	-0,55	
8	0,79	0,07	1,05		1,19	-0,68	
9	0,25	0,68	-0,65	0,24		0,43	
10	8,47	1,64		-1,03		0,76	
11	-2,39	0,01	-0,07	-0,06	-2,00	-0,81	-0,87
12	-0,41	-0,02				2,90	
13	0,99	1,02	4,46	1,82	0,38	-0,81	1,33
14	0,40	0,07			-4,37	0,50	

Rezultati pri določanju kakovostnih parametrov v pšenici so bili nekoliko slabši kot pri krmilu za kunce. Ubežnike smo zaznali pri določanju suhe snovi, surovih beljakovin, surovih maščob in surove vlaknine.

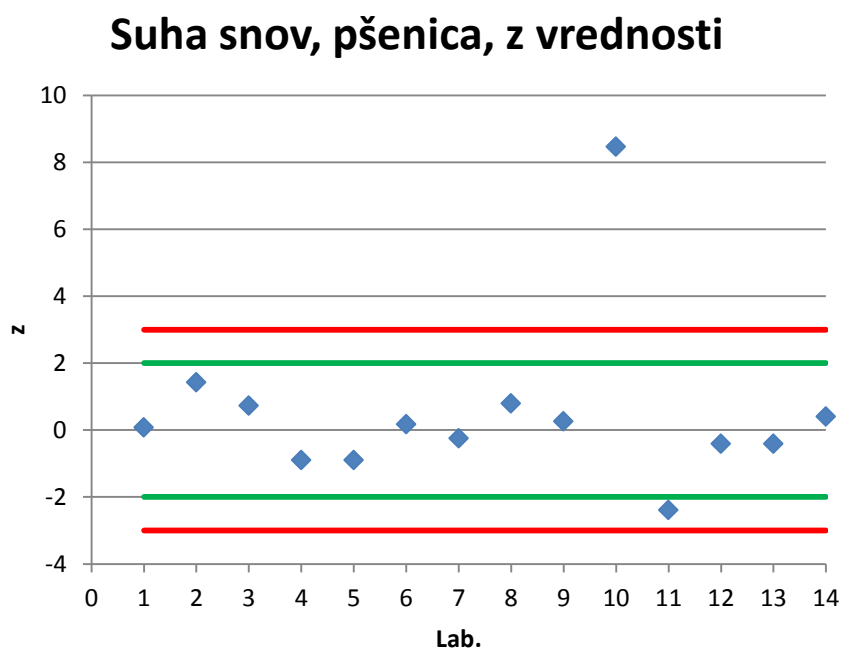
Pri določanju skupnih maščob in pepela netopnega v HCl so bili vsi rezultati znotraj tolerančnih mej.

Slika 24: Pšenica – suha snov

Lab.	SS [g/kg]
1	896
2	900
3	898
4	893
5	893
6	896
7	895
8	898
9	897
10	922
11	888
12	895
13	899
14	897



Lab.	z
1	0,08
2	1,43
3	0,73
4	-0,90
5	-0,90
6	0,17
7	-0,25
8	0,79
9	0,25
10	8,47
11	-2,39
12	-0,41
13	-0,41
14	0,40



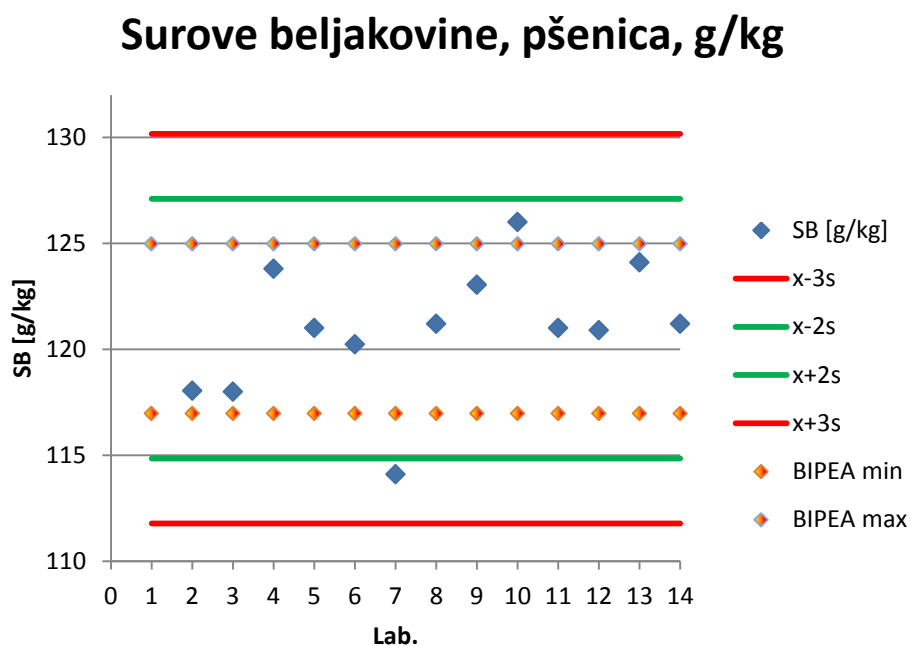
Pri določanje suhe snovi v vzorcu pšenice smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 10 so določali suho snov s sušenjem pri 105 stopinjah 4 – 5 ur, medtem ko je po Uredbi 152/2009 predvideno sušenje 4 ure pri 103 °C, zato je prevelik rezultat lahko posledica daljšega sušenja pri višji temperaturi.

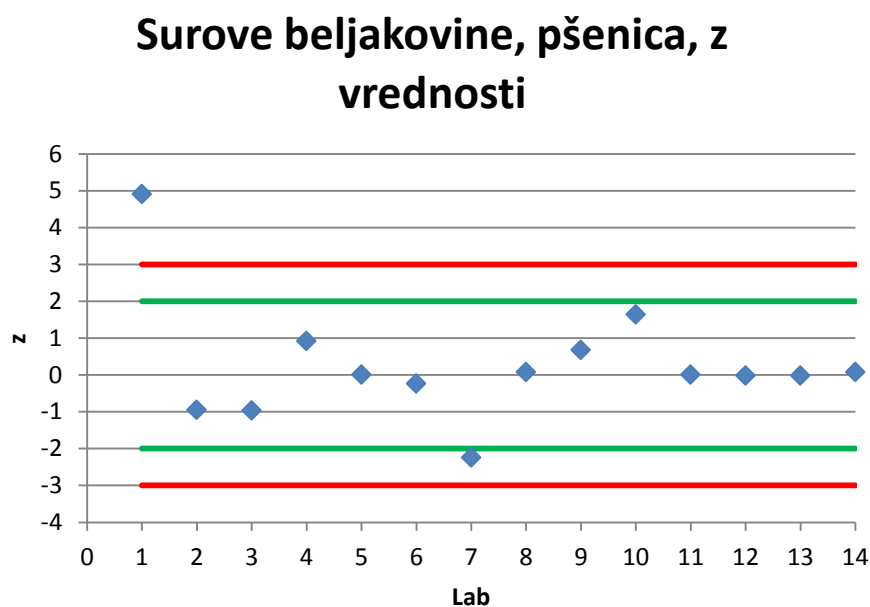
V laboratoriju 11 so uporabljali predpisano zatehto, čas in temperaturo sušenja.

Slika 25: Pšenica – surove beljakovine

Lab.	SB [g/kg]
1	136
2	118
3	118
4	124
5	121
6	120
7	114
8	121
9	123
10	126
11	121
12	121
13	124
14	121



Lab.	z
1	4,91
2	-0,95
3	-0,97
4	0,92
5	0,01
6	-0,24
7	-2,24
8	0,07
9	0,68
10	1,64
11	0,01
12	-0,02
13	-0,02
14	0,07

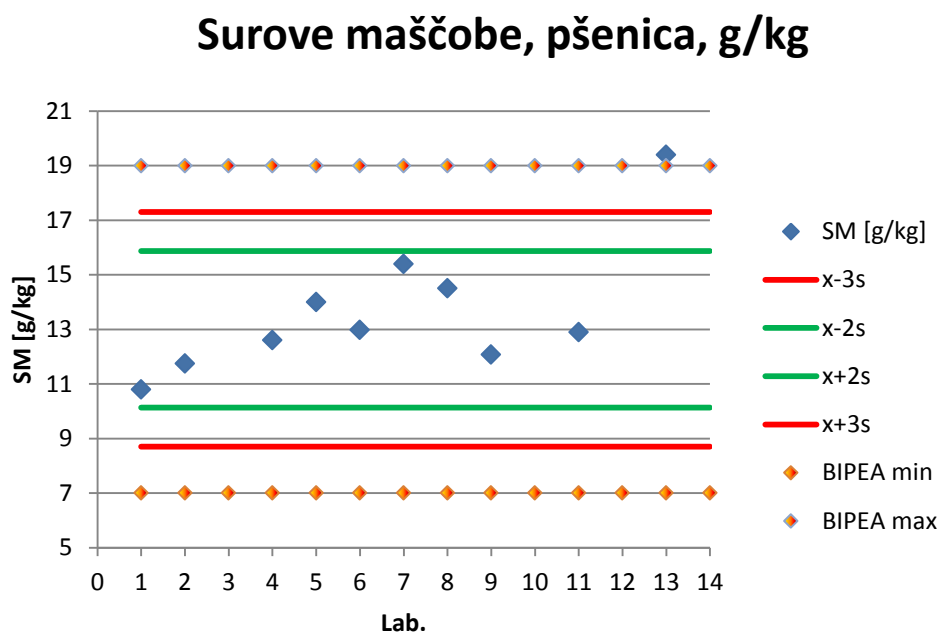


Pri določanje surovih beljakovin v pšenici smo zaznali enega ubežnika.

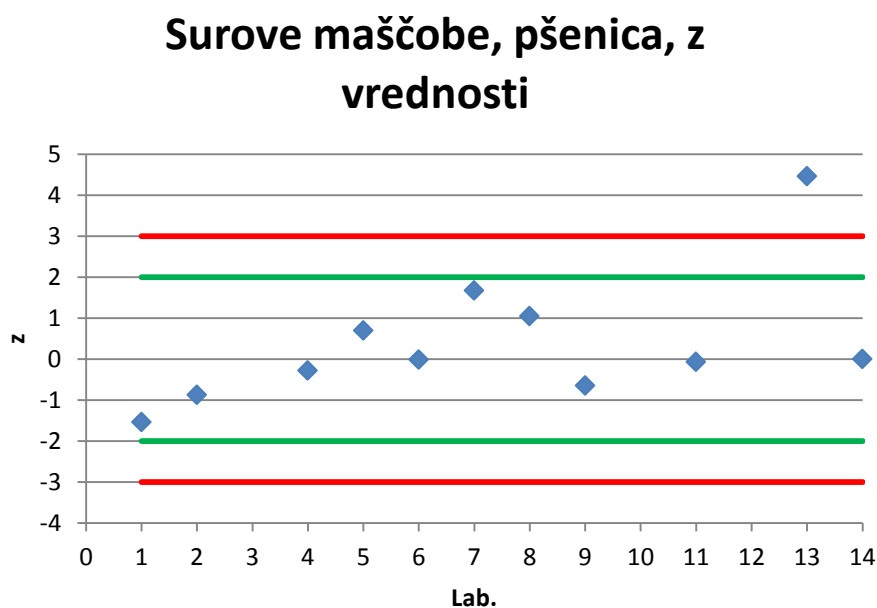
V laboratoriju 1 so določali surove beljakovine v skladu z Uredbo 152/2009.

Slika 26: Pšenica – surove maščobe

Lab.	SM [g/kg]
1	11
2	12
3	
4	13
5	14
6	13
7	15
8	15
9	12
10	
11	13
12	
13	19
14	



Lab.	z
1	-1,54
2	-0,87
3	
4	-0,28
5	0,70
6	-0,01
7	1,67
8	1,05
9	-0,65
10	
11	-0,07
12	
13	4,46
14	

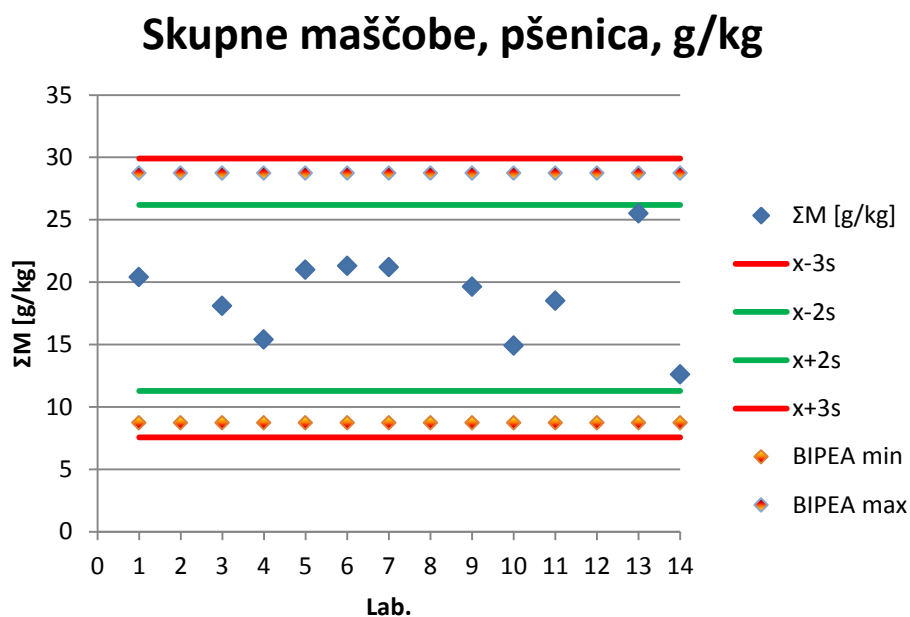


Pri določanju surovih maščob v vzorcu pšenice smo zaznali enega ubežnika.

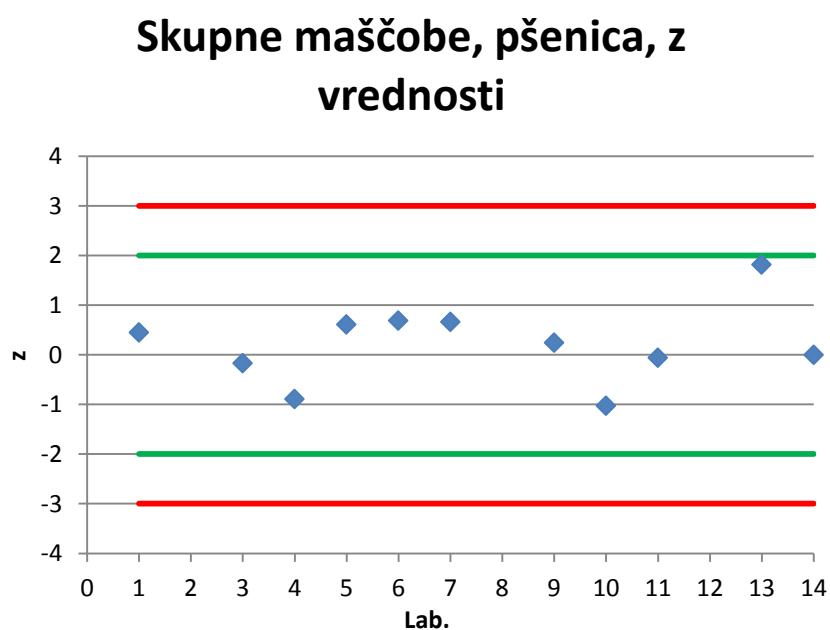
V laboratoriju 13 so za ekstrakcijo uporabljali dietil eter, ki pa ga uporabljata tudi laboratorija 4 in 7, pa pri njiju ni prišlo do odstopanja.

Slika 27: Pšenica – skupne maščobe

Lab.	ΣM [g/kg]
1	20
2	
3	18
4	15
5	21
6	21
7	21
8	
9	20
10	15
11	19
12	
13	26
14	13



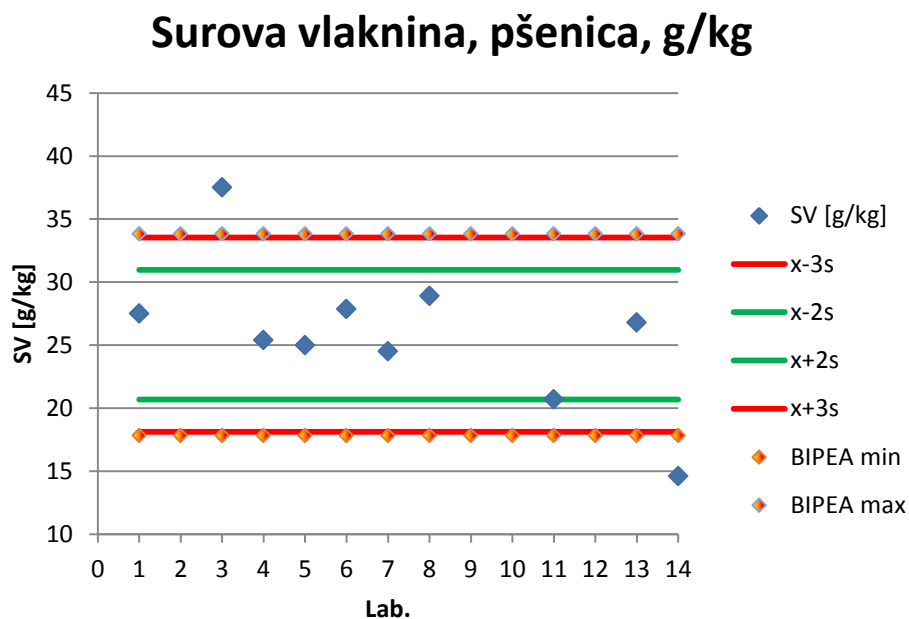
Lab.	z
1	0,45
2	
3	-0,17
4	-0,89
5	0,61
6	0,69
7	0,66
8	
9	0,24
10	-1,03
11	-0,06
12	
13	1,82
14	0,00



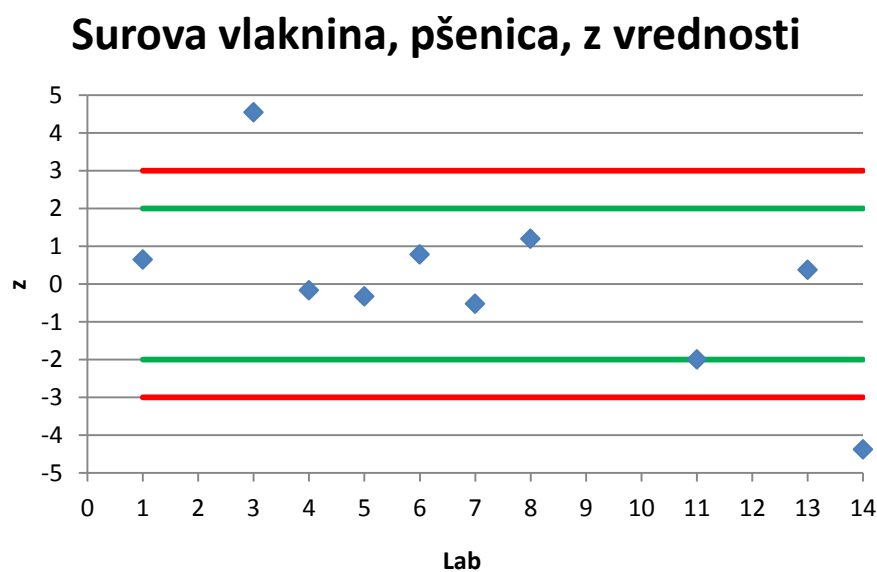
Vsebnosti skupnih maščob v vzorcu pšenice so bile pri vseh laboratorijih znotraj tolerančnih vrednosti.

Slika 28: Pšenica – surova vlaknina

Lab.	SV [g/kg]
1	28
2	
3	38
4	25
5	25
6	28
7	25
8	29
9	
10	
11	21
12	
13	27
14	15



Lab.	z
1	0,65
2	
3	4,54
4	-0,17
5	-0,32
6	0,79
7	-0,52
8	1,19
9	
10	
11	-2,00
12	
13	0,38
14	-4,37

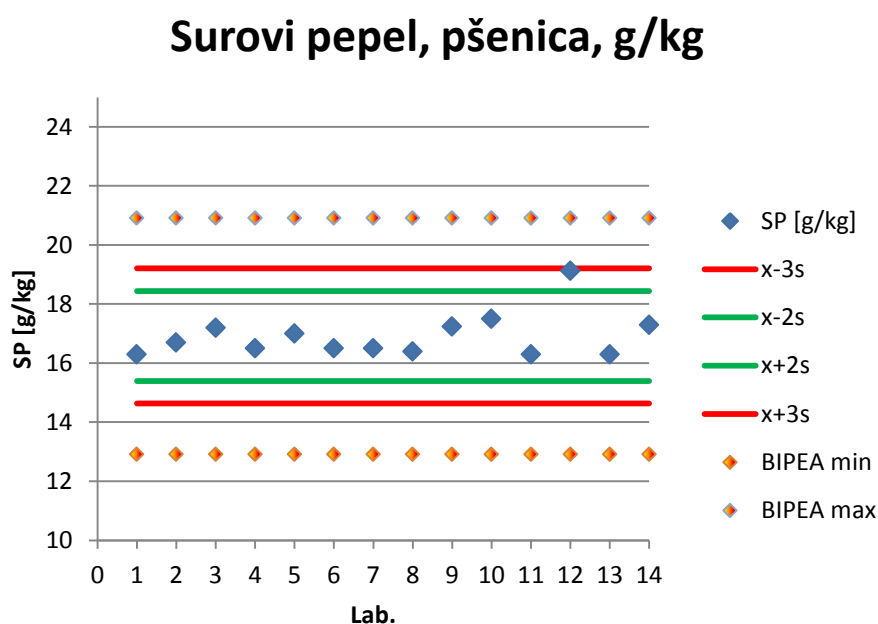


Pri določanju surove vlaknine v vzorcu pšenice smo zaznali dva ubežnika.

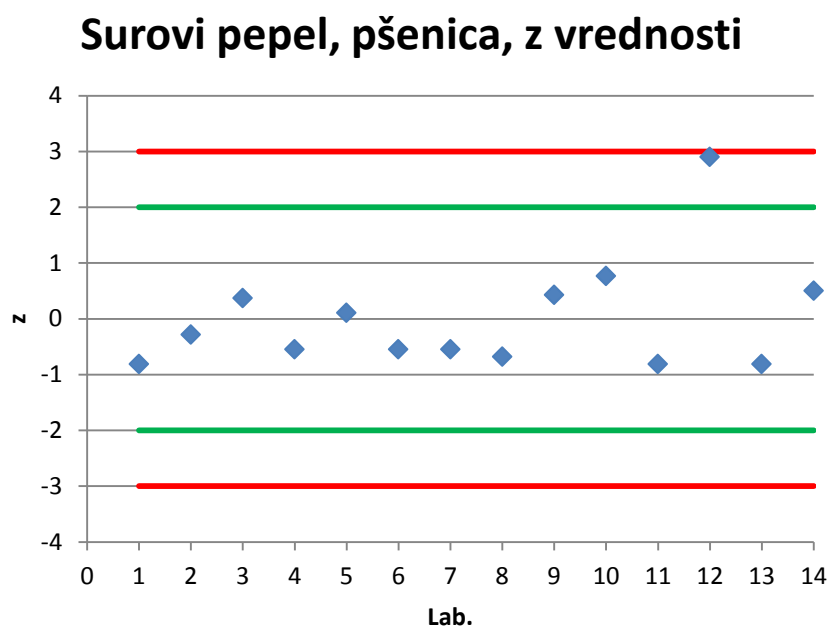
Od laboratorijev 3 in 14 nismo prejeli podrobnih podatkov o uporabljenih analiznih metodah.

Slika 29: Pšenica – surovi pepel

Lab.	SP [g/kg]
1	16
2	17
3	17
4	17
5	17
6	17
7	17
8	16
9	17
10	18
11	16
12	19
13	16
14	17



Lab.	z
1	-0,81
2	-0,29
3	0,37
4	-0,55
5	0,11
6	-0,55
7	-0,55
8	-0,68
9	0,43
10	0,76
11	-0,81
12	2,90
13	-0,81
14	0,50

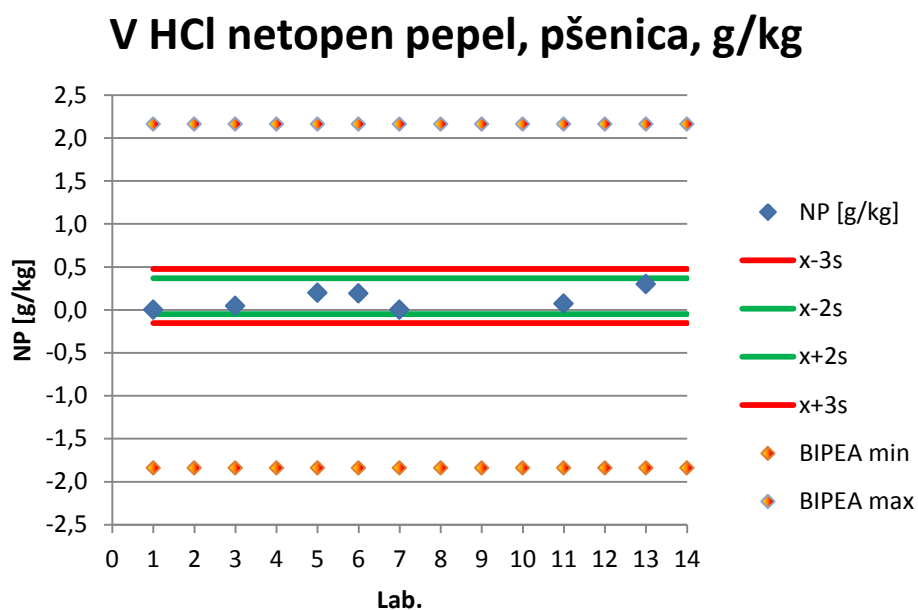


Pri določanju surovega pepela v pšenici smo zaznali en vprašljiv rezultat.

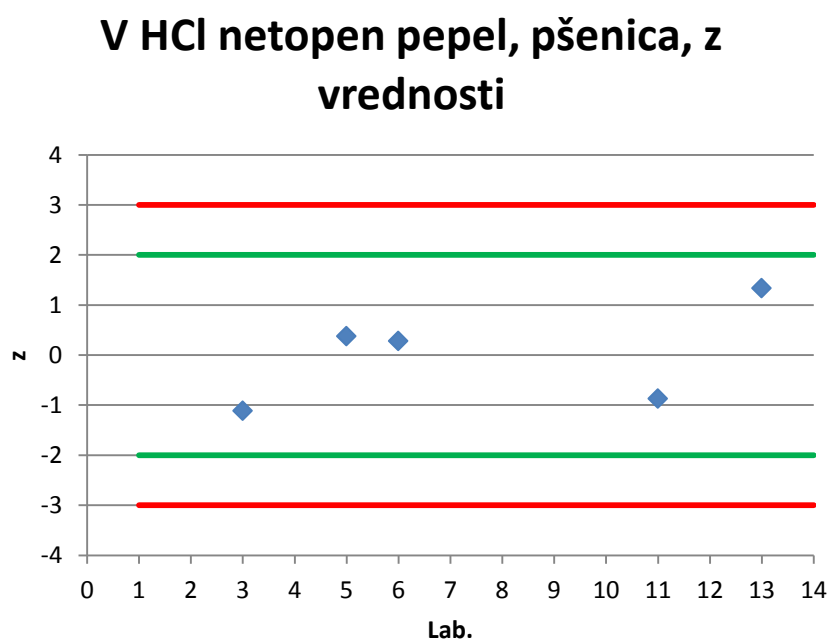
V laboratoriju 12 so pepel sežigali 24 ur pri predpisanih 550 °C.

Slika 30: Pšenica – v HCl netopen pepel

Lab.	NP [g/kg]
1	0,00
2	
3	0,04
4	
5	0,20
6	0,19
7	<0,5
8	
9	
10	
11	0,07
12	
13	0,30
14	



Lab.	z
1	
2	
3	-1,12
4	
5	0,38
6	0,28
7	
8	
9	
10	
11	-0,87
12	
13	1,33
14	



Rezultate za netopen pepel v pšenici je oddalo samo pet laboratorijev. Vsi rezultati so bili znotraj izračunanih tolerančnih mej, ki so precej ožje od mej BIPEA.

8.2.2. Pšenica – Rezultati analiz elementov

Tabela 23: Pšenica – elementi, rezultati

Laboratorij	Ca [g/kg]	P [g/kg]	Mg [g/kg]	K [g/kg]	Na [g/kg]	Zn [mg/kg]	Mn [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Fe [mg/kg]
1	0,35	3,64	1,28	4,00	0,03	28	37	4	33
2	0,80	3,65	1,35	4,05	0,15	32	36	5	39
3	0,34	3,19	1,28	3,46	0,02	27	39	4	33
4	0,30	3,80							
5	0,32	3,75	1,28	4,08	<LOQ	21	31	4	27
6	0,40	3,84	1,34	4,75	0,04	38	39	5	35
7	6,30	2,30	18,91		0,52	226	321	37	
8	0,70	3,50							
9									
10									
11	0,36	3,57	1,30	4,43	0,09	28	38	10	34
12	0,16	3,30	1,43	4,13	0,10				
13	0,16	3,58	1,31	4,07	0,03	26	36	4	35
14									
število podatkov	11	11	9	8	9	8	8	8	7
korigirano povprečje	0,39	3,58	1,32	4,12	0,07	28	37	5	34
mediana	0,34	3,61	1,31	4,08	0,04	28	37	4	34
standardni odmik	0,21	0,21	0,05	0,37	0,05	5	3	2	4
relativni standardni odmik	53,49	5,81	3,80	8,95	73,97	18	8	45	11
min	0,16	2,30	1,28	3,46	0,02	21	31	4	27
max	6,30	3,84	18,91	4,75	0,52	226	321	37	39
x - 2s	-0,03	3,17	1,22	3,38	-0,03	18	31	1	27
x + 2s	0,80	4,00	1,42	4,86	0,16	39	42	10	41
x - 3s	-0,23	2,96	1,17	3,01	-0,08	13	28	-2	23
x + 3s	1,01	4,21	1,47	5,23	0,21	44	45	12	45
odmik BIPEA	0,05	0,50	0,30	0,50	0,02	4	11	8	10
toleranca - 2s	0,42	0,42	0,10	0,74	0,10	10	6	5	7

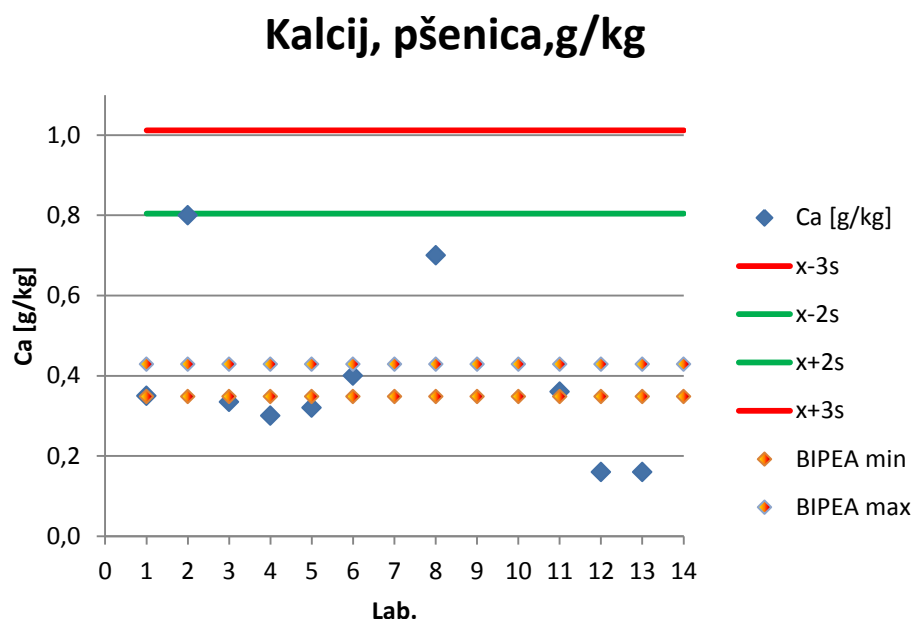
Tabela 24: Pšenica – elementi, z vrednosti

z vrednosti									
Laboratorij	Ca	P	Mg	K	Na	Zn	Mn	Cu	Fe
1	-0,19	0,28	-0,81	-0,33	-0,71	-0,19	0,19	-0,53	-0,15
2	1,98	0,33	0,59	-0,19	1,77	0,68	-0,20	-0,01	1,44
3	-0,26	-1,88	-0,81	-1,79	-0,96	-0,28	0,97	-0,53	-0,12
4	-0,43	1,05							
5	-0,33	0,81	-0,81	-0,11		-1,44	-1,97	-0,46	-1,91
6	0,06	1,24	0,39	1,71	-0,52	1,77	0,85	-0,08	0,32
7	28,45	-6,16	350,57		9,54	38,03	100,74	14,01	
8	1,50	-0,39							
9									
10									
11	-0,14	-0,06	-0,41	0,84	0,52	-0,09	0,51	2,21	0,04
12	-1,10	-1,35	2,08	0,01	0,62				
13	-1,10	-0,01	-0,21	-0,14	-0,73	-0,46	-0,34	-0,61	0,38
14									

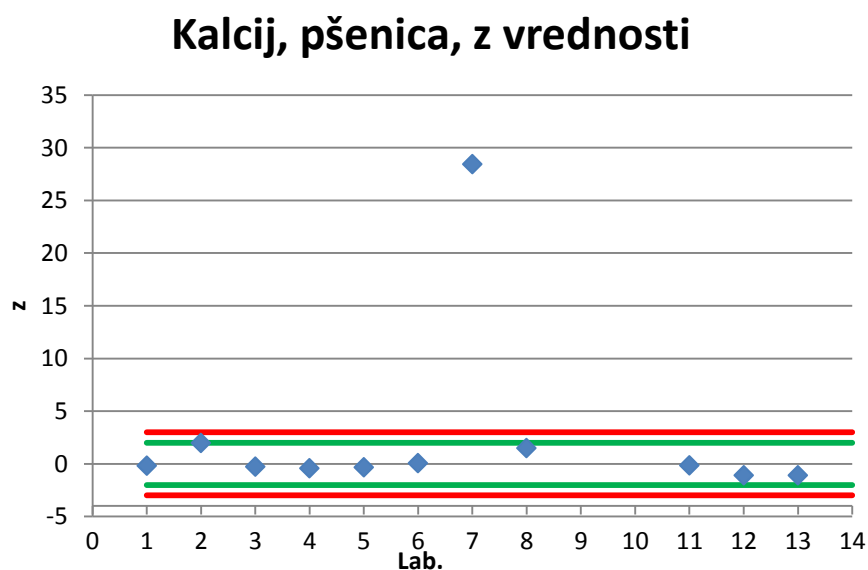
Rezultati analiz elementov v pšenici so dobri. Zaznali smo enega ubežnika, za katerega predvidevamo, da je prišlo do napake pri preračunu rezultatov.

Slika 31: Pšenica – kalcij

Lab.	Ca [g/kg]
1	0,35
2	0,80
3	0,34
4	0,30
5	0,32
6	0,40
7	6,30
8	0,70
9	
10	
11	0,36
12	0,16
13	0,16
14	



Lab.	z
1	-0,19
2	1,98
3	-0,26
4	-0,43
5	-0,33
6	0,06
7	28,45
8	1,50
9	
10	
11	-0,14
12	-1,10
13	-1,10
14	

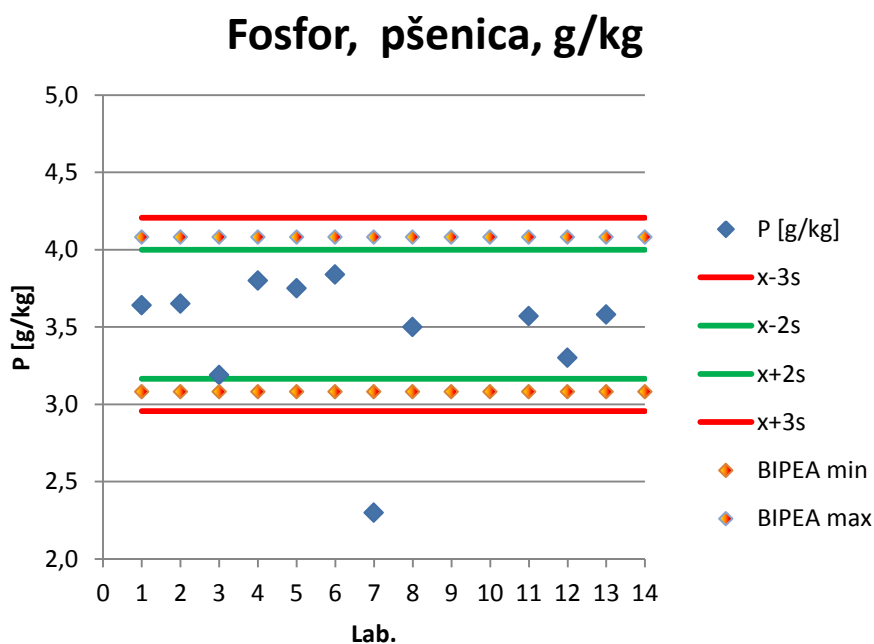


Pri določanju kalcija v pšenici smo zaznali enega ubežnika. Rezultati so bili zelo raztreseni, zato so tolerance meje precej širše od tistih pri BIPEA.

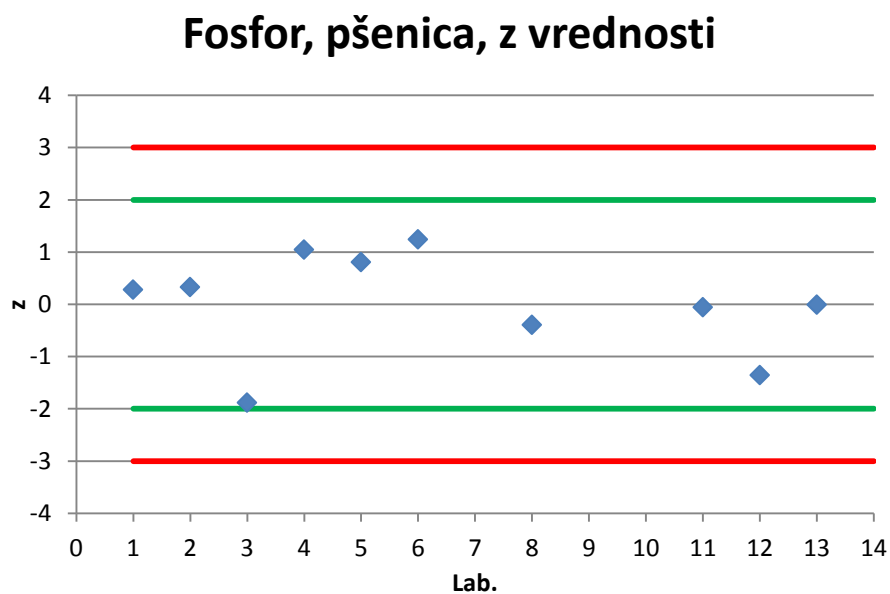
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 32: Pšenica – fosfor

Lab.	P [g/kg]
1	3,64
2	3,65
3	3,19
4	3,80
5	3,75
6	3,84
7	2,30
8	3,50
9	
10	
11	3,57
12	3,30
13	3,58
14	



Lab.	z
1	0,28
2	0,33
3	-1,88
4	1,05
5	0,81
6	1,24
7	-6,16
8	-0,39
9	
10	
11	-0,06
12	-1,35
13	-0,01
14	

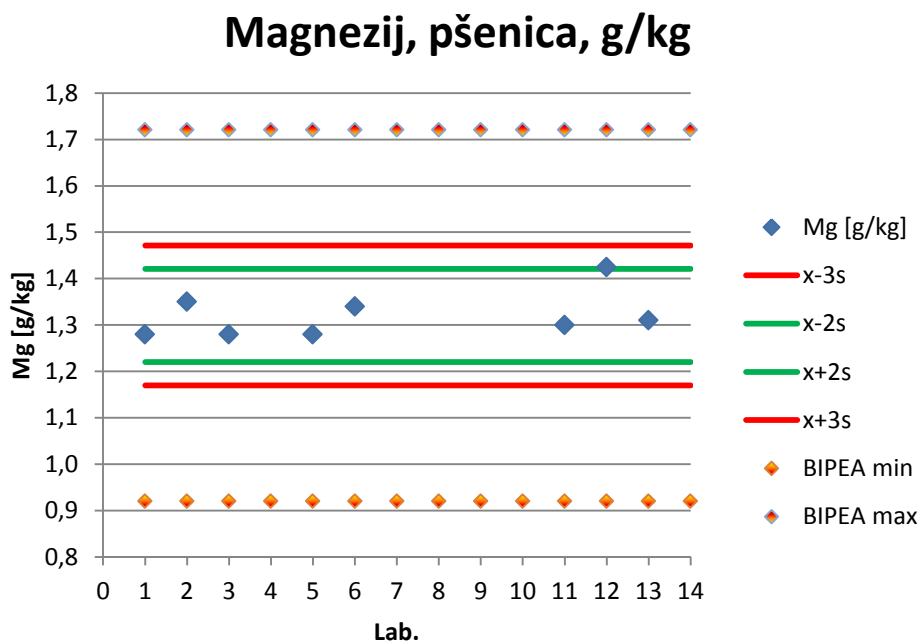


Pri določanju fosforja v pšenici smo zaznali enega ubežnika.

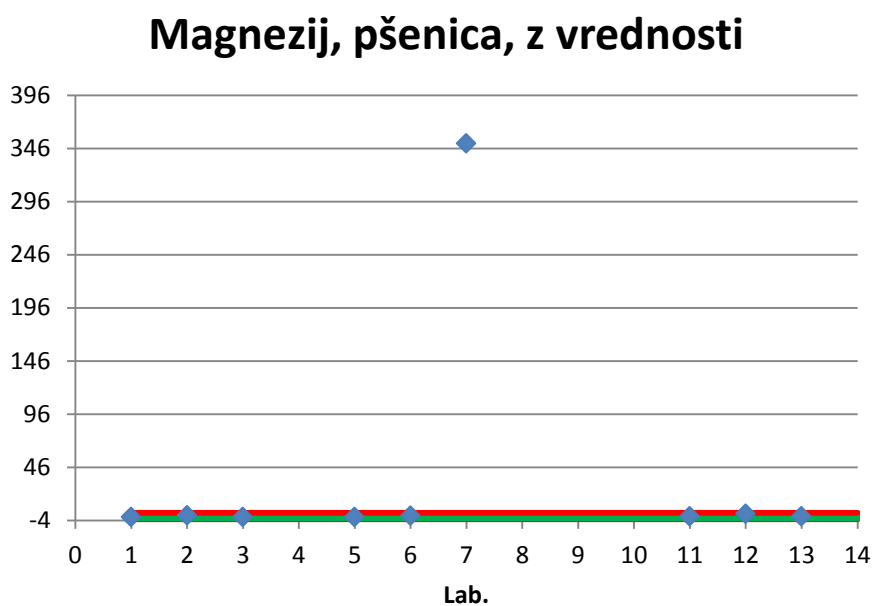
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 33: Pšenica – magnezij

Lab.	Mg [g/kg]
1	1,28
2	1,35
3	1,28
4	
5	1,28
6	1,34
7	
8	
9	
10	
11	1,30
12	1,43
13	1,31
14	



Lab.	z
1	-0,81
2	0,59
3	-0,81
4	
5	-0,81
6	0,39
7	350,57
8	
9	
10	
11	-0,41
12	2,08
13	-0,21
14	

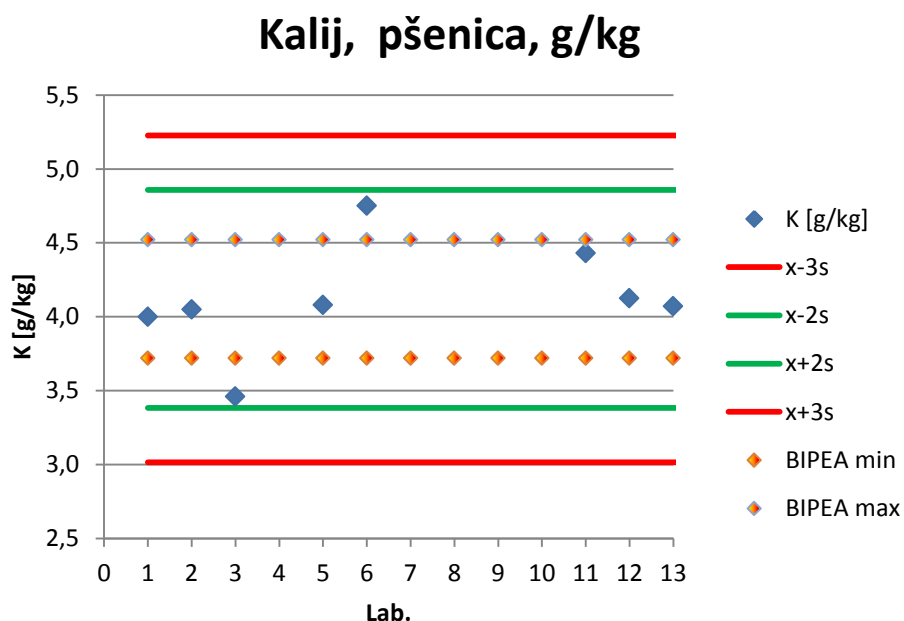


Pri določanju magnezija v pšenici smo zaznali enega ubežnika.

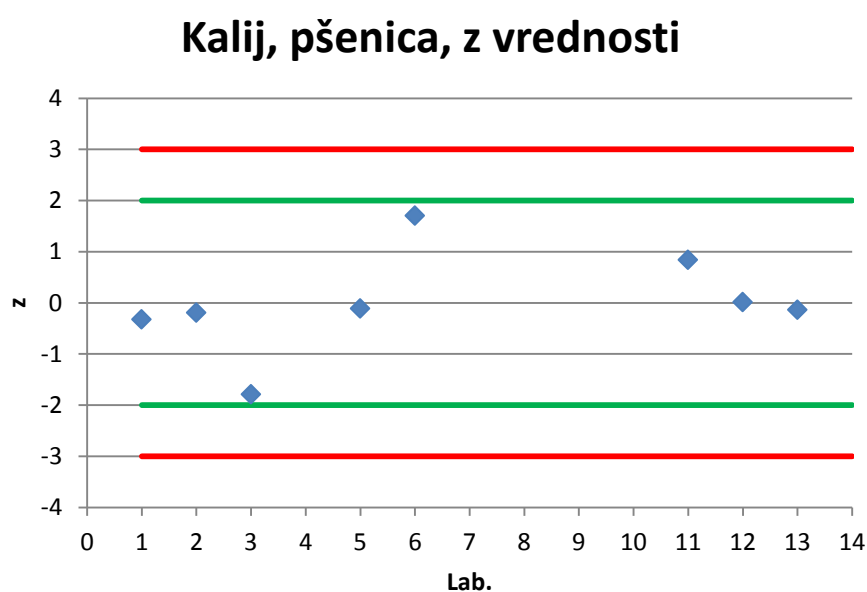
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 34: Pšenica – kalij

Lab.	K [g/kg]
1	4,00
2	4,05
3	3,46
4	
5	4,08
6	4,75
7	
8	
9	
10	
11	4,43
12	4,13
13	4,07
14	



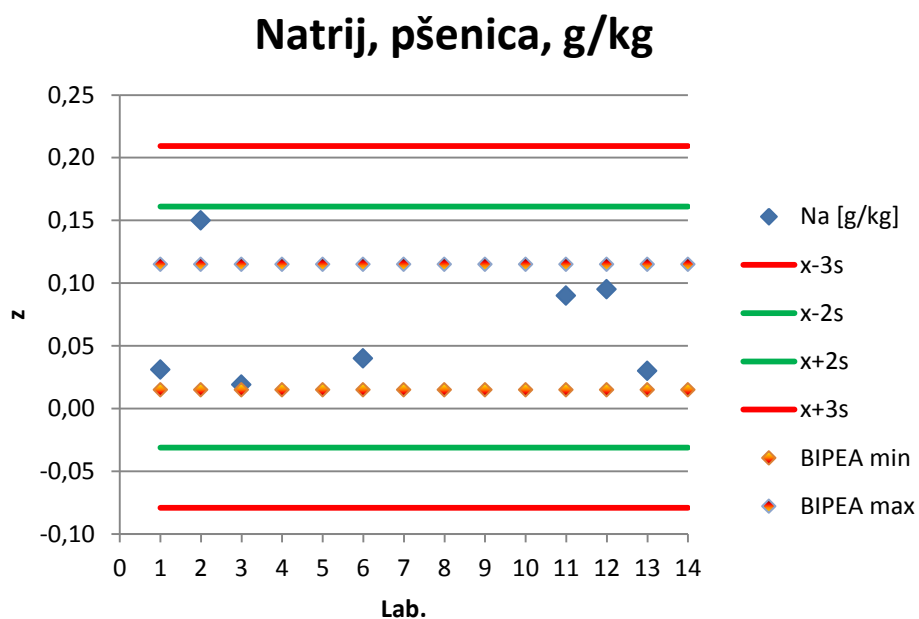
Lab.	z
1	-0,33
2	-0,19
3	-1,79
4	
5	-0,11
6	1,71
7	
8	
9	
10	
11	0,84
12	0,01
13	-0,14
14	



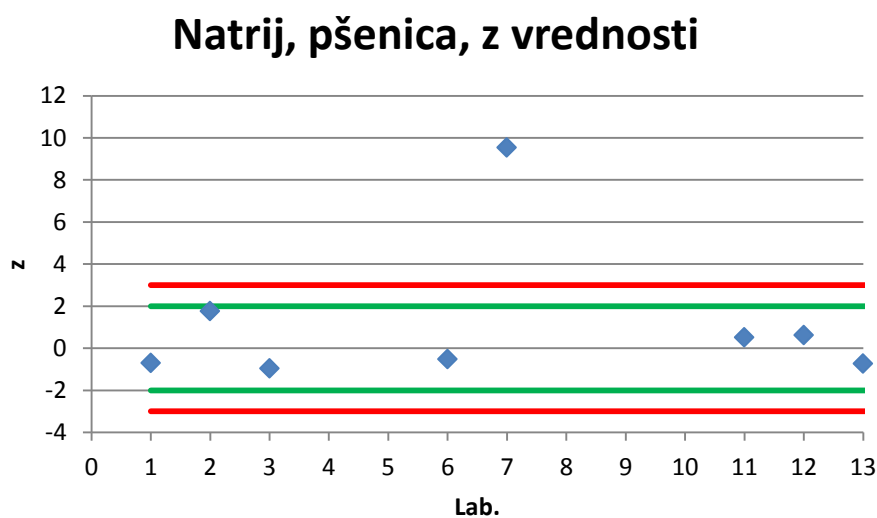
Vsebnost kalija v vzorcu pšenice je bil pri vseh laboratorijih znotraj dovoljenih vrednosti. Dobljene meje so bile višje kot tiste v medlaboratorijski primerjalni shemi BIPEA.

Slika 35: Pšenica – natrij

Lab.	Na [g/kg]
1	0,03
2	0,15
3	0,02
4	
5	
6	0,04
7	0,52
8	
9	
10	
11	0,09
12	0,10
13	0,03
14	



Lab.	z
1	-0,71
2	1,77
3	-0,96
4	
5	
6	-0,52
7	9,54
8	
9	
10	
11	0,52
12	0,62
13	-0,73
14	

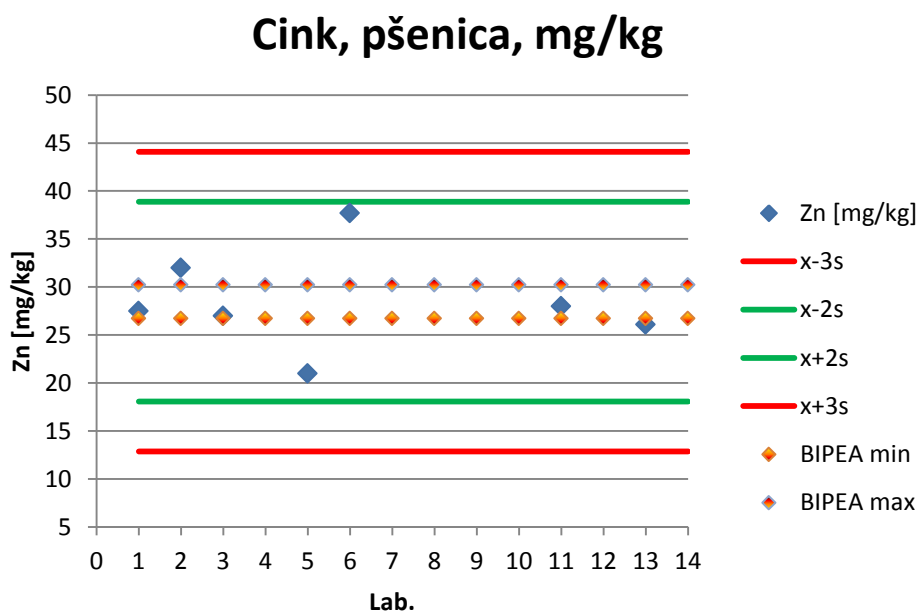


Pri določanju natrija v pšenici smo zaznali enega ubežnika.

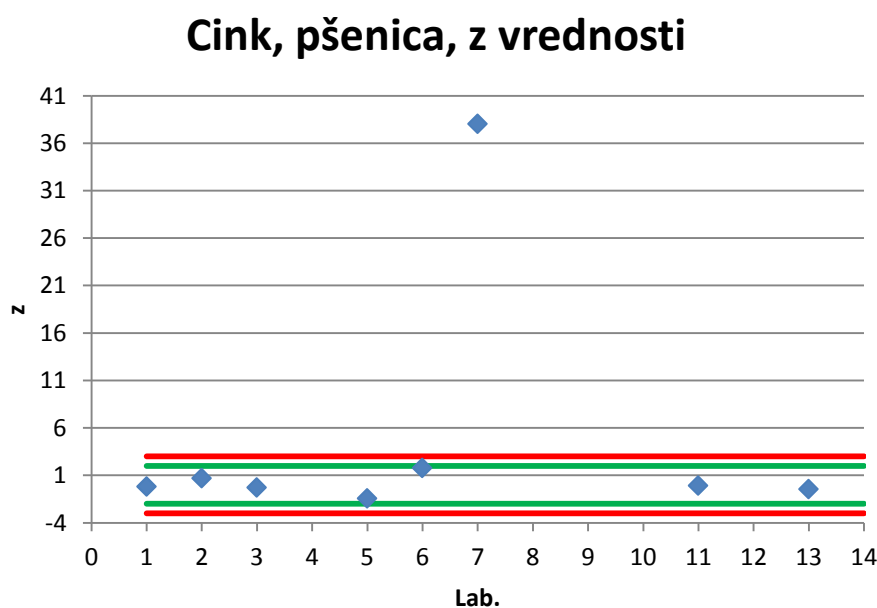
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 36: Pšenica – cink

Lab.	Zn [mg/kg]
1	28
2	32
3	27
4	
5	21
6	38
7	226
8	
9	
10	
11	28
12	
13	26
14	



Lab.	z
1	-0,19
2	0,68
3	-0,28
4	
5	-1,44
6	1,77
7	38,03
8	
9	
10	
11	-0,09
12	
13	-0,46
14	

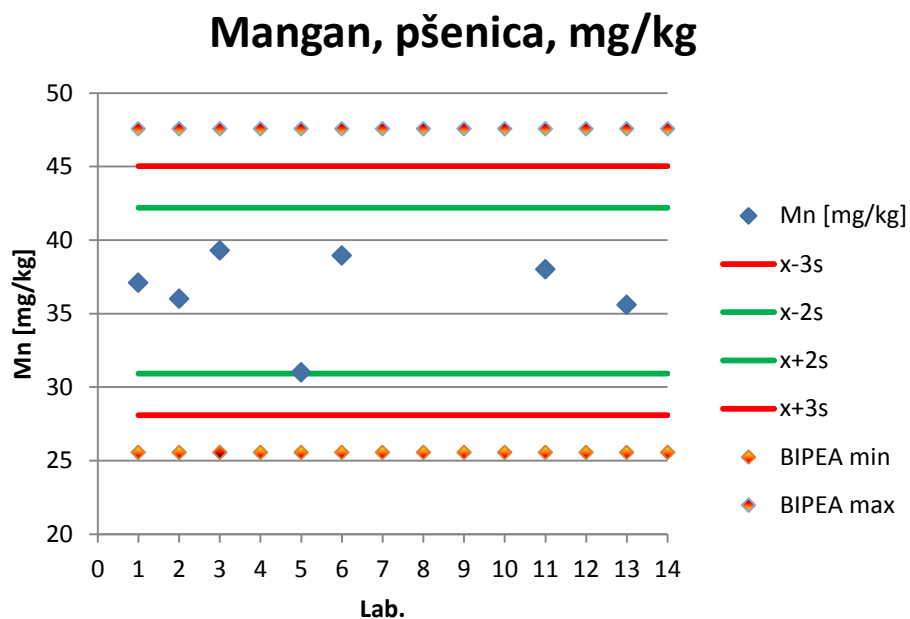


Pri določanju cinka v pšenici smo zaznali enega ubežnika

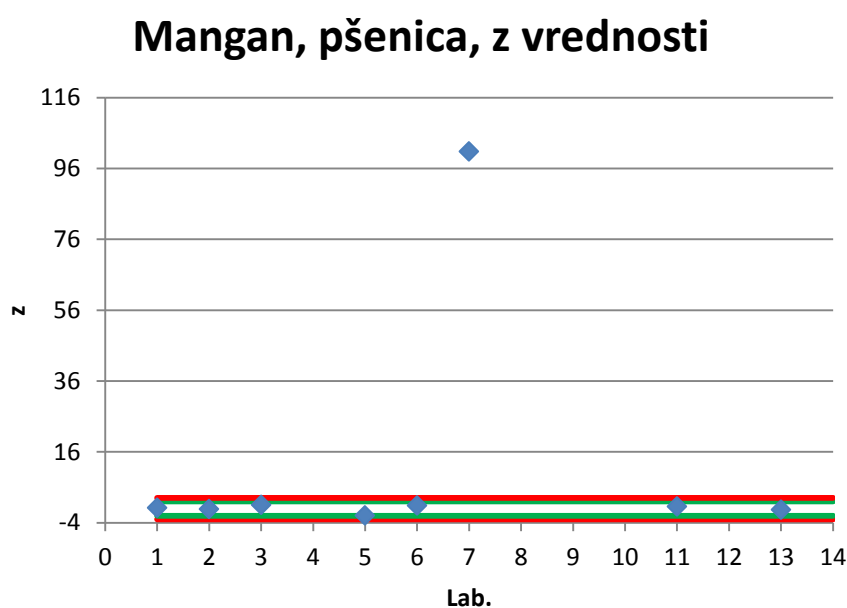
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 37: Pšenica – mangan

Lab.	Mn [mg/kg]
1	37
2	36
3	39
4	
5	31
6	39
7	321
8	
9	
10	
11	38
12	
13	36
14	



Lab.	z
1	0,19
2	-0,20
3	0,97
4	
5	-1,97
6	0,85
7	100,74
8	
9	
10	
11	0,51
12	
13	-0,34
14	



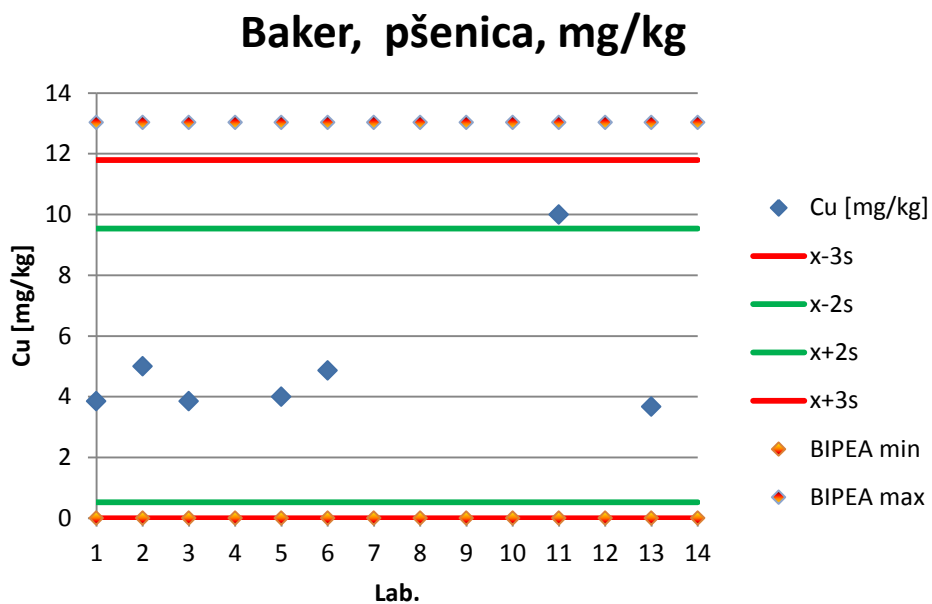
Pri določanju mangana v pšenici smo zaznali enega ubežnika.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

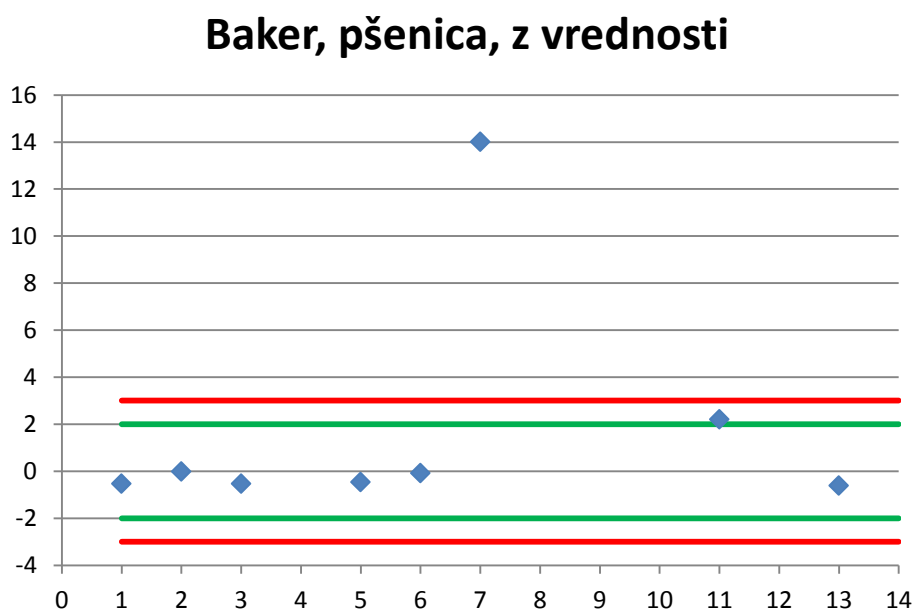
.

Slika 38: Pšenica – baker

Lab.	Cu [mg/kg]
1	4
2	5
3	4
4	
5	4
6	5
7	37
8	
9	
10	
11	10
12	
13	4
14	



Lab.	z
1	-0,53
2	-0,01
3	-0,53
4	
5	-0,46
6	-0,08
7	14,01
8	
9	
10	
11	2,21
12	
13	-0,61
14	



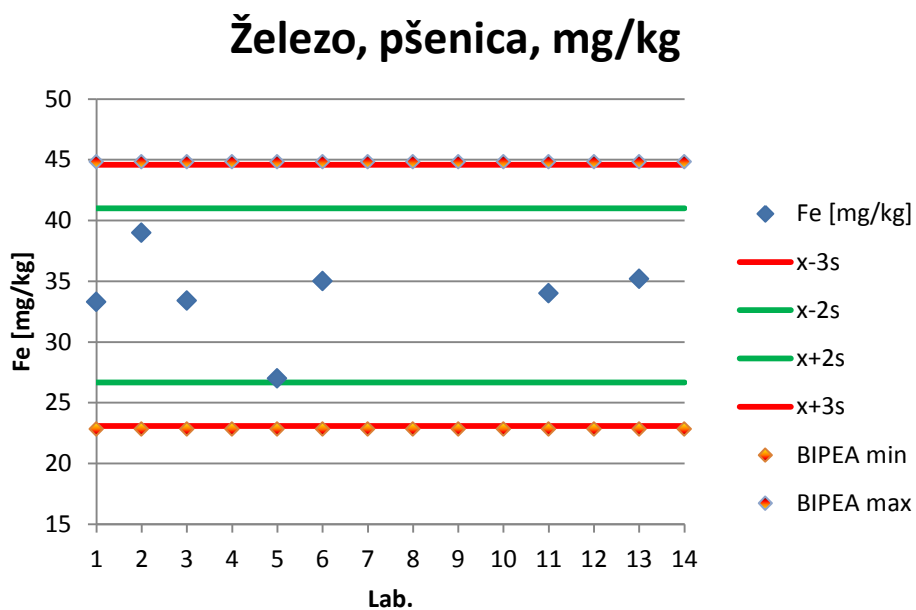
Pri določanju bakra v krmilu za kunce smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

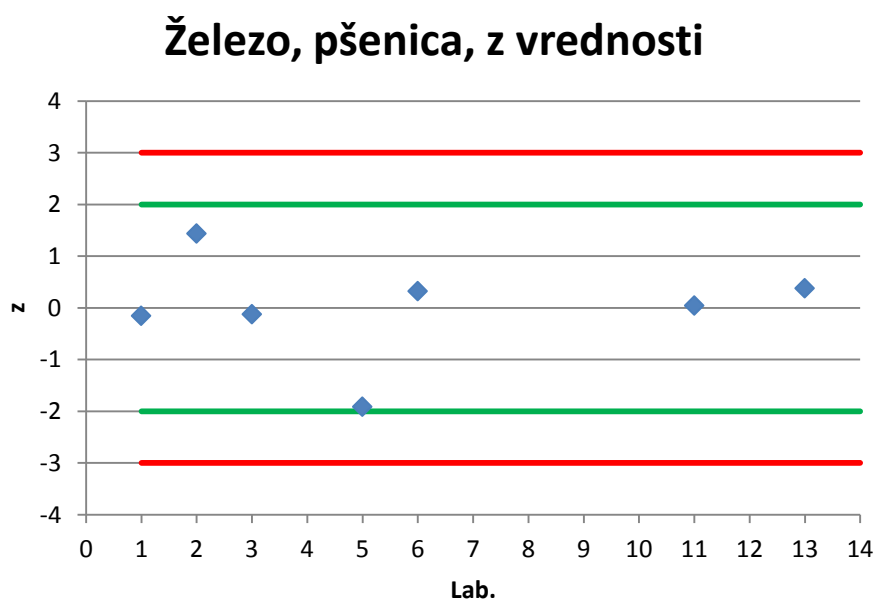
V laboratoriju 11 so za določanje uporabljali standard ISO 6869.

Slika 39: Pšenica – železo

Lab.	Fe [mg/kg]
1	33
2	39
3	33
4	33
5	27
6	35
7	
8	
9	
10	
11	34
12	
13	35
14	



Lab.	z
1	-0,15
2	1,44
3	-0,12
4	
5	-1,91
6	0,32
7	
8	
9	
10	
11	0,04
12	
13	0,38
14	



Pri določanju železa v pšenici so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

8.3. Travná siláža

8.3.1. Travná siláža - Rezultati analiz kakovostnih parametrov

Tabela 25: Travná siláža – parametri kakovosti, rezultati

Laboratorij	SS [g/kg]	SB [g/kg]	SM [g/kg]	ΣM [g/kg]	SV [g/kg]	SP [g/kg]	NP [g/kg]	Škrob [g/kg]	NaCl [g/kg]
1	935	151	33	28	255	72	8,1		
2	949	148	29			73			
3	953	146		32	367	74	8,4		
4	936	150	28	38	280	73			11,8
5	948	152	32	30	270	73	9,0		
6	956	147	32	26	282	71	8,1		
7	950	155	35	42	247	72	7,9		
8	953	155	25		289	71			
9	948	153	34	26		74			
10	961	154		13		61			
11	952	148	32	26	264	74	9,9		
12	932	152				70			
13	949	154	47	39	267	73	8,7		
14	932	149		42	229	73			
število podatkov	14	14	10	11	10	14	7		
korrigirano povprečje	947	151	31	31	269	73	8,58		
mediana	949	152	32	28	269	73	8,70		
standardni odmik	9	3	3	8	14	3	0,68		
relativni standardni odmik	1	2	11	25	5	5	7,87		
min	932	146	25	13	229	61	7,90		
max	961	155	47	42	367	74	9,85		
x - 2s	930	145	25	16	241	66	7,23		
x + 2s	964	158	38	47	297	79	9,93		
x - 3s	921	141	21	8	227	63	6,55		
x + 3s	972	161	41	54	311	83	10,60		
odmik BIPEA	6	8	6	10	20	5	4		
toleranca - 2s	17	6	7	15	28	7	1,4		

Tabela 26: Travna silaža – z vrednosti

z vrednosti							
Laboratorij	SS	SB	SM	ΣM	SV	SP	NP
1	-1,38	-0,04	0,65	-0,45	-1,02	-0,12	-0,69
2	0,26	-0,88	-0,54			0,03	
3	0,73	-1,59		0,06	6,98	0,48	-0,28
4	-1,23	-0,48	-0,95	0,95	0,73	0,18	
5	0,14	0,27	0,26	-0,14	0,06	0,09	0,63
6	1,08	-1,24	0,32	-0,59	0,90	-0,40	-0,72
7	0,36	1,29	1,25	1,44	-1,57	-0,15	-1,00
8	0,70	1,20	-2,01		1,41	-0,48	
9	0,18	0,70	0,73	-0,69		0,48	
10	1,72	0,95		-2,34		-3,50	
11	0,60	-0,97	0,29	-0,64	-0,37	0,36	1,88
12	-1,76	0,41				-0,71	
13	0,30	0,95	4,76	1,03	-0,15	0,03	0,18
14	-1,69	-0,57		1,38	-2,88	0,21	

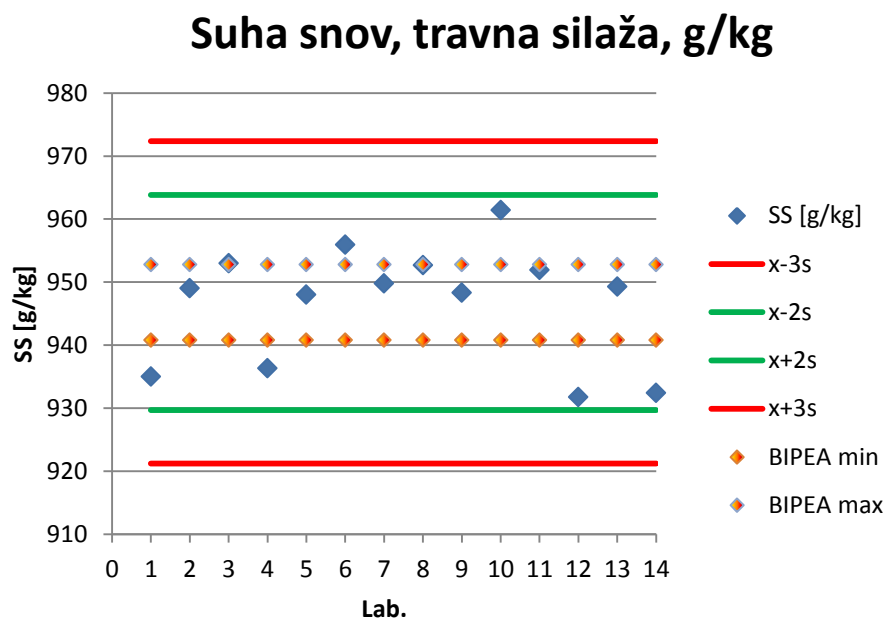
Pri določanju suhe snovi, surovih beljakovin in netopnega pepela v travni silaži, so bili vsi vzorci znotraj tolerančnih mej.

Pri določanju skupnih maščob smo zaznali en vprašljiv rezultat.

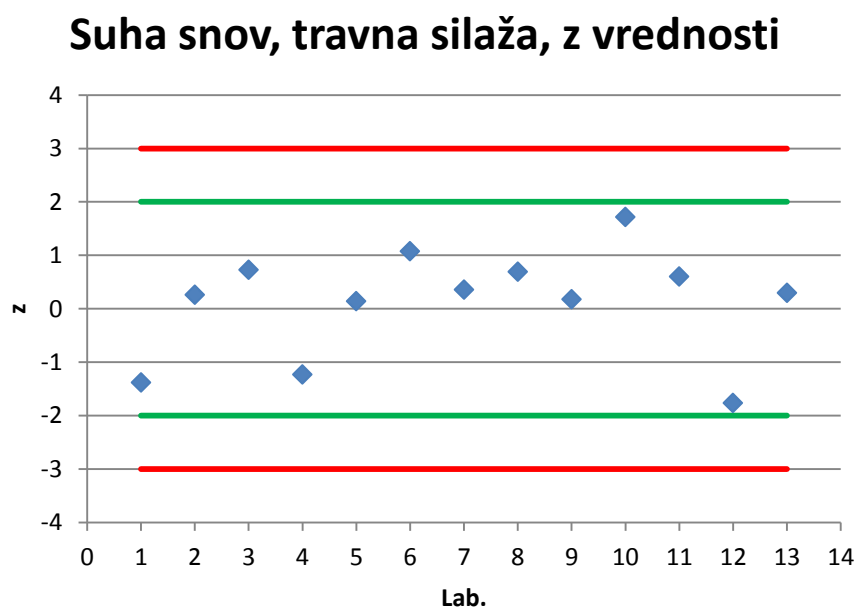
Pri določanju surovih maščob in surove vlaknine smo zaznali po en vprašljiv rezultat in enega ubežnika, pri določanju surovega pepela pa enega ubežnika.

Slika 40: Travna silaža – suha snov

Lab.	SS [g/kg]
1	935
2	949
3	953
4	936
5	948
6	956
7	950
8	953
9	948
10	961
11	952
12	932
13	949
14	932



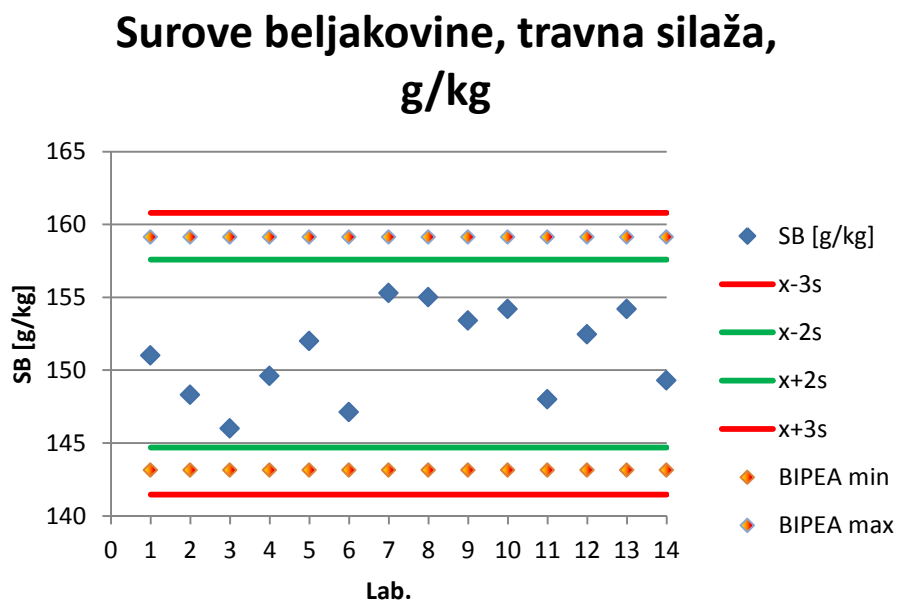
Lab.	z
1	-1,38
2	0,26
3	0,73
4	-1,23
5	0,14
6	1,08
7	0,36
8	0,70
9	0,18
10	1,72
11	0,60
12	-1,76
13	0,30
14	-1,69



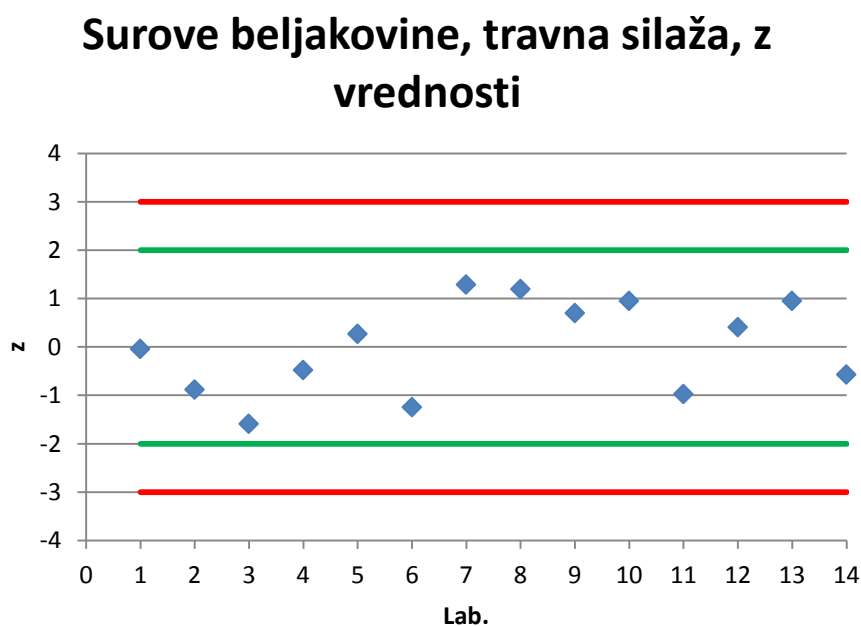
Pri določanju suhe snovi v travni silaži so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 41: Travna silaža – surove beljakovine

Lab.	SB [g/kg]
1	151
2	148
3	146
4	150
5	152
6	147
7	155
8	155
9	153
10	154
11	148
12	152
13	154
14	149



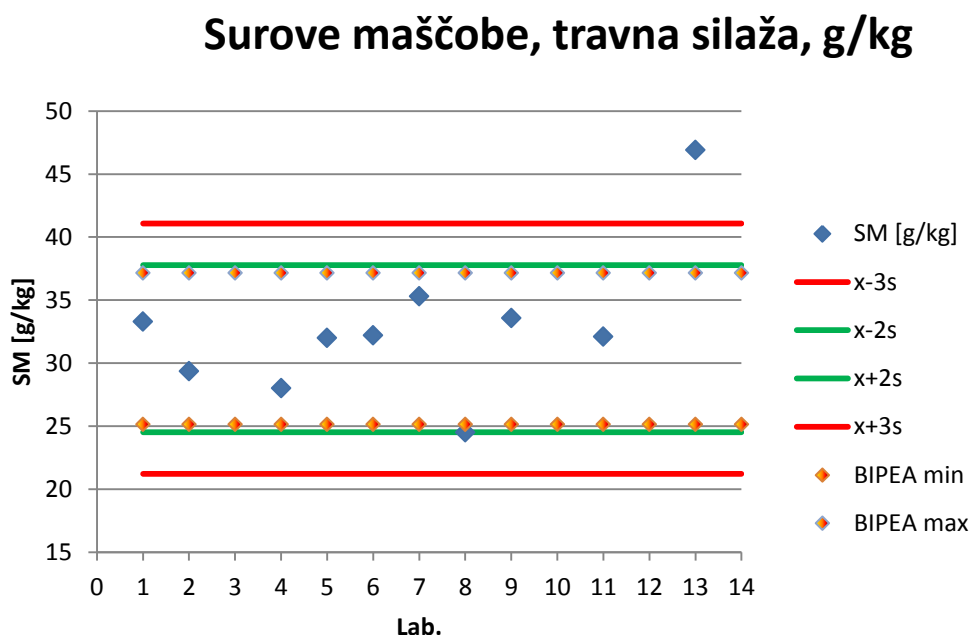
Lab.	z
1	-0,04
2	-0,88
3	-1,59
4	-0,48
5	0,27
6	-1,24
7	1,29
8	1,20
9	0,70
10	0,95
11	-0,97
12	0,41
13	0,95
14	-0,57



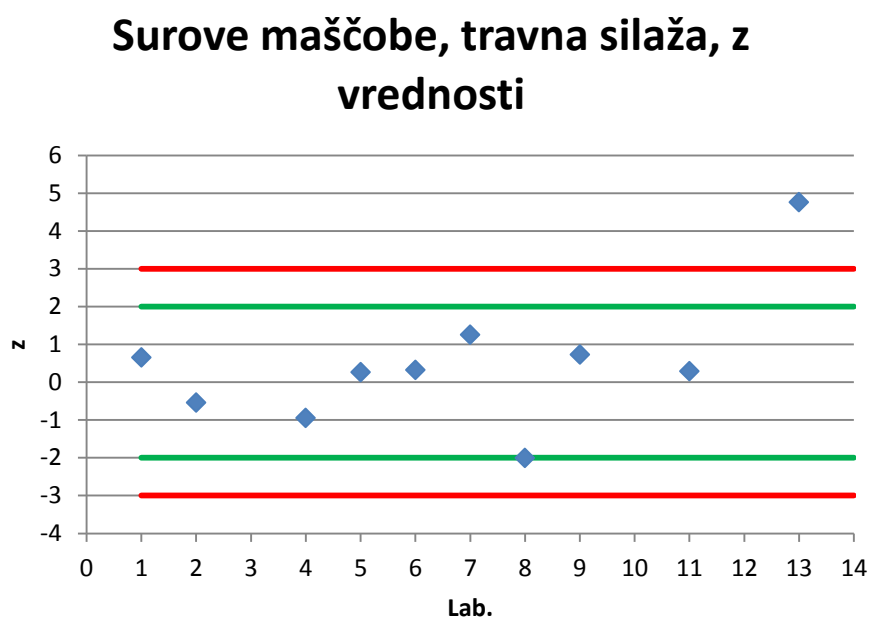
Pri določanju surovih beljakovin v travni silaži so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 42: Travna silaža – surove maščobe

Lab.	SM [g/kg]
1	33
2	29
3	
4	28
5	32
6	32
7	35
8	25
9	34
10	
11	32
12	
13	47
14	



Lab.	z
1	0,65
2	-0,54
3	
4	-0,95
5	0,26
6	0,32
7	1,25
8	-2,01
9	0,73
10	
11	0,29
12	
13	4,76
14	



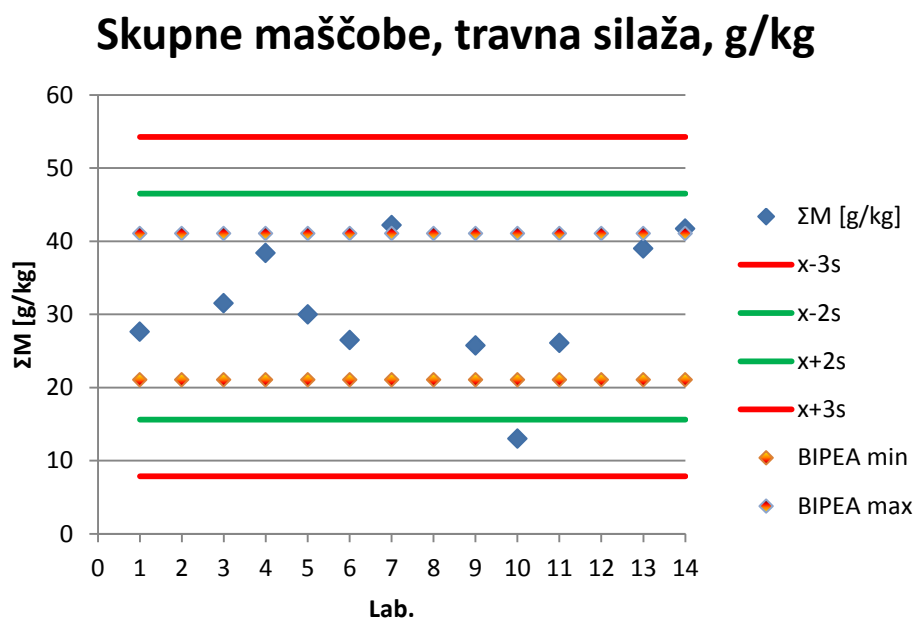
Pri določanju surovih maščob v travni silaži smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 13 so uporabljali ekstrakcijo z dietiletom, 3h. Ekstrakcijo z dietiletom sta uporabljala tudi laboratorija 4 in 7, a pri njiju ni prišlo do odstopanj.

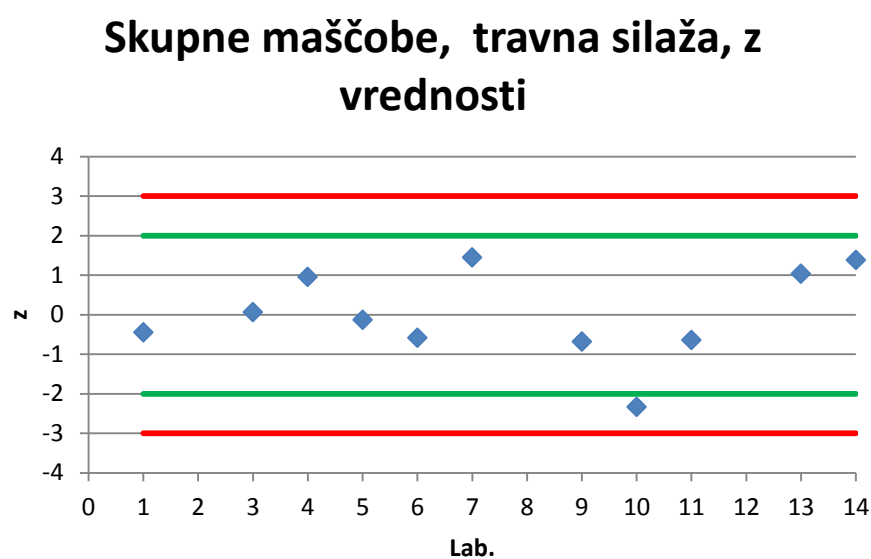
V laboratoriju 8 so za ekstrakcijo uporabljal tetrakloretilen, 5 min. Drugo topilo in čas ekstrakcije sta lahko povzročila majhno odstopanje rezultata.

Slika 43: Travná siláža – skupne maščobe

Lab.	ΣM [g/kg]
1	28
2	
3	32
4	38
5	30
6	26
7	42
8	
9	26
10	13
11	26
12	
13	39
14	42



Lab.	z
1	-0,45
2	
3	0,06
4	0,95
5	-0,14
6	-0,59
7	1,44
8	
9	-0,69
10	-2,34
11	-0,64
12	
13	1,03
14	1,38

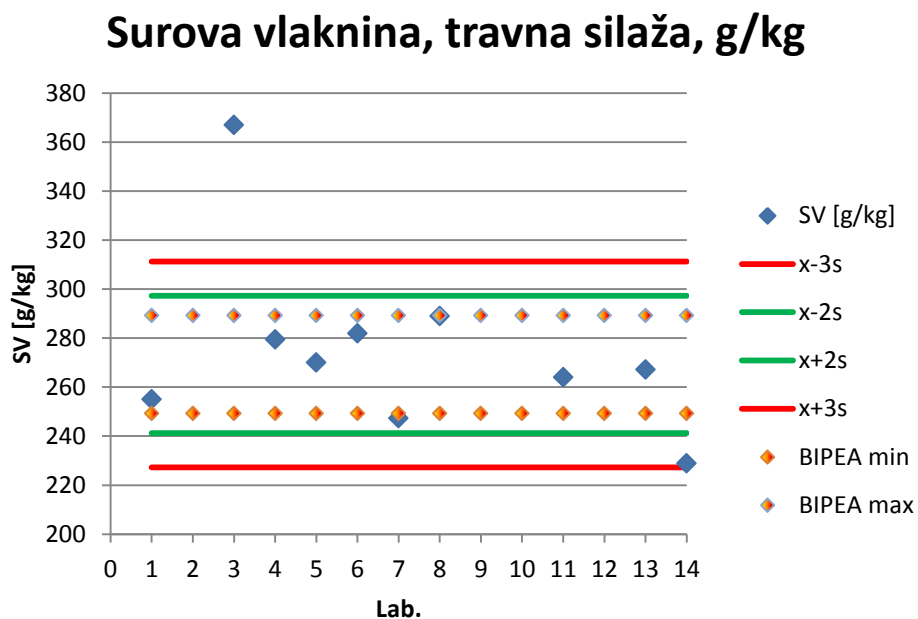


Pri določanju skupnih maščob v travni siláži smo zaznali en vprašljiv rezultat.

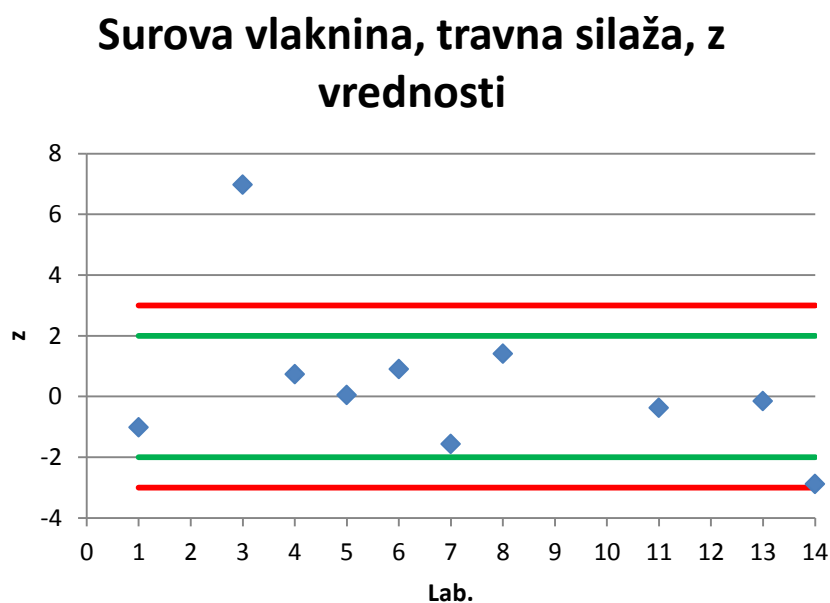
V laboratoriju 10 so vzorec hidrolizirali 30 min s 100 mL 4M HCl, preostanek pa je ekstrahirali s petroletrom 1,5h.

Slika 44: Travna silaža – surova vlaknina

Lab.	SV [g/kg]
1	255
2	
3	367
4	280
5	270
6	282
7	247
8	289
9	
10	
11	264
12	
13	267
14	229



Lab.	z
1	-1,02
2	
3	6,98
4	0,73
5	0,06
6	0,90
7	-1,57
8	1,41
9	
10	
11	-0,37
12	
13	-0,15
14	-2,88

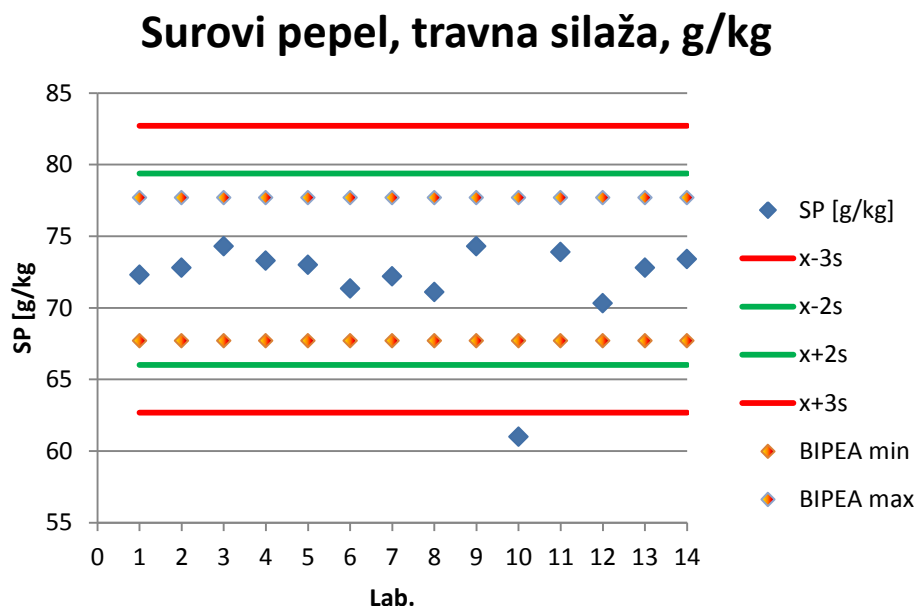


Pri določanju surovih vlaknin v travni silaži smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

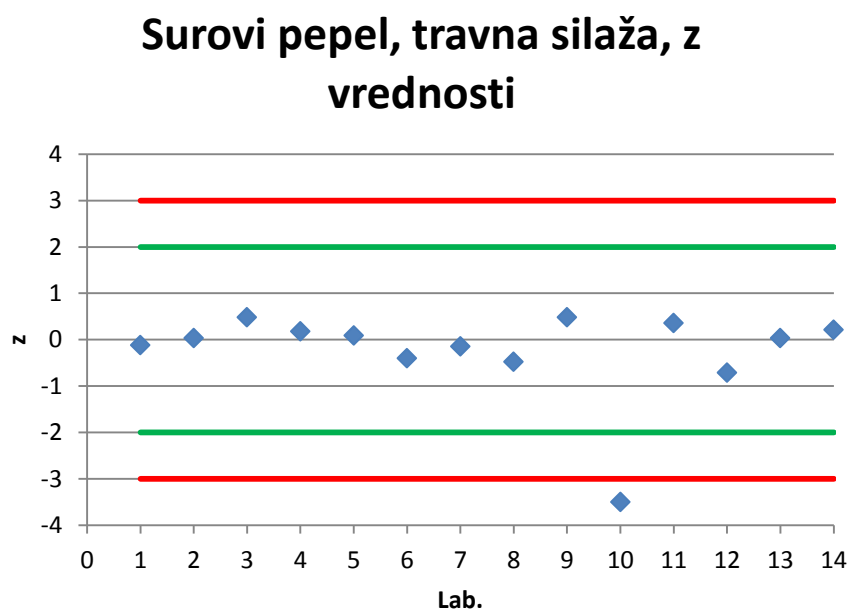
Od laboratorijev 3 in 14 nismo prejeli podatkov o metodah, s katerimi sta izvajala analize.

Slika 45: Travna silaža – surovi pepel

Lab.	SP [g/kg]
1	72
2	73
3	74
4	73
5	73
6	71
7	72
8	71
9	74
10	61
11	74
12	70
13	73
14	73



Lab.	z
1	-0,12
2	0,03
3	0,48
4	0,18
5	0,09
6	-0,40
7	-0,15
8	-0,48
9	0,48
10	-3,50
11	0,36
12	-0,71
13	0,03
14	0,21

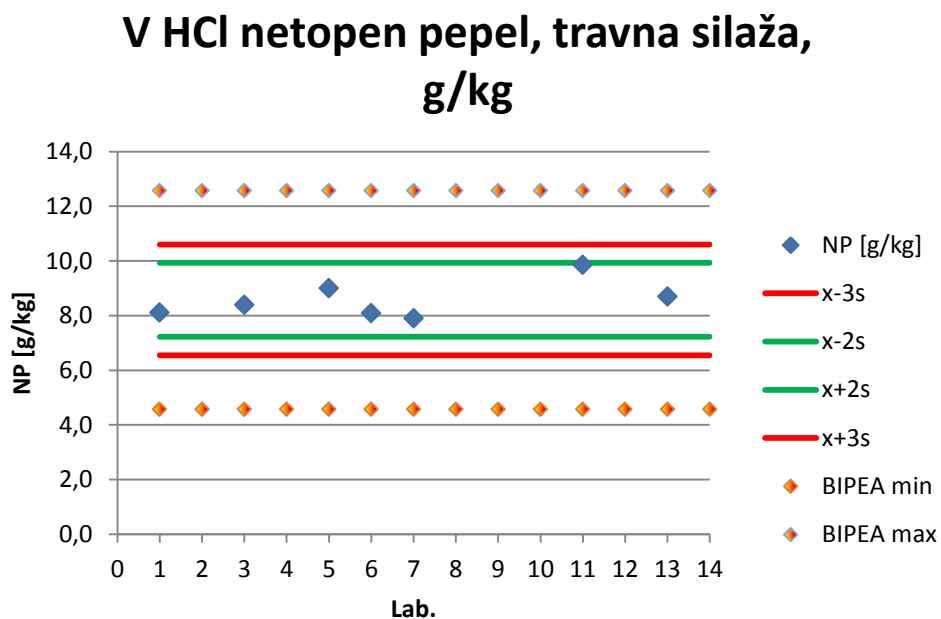


Pri določanju surovega pepela v travni silaži smo zaznali enega ubežnika.

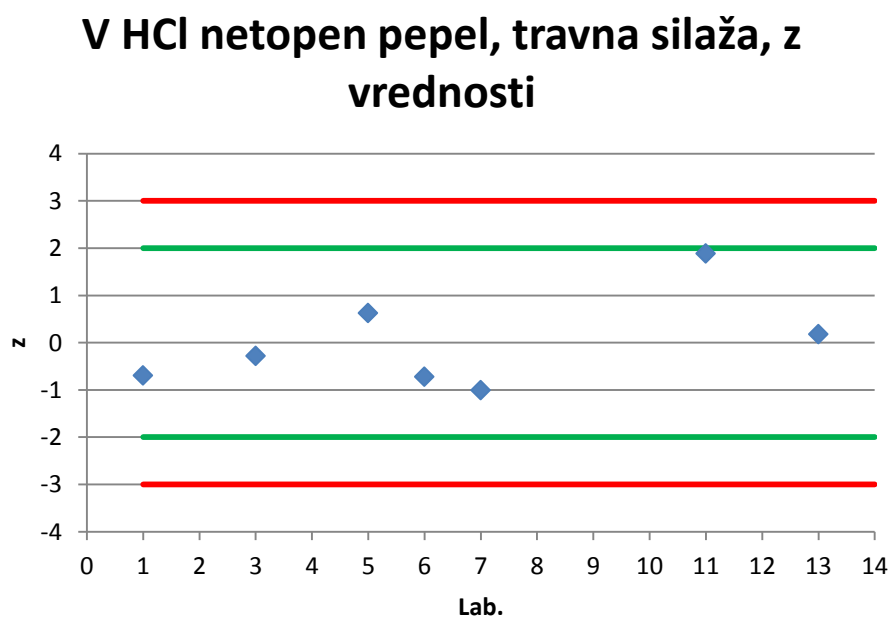
V laboratoriju 10 so vzorec sežigali 90 – 120 min pri 800 – 850 °C, kar je verjetno vodilo do nizkega rezultata.

Slika 46: Travna silaža – pepel, netopen v HCl

Lab.	NP [g/kg]
1	8,11
2	
3	8,39
4	
5	9,00
6	8,09
7	7,90
8	
9	
10	
11	9,85
12	
13	8,70
14	



Lab.	z
1	-0,69
2	
3	-0,28
4	
5	0,63
6	-0,72
7	-1,00
8	
9	
10	
11	1,88
12	
13	0,18
14	



Pri določanju pepela, netopnega v HCl v travni silaži so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

8.3.2. Travna silaža - Rezultati analiz elementov

Tabela 27: Travna silaža – elementi, rezultati

Laboratorij	Ca [g/kg]	P [g/kg]	Mg [g/kg]	K [g/kg]	Na [g/kg]	Zn [mg/kg]	Mn [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Fe [mg/kg]
1	8,75	3,95	2,03	19,50	1,34	29	18	9	160
2	9,75	3,90	2,05	17,95	1,20	33	20	10	133
3	8,15	4,31	1,97	16,70	1,54	29	19	9	123
4	9	4,20							
5	8,4	4,01	2,04	19,00	1,48	23	19	9	129
6	8,82	4,01	2,43	19,89	1,71	46	22	12	137
7	10,9	4,90	27,14		7,77	249	104	93	
8	7,1	4,20							
9									
10									
11	8,66	3,99	2,13	19,70	1,56	30	21	11	132
12	9,55	3,35	2,10	17,13	2,50				
13	8,83	3,84	2,07	19,33	1,64	30	19	10	132
14	6,3								
število podatkov	12	11	9	8	9	8	8	8	7
korigirano povprečje	8,68	4,06	2,10	18,65	1,62	31,10	19,58	10,00	130,98
mediana	8,75	4,00	2,06	19,17	1,55	29,60	19,00	9,67	132,40
standardni odmik	1,01	0,26	0,14	1,23	0,39	7,02	1,37	1,30	4,67
relativni standardni odmik	11,60	6,52	6,69	6,59	24,08	22,57	7,00	13,00	3,57
min	6,30	3,35	1,97	16,70	1,20	23,00	18,20	8,67	123,00
max	10,90	4,90	27,14	19,89	7,77	249,30	104,19	92,66	160,00
x - 2s	6,67	3,53	1,82	16,19	0,84	17,06	16,84	7,40	121,64
x + 2s	10,70	4,59	2,38	21,11	2,40	45,14	22,32	12,60	140,33
x - 3s	5,66	3,27	1,68	14,96	0,45	10,04	15,47	6,10	116,96
x + 3s	11,71	4,85	2,52	22,34	2,79	52,16	23,69	13,90	145,00
odmik BIPEA	1,3	0,4	0,5	1,4	0,5	3	5	8	33
toleranca - 2s	2,0	0,5	0,3	2,5	0,8	14,0	2,7	2,6	9,3

Tabela 28: Travna silaža – elementi, z vrednosti

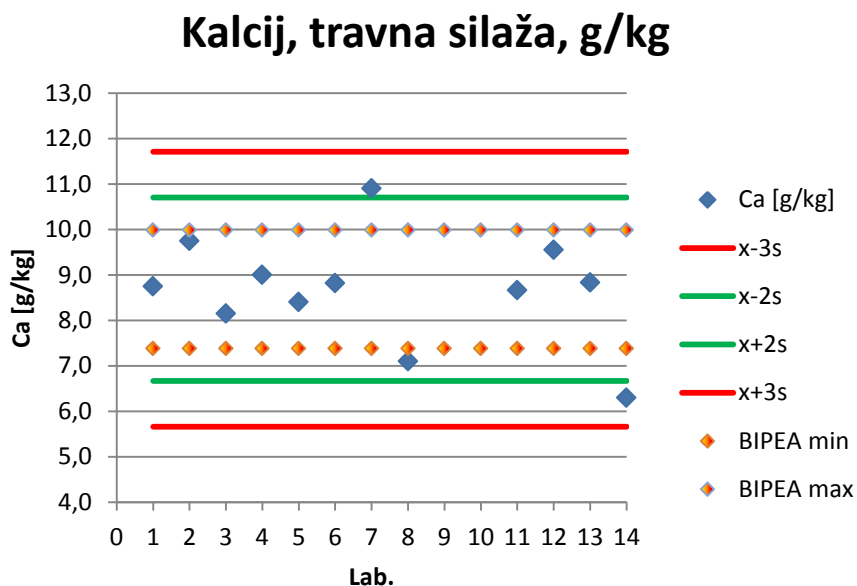
z vrednosti									
Laboratorij	Ca	P	Mg	K	Na	Zn	Mn	Cu	Fe
1	0,07	-0,42	-0,52	0,69	-0,72	-0,37	-1,01	-1,03	6,21
2	1,06	-0,60	-0,37	-0,57	-1,08	0,20	0,31	0,00	0,32
3	-0,53	0,94	-0,94	-1,59	-0,21	-0,37	-0,71	-0,55	-1,71
4	0,31	0,53							
5	-0,28	-0,19	-0,44	0,29	-0,36	-1,15	-0,42	-0,77	-0,42
6	0,13	-0,19	2,33		0,23	2,07	1,58	1,84	1,29
7	2,20	3,17	178,00		15,76	31,08	61,74	63,57	
8	-1,57	0,53							
9									
10									
11	-0,02	-0,26	0,20	0,86	-0,16	-0,16	1,04	0,77	0,22
12	0,86	-2,68	-0,02	-1,24	2,25				
13	0,14	-0,83	-0,23	0,55	0,05	-0,21	-0,79	-0,26	0,30
14	-2,37								

Rezultati analiz elementov v travni silaži so dobri. Zaznali smo ubežnika, za katerega predvidevamo, da je prišlo do napake pri preračunu rezultatov.

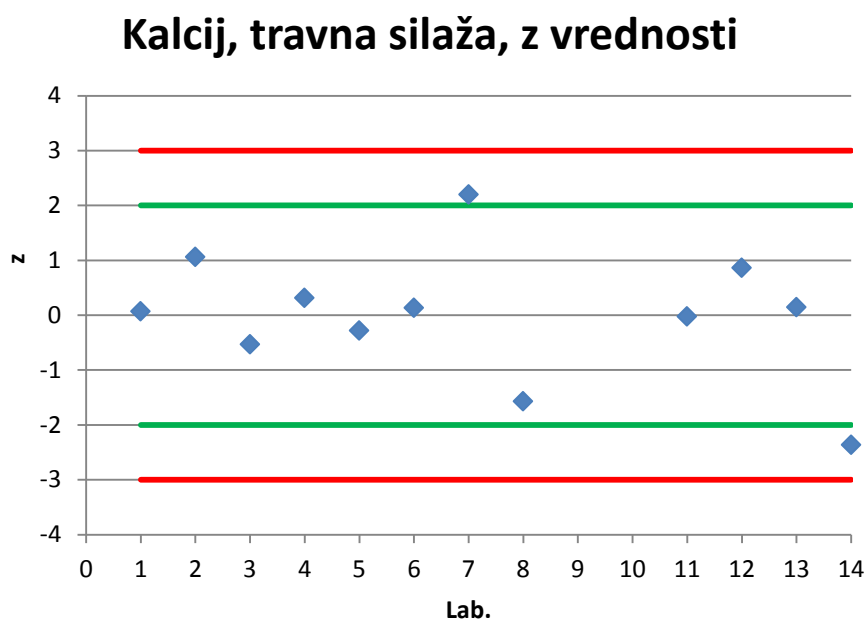
Do manjših odstopanj je prišlo tudi pri določanju kalcija, fosforja, magnezija, natrija in cinka.

Slika 47: Travna silaža – kalcij

Lab.	Ca [g/kg]
1	8,75
2	9,75
3	8,15
4	9,00
5	8,40
6	8,82
7	10,90
8	7,10
9	
10	
11	8,66
12	9,55
13	8,83
14	6,30



Lab.	z
1	0,07
2	1,06
3	-0,53
4	0,31
5	-0,28
6	0,13
7	2,20
8	-1,57
9	
10	
11	-0,02
12	0,86
13	0,14
14	-2,37

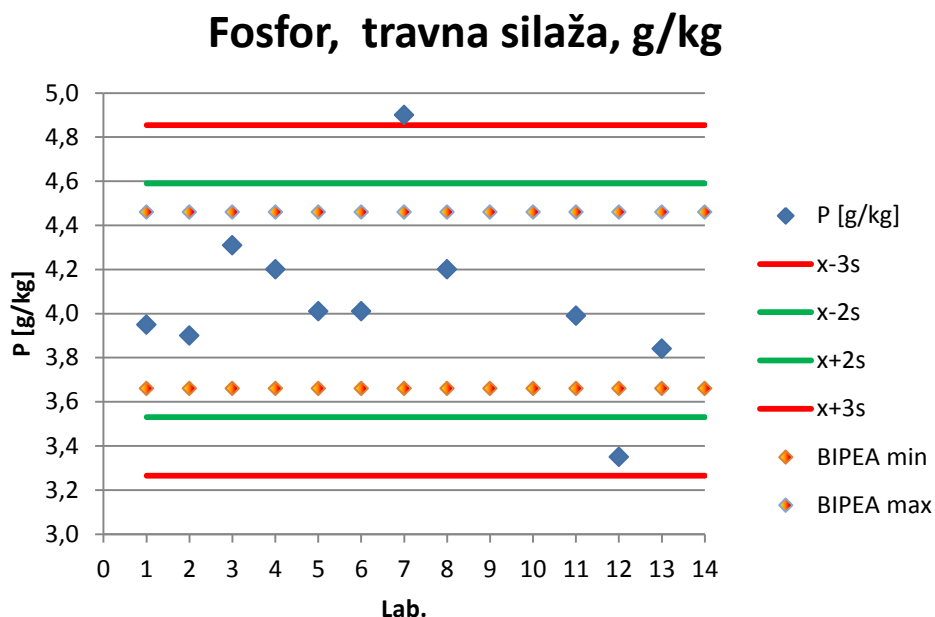


Pri določanju kalcija v travni silaži smo zaznali dva vprašljiva rezultata.

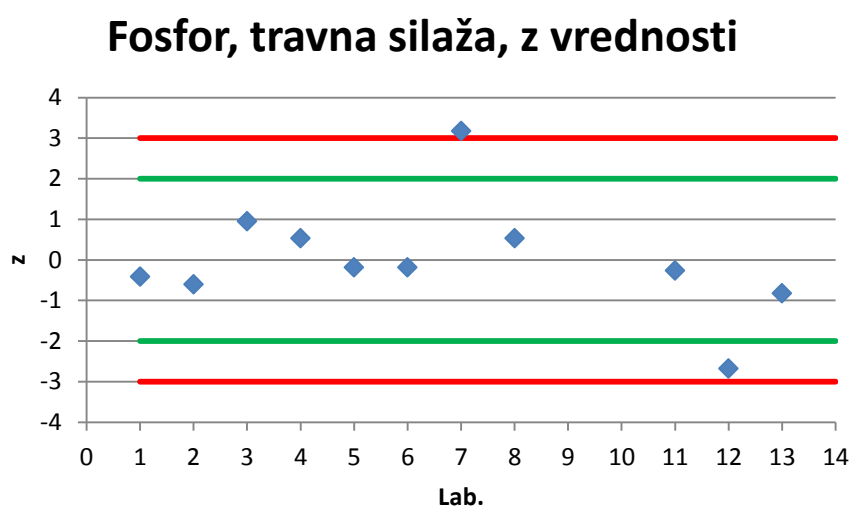
Od laboratorija 7 in 14 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz.

Slika 48: Travna silaža – fosfor

Lab.	P [g/kg]
1	3,95
2	3,90
3	4,31
4	4,20
5	4,01
6	4,01
7	4,90
8	4,20
9	
10	
11	3,99
12	3,35
13	3,84
14	



Lab.	z
1	-0,42
2	-0,60
3	0,94
4	0,53
5	-0,19
6	-0,19
7	3,17
8	0,53
9	
10	
11	-0,26
12	-2,68
13	-0,83
14	



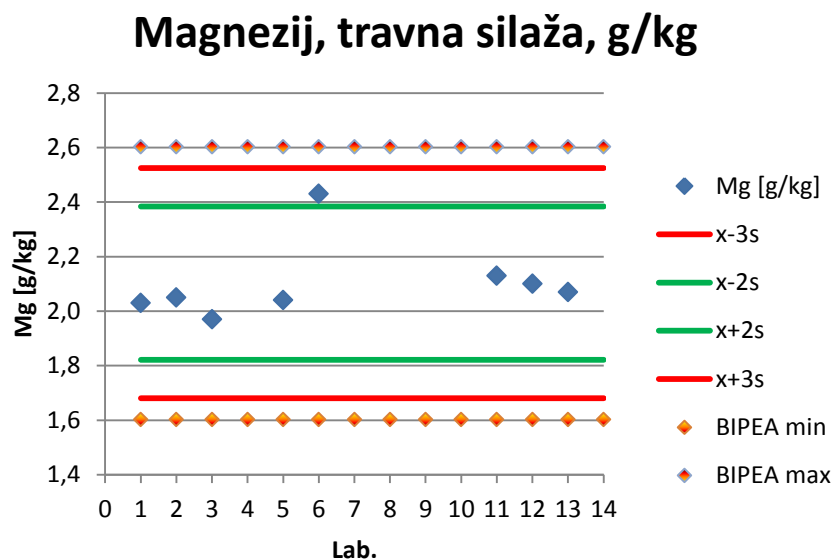
Pri določanju fosforja v travni silaži smo zaznali dva vprašljiva rezultata.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz.

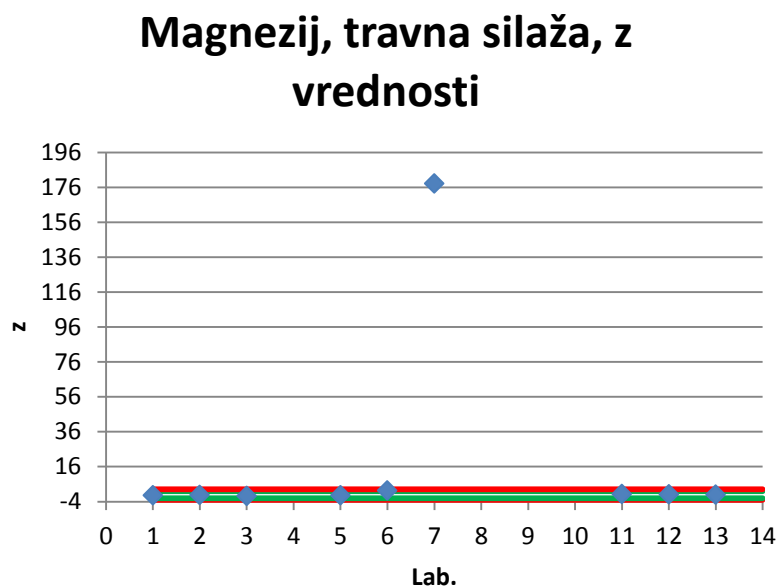
V laboratoriju 12 so izvajali kislini razklop pepela in spektrofotometrično določanje z MV reagentom. Absorbanco so merili pri 406 nm, medtem ko so ostali laboratoriji merili absorbanco pri 425 – 440 nm.

Slika 49: Travna silaža – magnezij

Lab.	Mg [g/kg]
1	2,03
2	2,05
3	1,97
4	
5	2,04
6	2,43
7	27,14
8	
9	
10	
11	2,13
12	2,10
13	2,07
14	



Lab.	z
1	-0,52
2	-0,37
3	-0,94
4	
5	-0,44
6	2,33
7	178,00
8	
9	
10	
11	0,20
12	-0,02
13	-0,23
14	



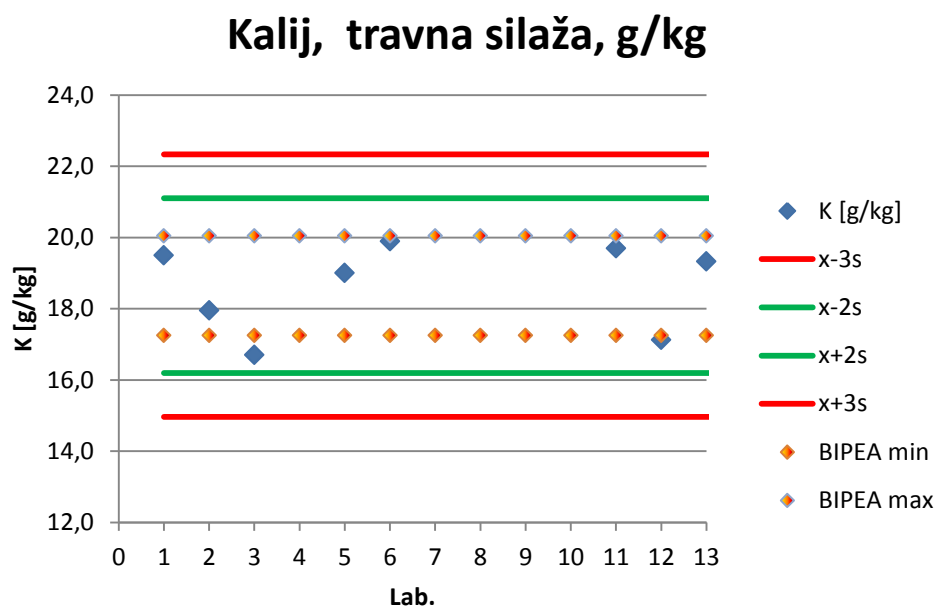
Pri določanju magnezija v travni silaži smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz., glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

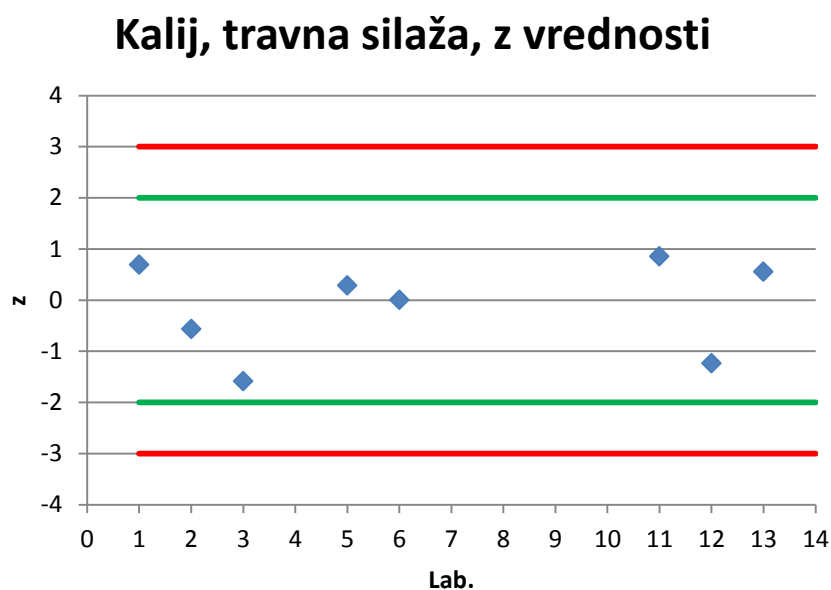
V laboratoriju 6 so analize izvajali po AOAC metodi, absorbcijo je meril pri 285,2 nm, kar je bilo skupno vsem laboratorijem.

Slika 50: Travna silaža – kalij

Lab.	K [g/kg]
1	19,50
2	17,95
3	16,70
4	
5	19,00
6	19,89
7	
8	
9	
10	
11	19,70
12	17,13
13	19,33
14	



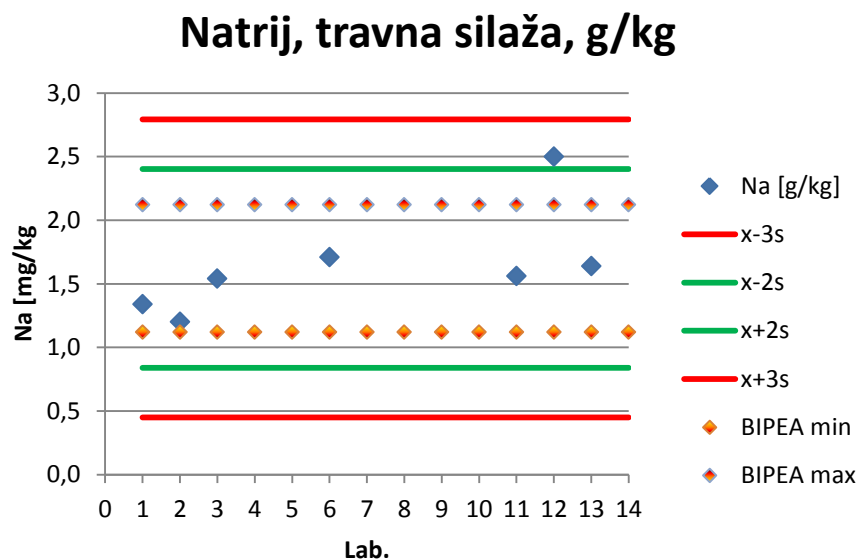
Lab.	z
1	0,69
2	-0,57
3	-1,59
4	
5	0,29
6	0,00
7	
8	
9	
10	
11	0,86
12	-1,24
13	0,55
14	



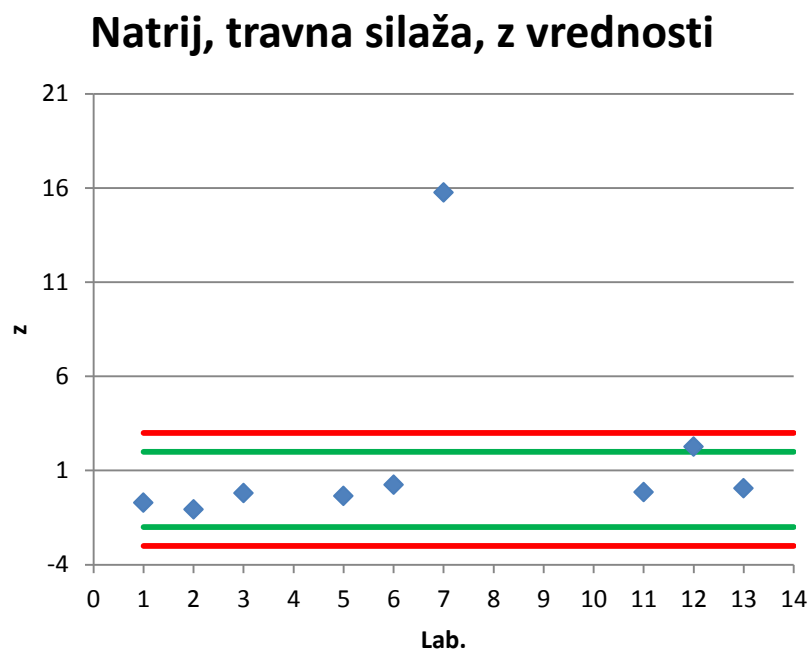
Pri določanju kalija v travni silaži so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 51: Travna silaža – natrij

Lab.	Na [mg/kg]
1	1,34
2	1,20
3	1,54
4	
5	
6	1,71
7	7,77
8	
9	
10	
11	1,56
12	2,50
13	1,64
14	



Lab.	z
1	-0,72
2	-1,08
3	-0,21
4	
5	-0,36
6	0,23
7	15,76
8	
9	
10	
11	-0,16
12	2,25
13	0,05
14	



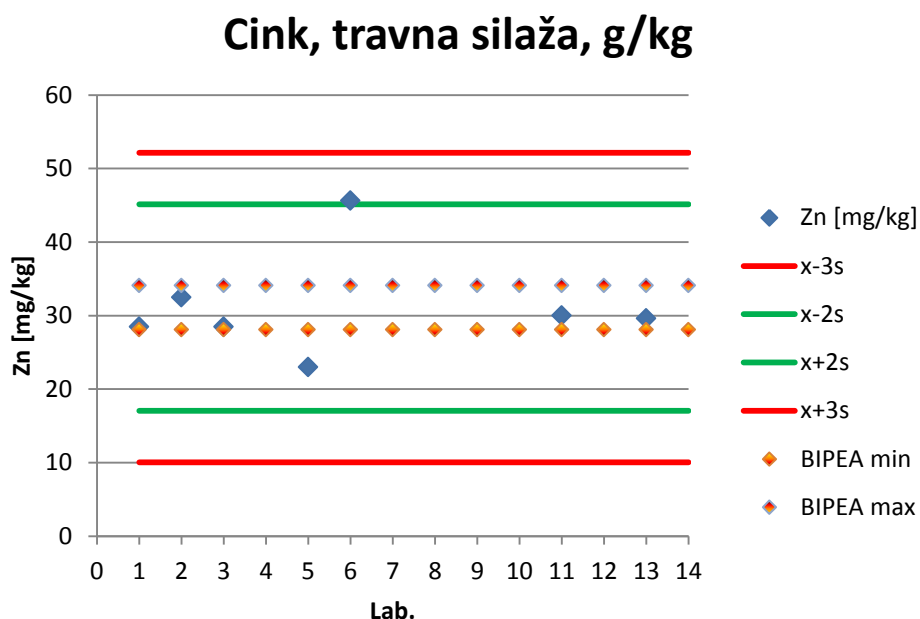
Pri določanju natrija v travni silaži smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz., glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

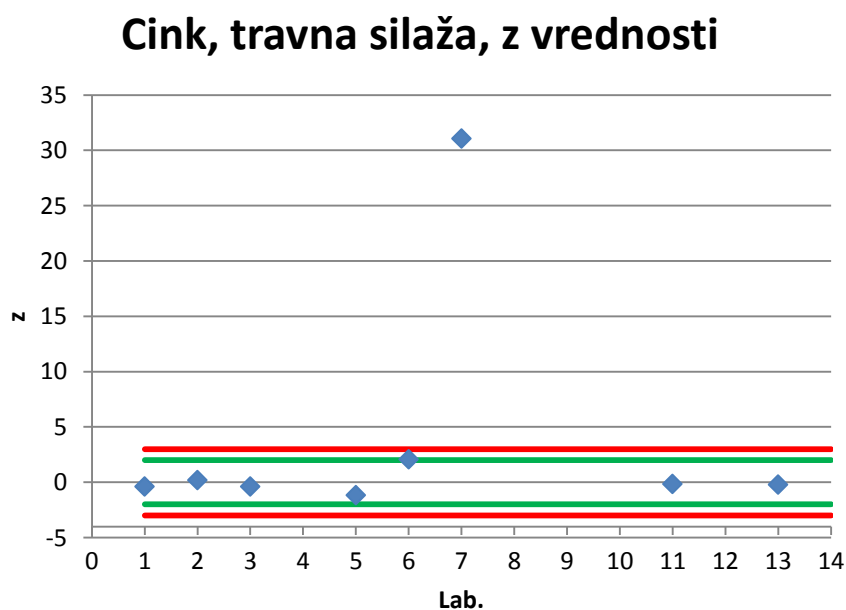
V laboratoriju 12 so uporabljali razklop z zlatotopko; absorpcijo so meril pri 589 nm, kot ostali laboratoriji.

Slika 52: Travná siláža – cink

Lab.	Zn [mg/kg]
1	29
2	33
3	29
4	
5	23
6	46
7	249
8	
9	
10	
11	30
12	
13	30
14	



Lab.	z
1	-0,37
2	0,20
3	-0,37
4	
5	-1,15
6	2,07
7	31,08
8	
9	
10	
11	-0,16
12	
13	-0,21
14	



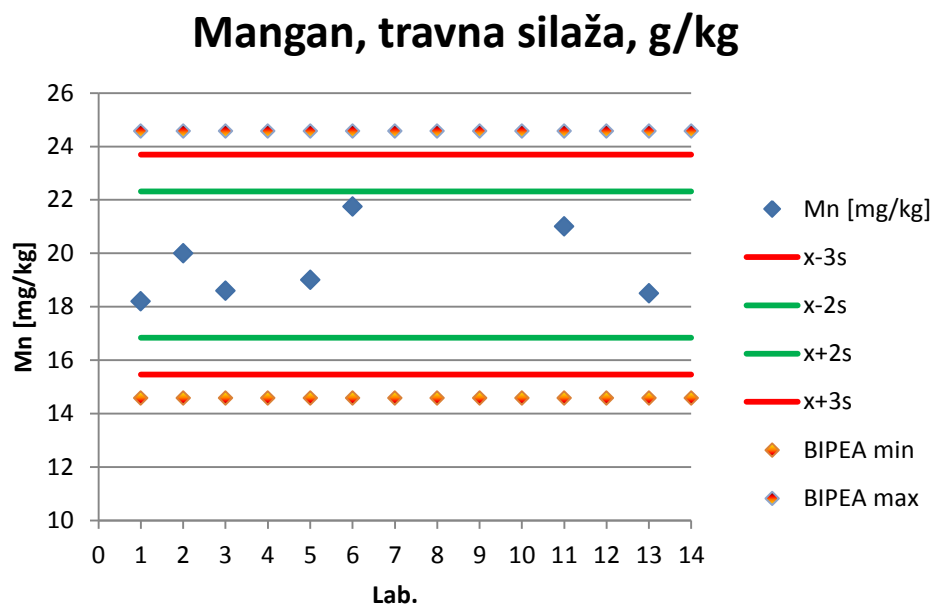
Pri določanju cinka v travni siláži smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz., glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

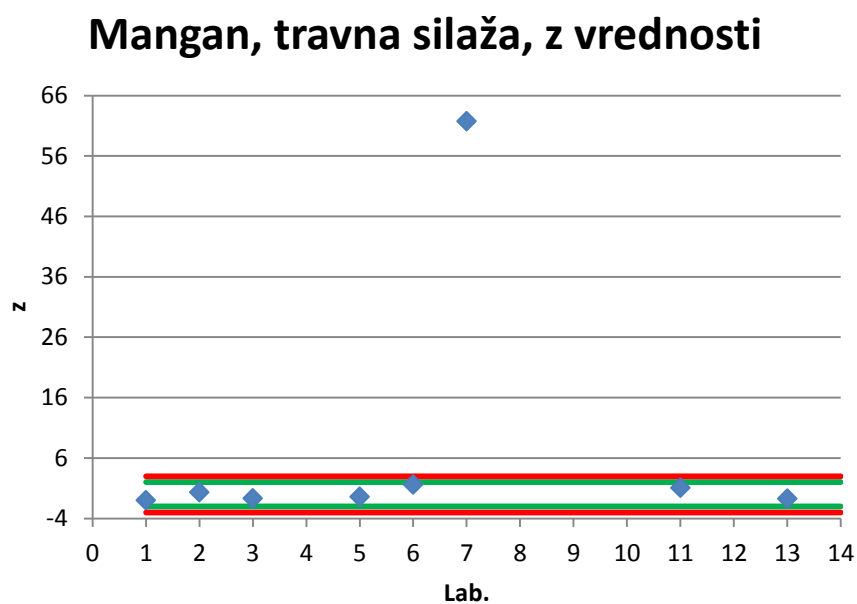
V laboratoriju 6 so uporabljali mokri razklop s 25 % HCl; absorpcijo so merili pri 213,9 nm, kot ostali laboratoriji.

Slika 53: Travna silaža – mangan

Lab.	Mn [mg/kg]
1	18
2	20
3	19
4	
5	19
6	22
7	104
8	
9	
10	
11	21
12	
13	19
14	



Lab.	z
1	-1,01
2	0,31
3	-0,71
4	
5	-0,42
6	1,58
7	61,74
8	
9	
10	
11	1,04
12	
13	-0,79
14	

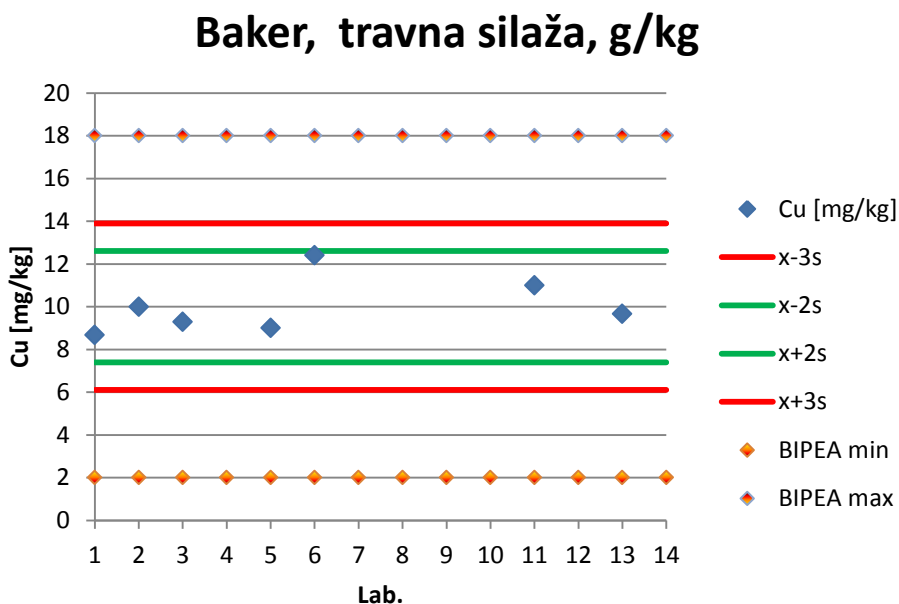


Pri določanju mangana v travni silaži smo zaznali enega ubežnika.

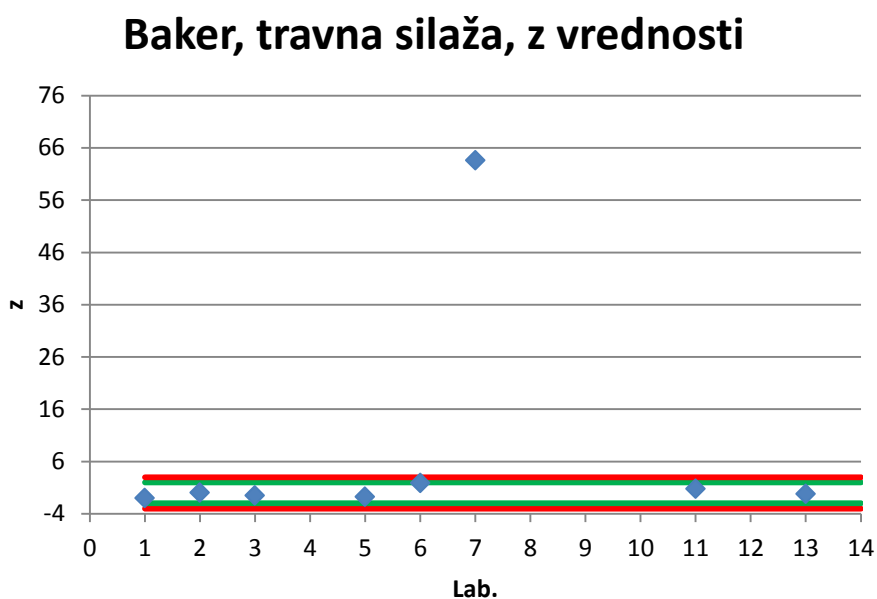
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnih podatkov o načinu izvajanja analiz., glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 54: Travna silaža – baker

Lab.	Cu [mg/kg]
1	9
2	10
3	9
4	
5	9
6	12
7	93
8	
9	
10	
11	11
12	
13	10
14	



Lab.	z
1	-1,03
2	0,00
3	-0,55
4	
5	-0,77
6	1,84
7	63,57
8	
9	
10	
11	0,77
12	
13	-0,26
14	

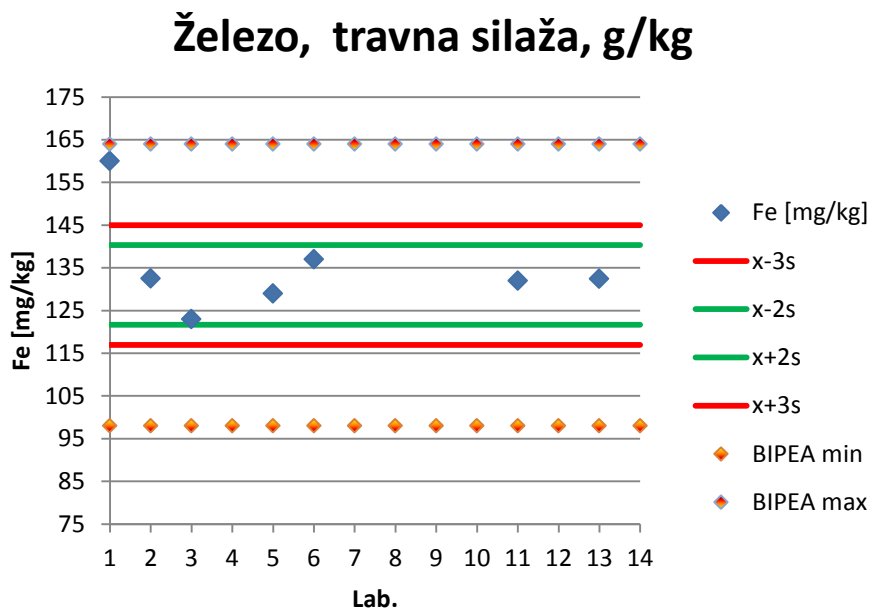


Pri določanju bakra v travni silaži smo zaznali enega ubežnika.

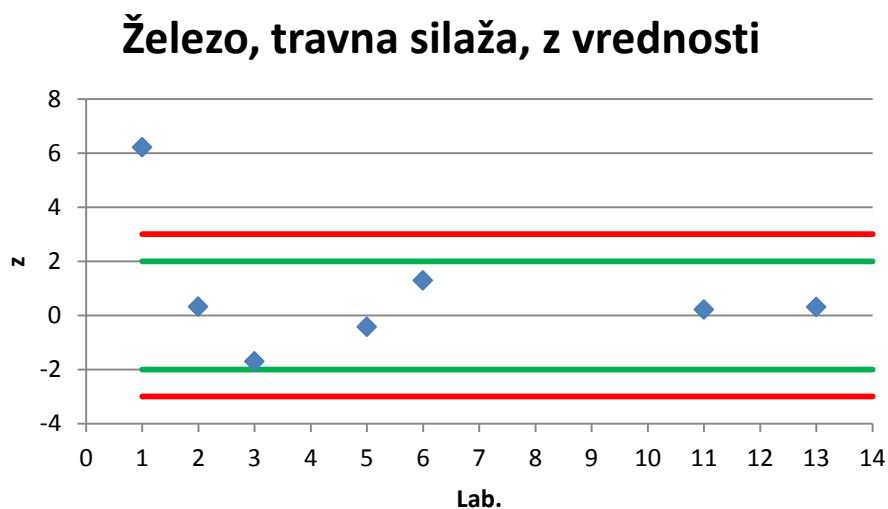
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 55: Travná siláža – železo

Lab.	Fe [mg/kg]
1	160
2	133
3	123
4	
5	129
6	137
7	
8	
9	
10	
11	132
12	
13	132
14	



Lab.	z
1	6,21
2	0,32
3	-1,71
4	
5	-0,42
6	1,29
7	
8	
9	
10	
11	0,22
12	
13	0,30
14	



Pri določanju železa v travni siláži smo zaznali enega ubežnika.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

8.4. Ribja hrana

8.4.1. Ribja hrana - Rezultati analiz kakovostnih parametrov

Tabela 29: Ribja hrana – parametri kakovosti, rezultati

Laboratorij	SS [g/kg]	SB [g/kg]	SM [g/kg]	ΣM [g/kg]	SV [g/kg]	SP [g/kg]	NP [g/kg]	Škrob [g/kg]	NaCl [g/kg]
1	914	429	120	139	104	55	0,33	114	
2	926	440	115			56			
3	917	425		142	56	56	0,271		
4	910	423	117	127	50	55	0,3		6,2
5	914	432	121	142	57	57			
6	913	427	119	140	55	55	0,7		
7	919	444	125	144	60	56			
8	916	435	95		61	55			
9	918	437	128	138		125	0,39		
10	930	437		133		49			
11	915	436	120	136	51	55			
12	914	447				59			
13	914	442	126	141	51	56	0,40		
14	912	435		125	81	57	0,33		
število podatkov	14	14	10	11	10	14	7		
povprečje	916,5	434,9	118,7	137,1	62,6	60,4	0,399		
korigirano povprečje	915,5	434,9	121,3	137,1	58,0	55,4	0,3322		
mediana	914,6	435,5	120	139	56,1	55,9	0,3		
standardni odmik	4,0	7,06	4,27	6,23	9,61	2,14	0,25		
relativni standardni odmik	0,43	1,62	3,52	4,55	16,55	3,87	75,82		
min	910,3	423,2	95	125	49,7	49,3	0		
max	929,8	446,7	127,7	143,7	104	125,5	0,8		
x - 3s	903,6	413,7	108,5	118,3	29,2	49,0	-0,42		
x - 2s	907,5	420,7	112,8	124,6	38,8	51,2	-0,17		
x + 2s	923,5	449,0	129,9	149,5	77,2	59,7	0,84		
x + 3s	927,4	456,0	134,1	155,8	86,8	61,9	1,09		
odmik BIPEA	6	12	6	10	8	4	0,4		
toleranca -2s	8,0	14,12	8,58	12,47	19,21	4,29	0,50		
BIPEA min	909	423	115	127	50	51	0,0		
BIPEA max	921	447	127	147	66	59	0,7		

Tabela 30: Ribja hrana – z vrednosti

z vrednosti							
Laboratorij	SS	SB	SM	ΣM	SV	SP	NP
1	-0,38	-0,83	-0,31	0,31	4,79	-0,35	-0,01
2	2,60	0,67	-1,39			0,24	
3	0,38	-1,40		0,79	-0,20	0,40	-0,24
4	-1,31	-1,65	-1,03	-1,61	-0,87	-0,21	-0,13
5	-0,38	-0,40	-0,07	0,79	-0,11	0,73	
6	-0,63	-1,17	-0,52	0,47	-0,31	-0,14	1,46
7	0,98	1,30	0,96	1,07	0,25	0,21	
8	0,10	0,02	-6,16		0,32	-0,30	
9	0,62	0,32	1,49	0,23		32,67	0,23
10	3,60	0,32		-0,63		-2,86	
11	-0,23	0,16	-0,31	-0,17	-0,77	-0,11	
12	-0,31	1,67				1,53	
13	-0,48	0,98	1,19	0,68	-0,72	0,35	0,26
14	-0,98	0,01		-1,93	2,41	0,49	0,00

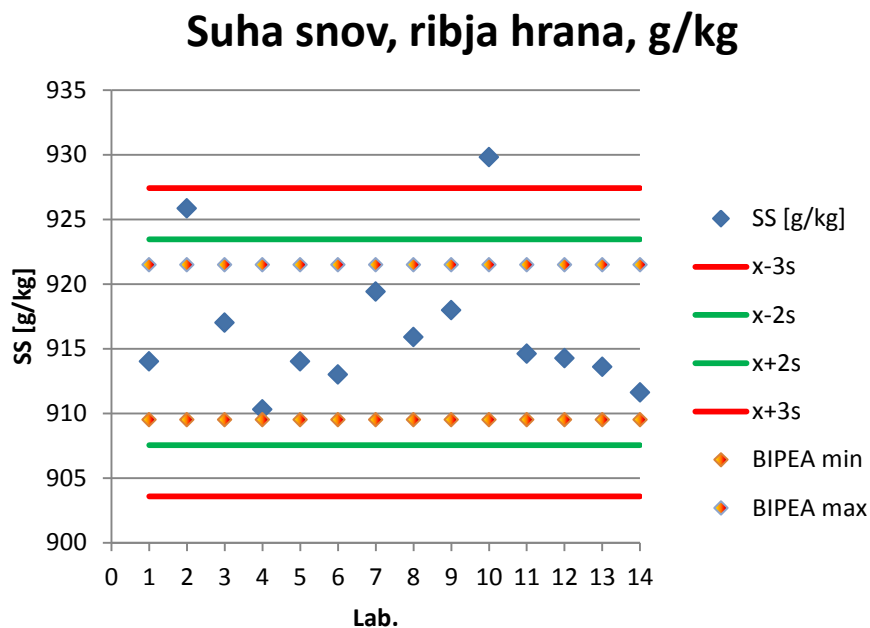
Ribja hrana se je izkazala za najbolj zahtevno matriko. Izločili smo kar štiri ubežnike, po enega pri določanju suhe snovi, surove maščobe, surovih vlaknin in surovega pepela.

Zaznali smo tudi tri vprašljive rezultate in sicer pri določanju suhe snovi, surovih vlaken in surovega pepela.

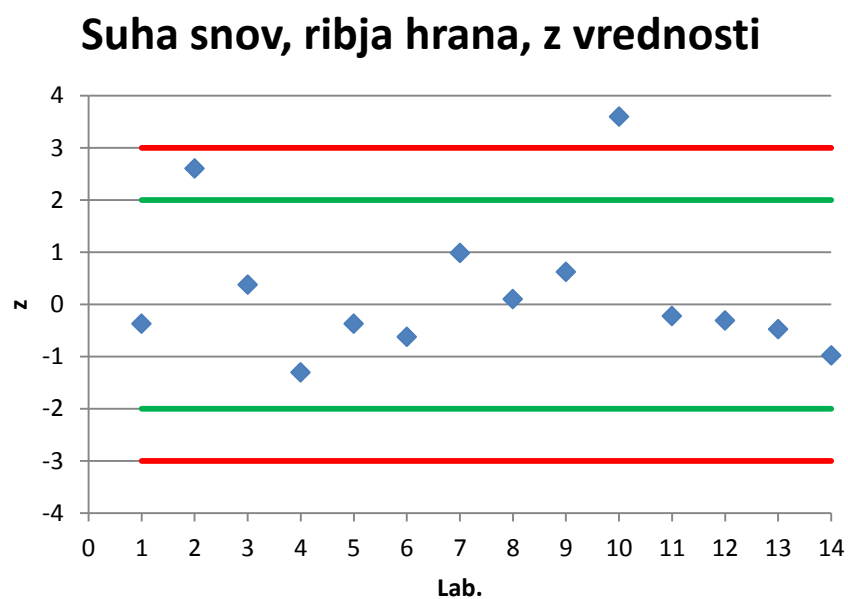
Pri določanju surovih beljakovin, skupnih maščob in netopnega pepela so bili vsi laboratoriji znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 56: Ribja hrana – suha snov

Lab.	SS [g/kg]
1	914
2	926
3	917
4	910
5	914
6	913
7	919
8	916
9	918
10	930
11	915
12	914
13	914
14	912



Lab.	z
1	-0,38
2	2,60
3	0,38
4	-1,31
5	-0,38
6	-0,63
7	0,98
8	0,10
9	0,62
10	3,60
11	-0,23
12	-0,31
13	-0,48
14	-0,98



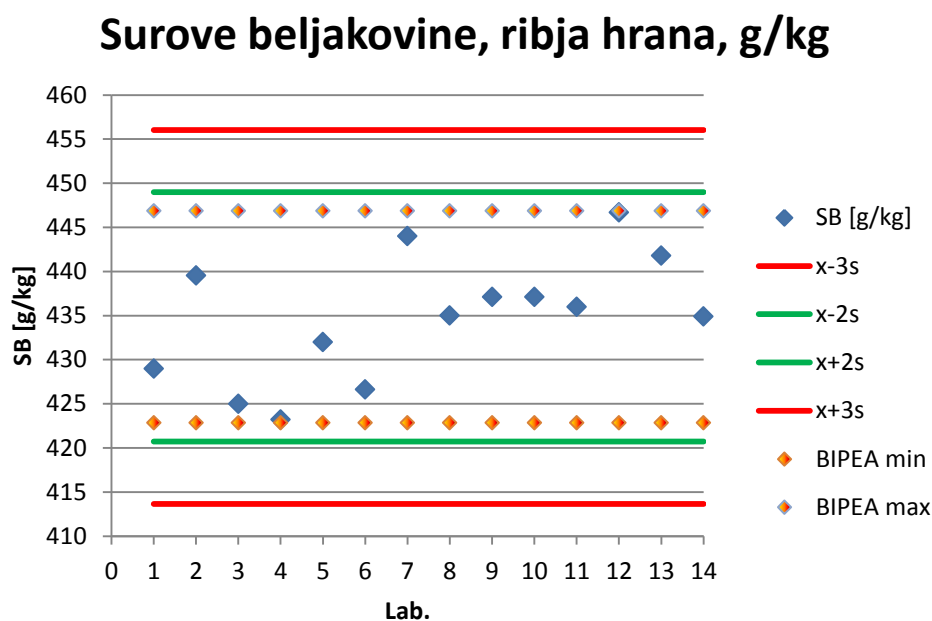
Pri določanju suhe snovi v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 10 so vzorce sušili 4 – 5 h pri 105 °C.

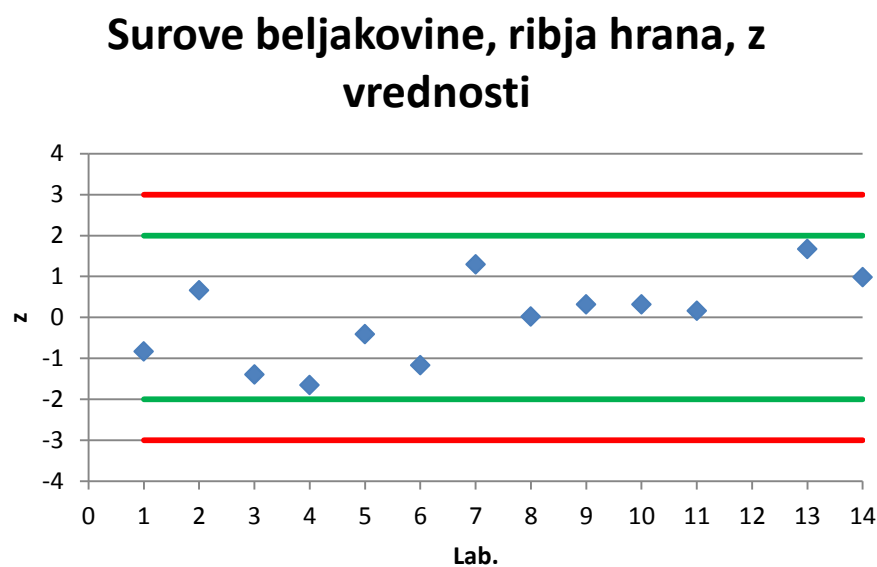
V laboratoriju 2 so vzorce sušil predpisane 4 ure na 103 °C.

Slika 57: Ribja hrana – surove beljakovine

Lab.	SB [g/kg]
1	429
2	440
3	425
4	423
5	432
6	427
7	444
8	435
9	437
10	437
11	436
12	447
13	442
14	435



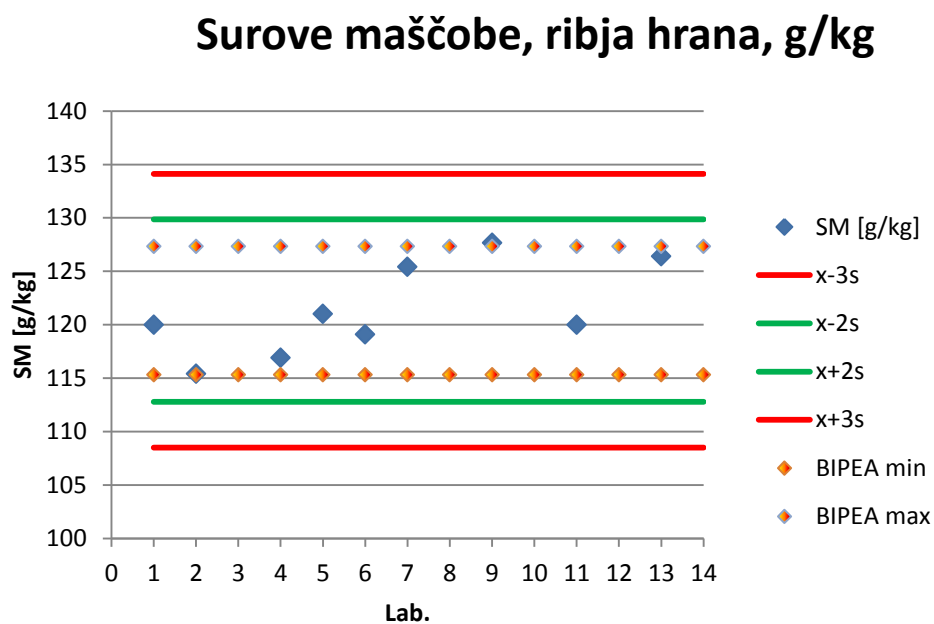
Lab.	z
1	-0,83
2	0,67
3	-1,40
4	-1,65
5	-0,40
6	-1,17
7	1,30
8	0,02
9	0,32
10	0,32
11	0,16
13	1,67
14	0,98



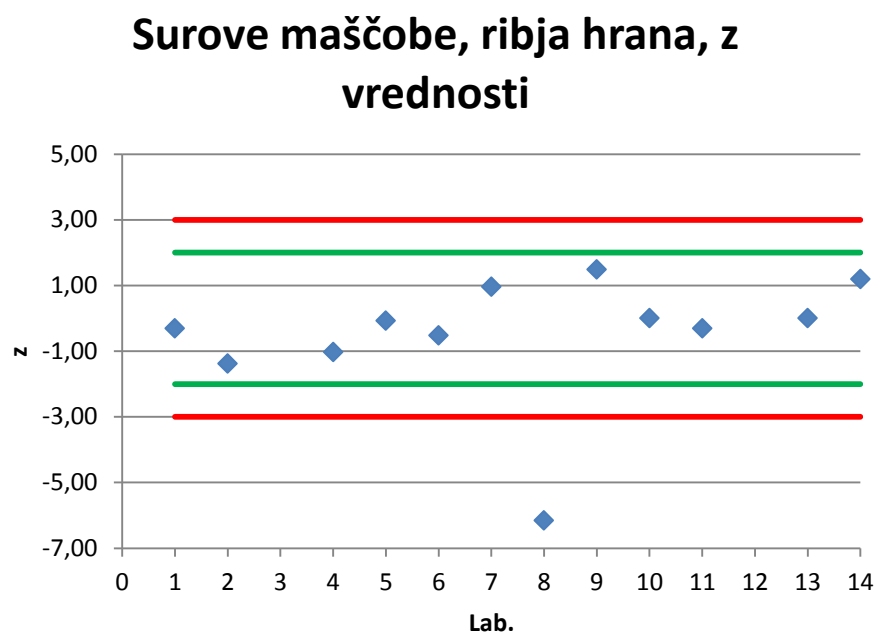
Pri določanju surovih beljakovin v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 58: Ribja hrana – surove maščobe

Lab.	SM [g/kg]
1	120
2	115
3	
4	117
5	121
6	119
7	125
8	95
9	128
10	
11	120
12	
13	126
14	



Lab.	z
1	-0,31
2	-1,39
3	
4	-1,03
5	-0,07
6	-0,52
7	0,96
8	-6,16
9	1,49
10	
11	-0,31
12	
13	
14	1,19

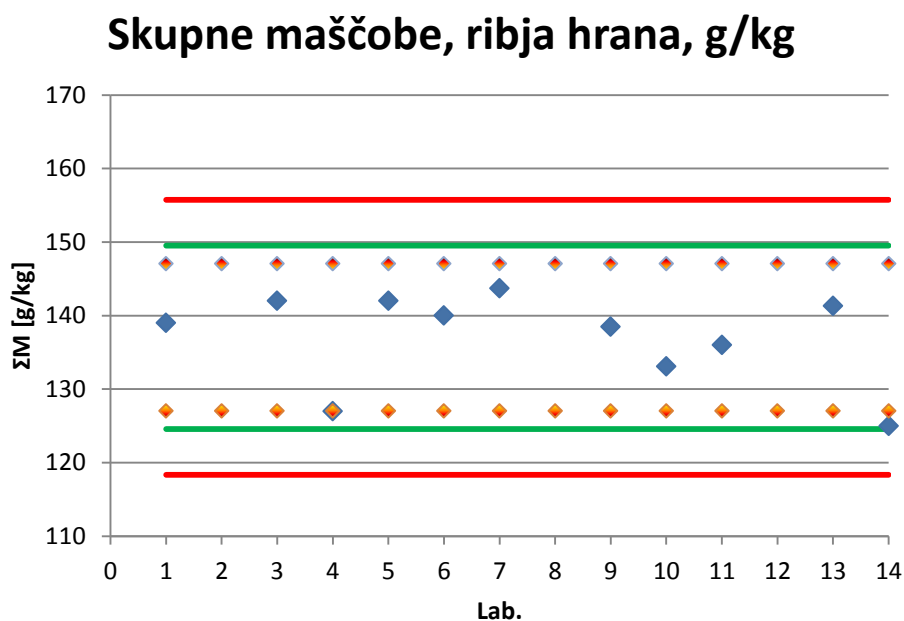


Pri določanju surovih maščob v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

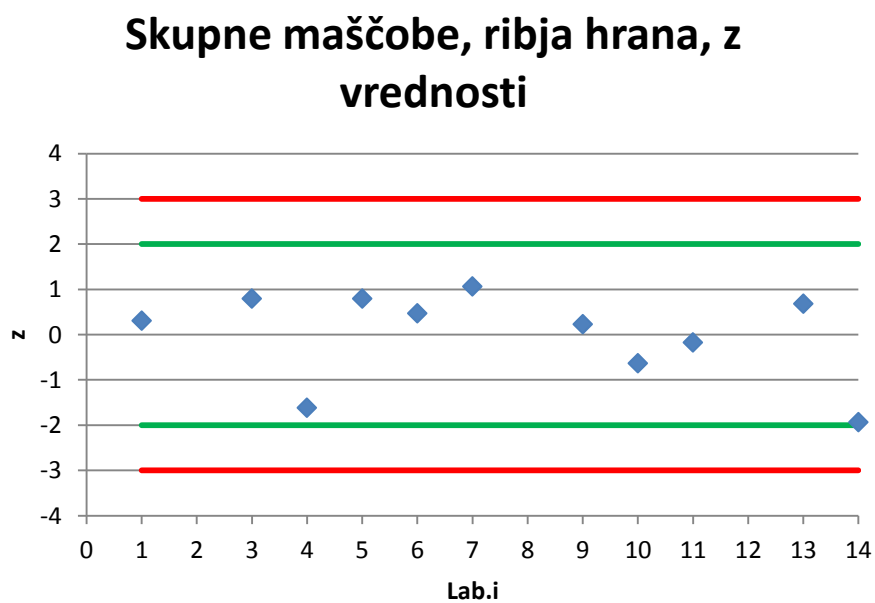
V laboratoriju 8 so določali surove maščobe tako, da so 450 g vzorca 5 minut stresali s tetrakloroetilenom. Spremenjeno topilo in čas stresanja lahko vpliva na rezultate.

Slika 59: Ribja hrana – skupne maščobe

Lab.	ΣM [g/kg]
1	139
2	
3	142
4	127
5	142
6	140
7	144
8	
9	138
10	133
11	136
12	
13	141
14	125



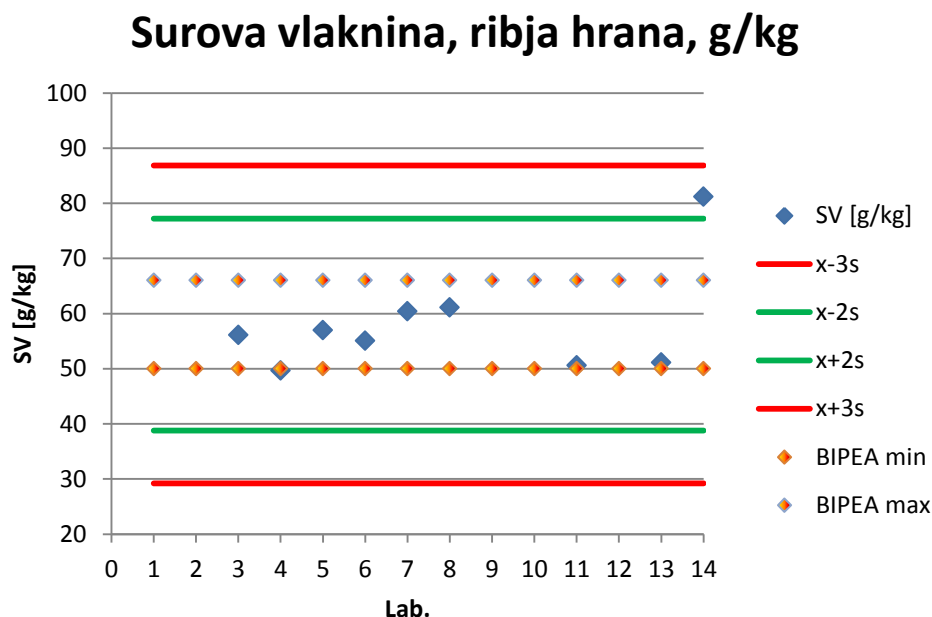
Lab.	z
1	0,31
2	
3	0,79
4	-1,61
5	0,79
6	0,47
7	1,07
8	
9	0,23
10	-0,63
11	-0,17
12	
13	0,68
14	-1,93



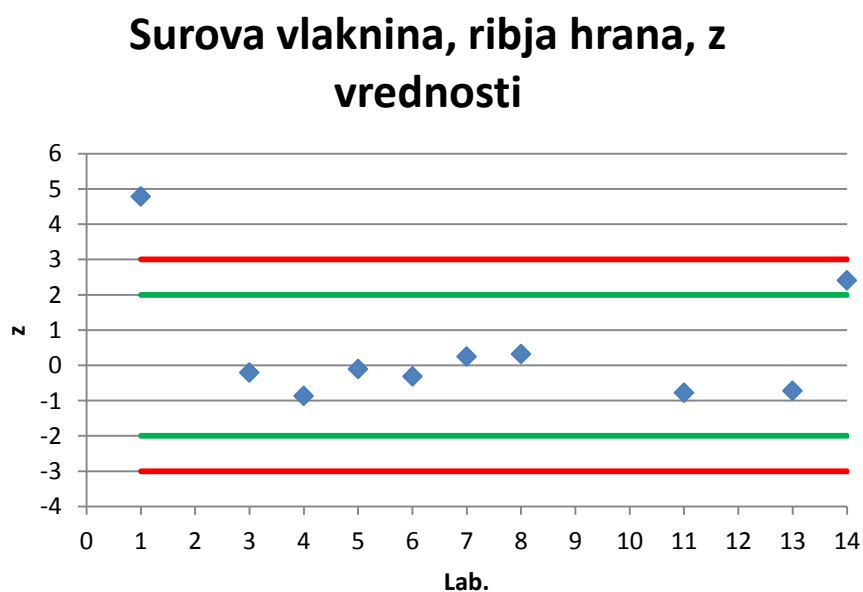
Pri določanju skupnih maščob v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

Slika 60: Ribja hrana – surova vlaknina

Lab.	SV [g/kg]
1	104
2	
3	56
4	50
5	57
6	55
7	60
8	61
9	
10	
11	51
12	
13	51
14	81



Lab.	z
1	4,79
2	
3	-0,20
4	-0,87
5	-0,11
6	-0,31
7	0,25
8	0,32
9	
10	
11	-0,77
12	
13	-0,72
14	2,41



Pri določanju surove vlaknine v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

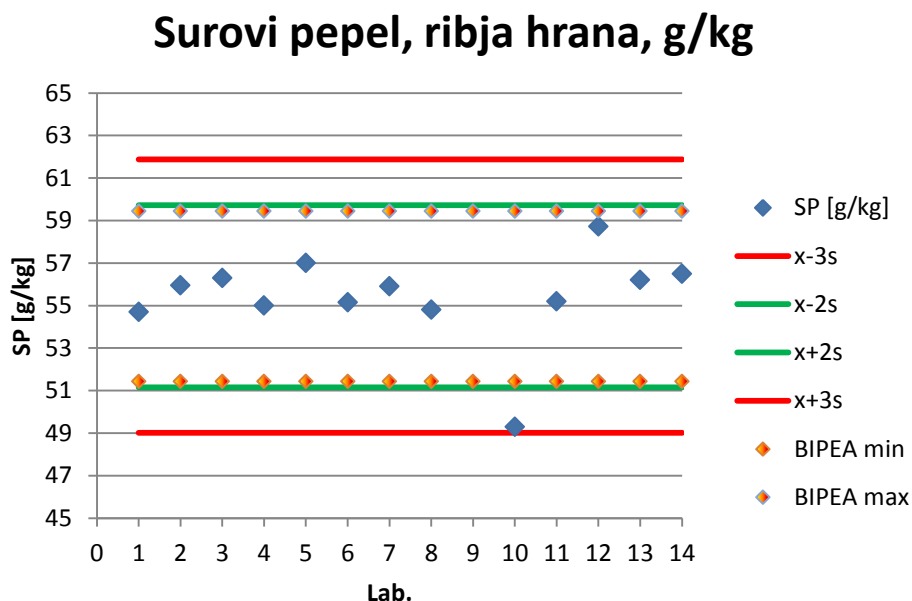
Določanje surove vlaknine v ribji hrani je posebno zaradi tega, ker je treba vzorec pred analizo razmastiti, potem pa rezultate preračunati na originalen vzorec.

V laboratoriju 1 so pozabili podatke preračunati na originalen vzorec.

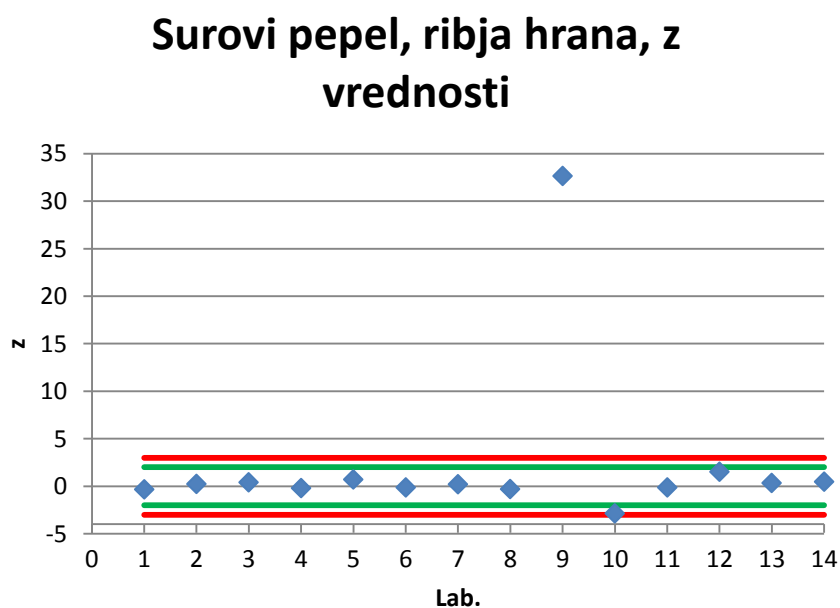
Od laboratorija 14 nismo prejeli dodatnih podatkov o analiznih metodah.

Slika 61: Ribja hrana – surovi pepel

Lab.	SP [g/kg]
1	55
2	56
3	56
4	55
5	57
6	55
7	56
8	55
9	125
10	49
11	55
12	59
13	56
14	57



Lab.	z
1	-0,35
2	0,24
3	0,40
4	-0,21
5	0,73
6	-0,14
7	0,21
8	-0,30
9	32,67
10	-2,86
11	-0,11
12	1,53
13	0,35
14	0,49



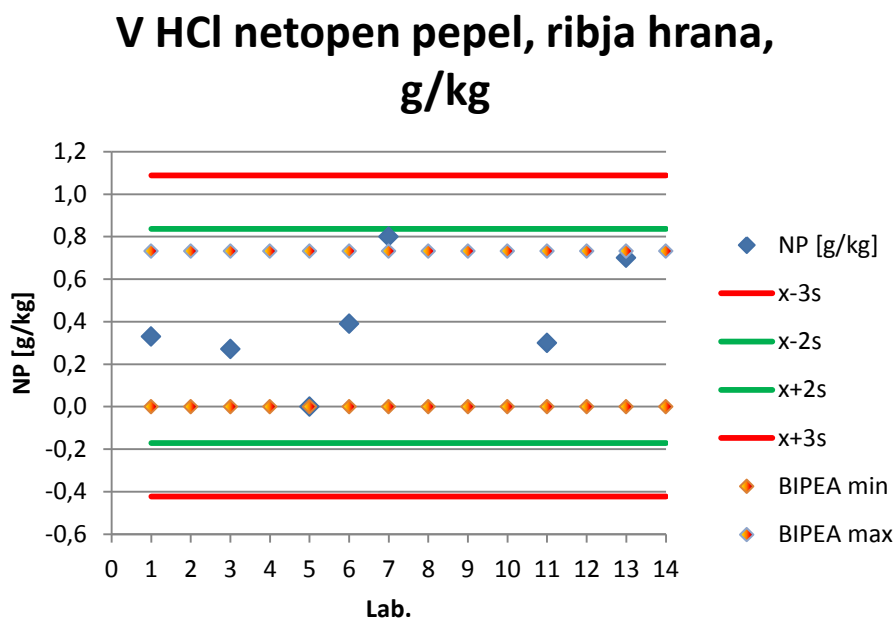
Pri določanju surovega pepela v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika in en vprašljiv rezultat.

V laboratoriju 9 so vzorce žarili 3 h pri predpisanih 550 °C, vendar jih niso predhodno karboniziral. Predhodne karbonizacije niso izvajali tudi nekateri drugi laboratoriji.

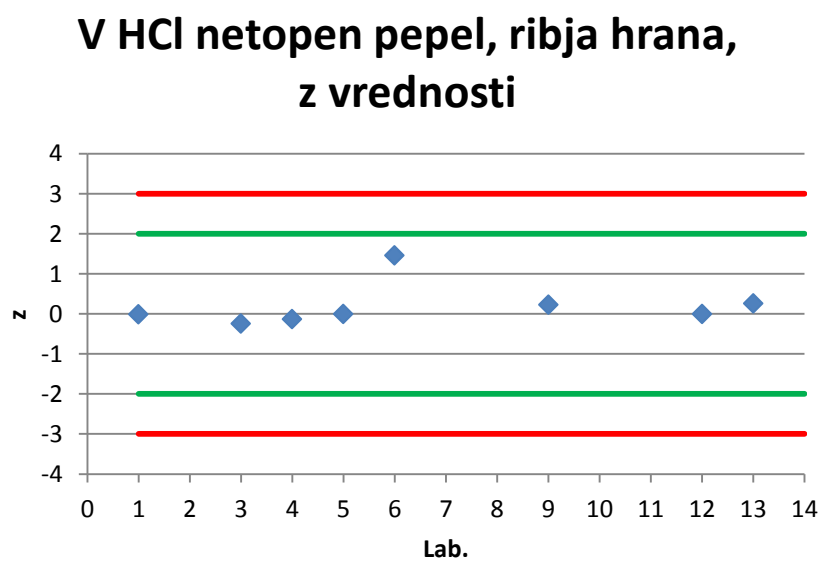
V laboratoriju 10 so vzorce žarili 1 uro pri 800 -850 °C. Višja temperatura je verjetno povzročila nizek rezultat.

Slika 62: Ribja hrana – v HCl netopen pepel

Lab.	NP [g/kg]
1	0,33
2	
3	0,27
4	
5	0,00
6	0,39
7	0,80
8	
9	
10	
11	0,30
12	
13	0,70
14	



Lab.	z
1	-0,01
2	
3	-0,24
4	-0,13
5	0,00
6	1,46
7	
8	
9	0,23
10	
11	
12	0,00
13	0,26
14	



Pri določanju pepela, netopnega v HCl v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj izračunanih tolerančnih mej.

8.4.2. Ribja hrana - Rezultati analiz elementov

Tabela 31: Ribja hrana – elementi

Laboratorij	Ca [g/kg]	P [g/kg]	Mg [g/kg]	K [g/kg]	Na [g/kg]	Zn [mg/kg]	Mn [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Fe [mg/kg]
1	6,73	8,27	2,45	10,70	1,86	136	26,5	10,6	336
2	8,15	8,30	2,65	10,80	1,65	139	29	13	370
3	6,26	9,00	2,33	9,35	2,02	121	28	12	329
4	7,10	8,50							
5	6,52	8,57	2,45	10,90	2,01	127	24	12	306
6	8,10	8,81	2,70	11,69	2,09	151	30	12	399
7	12,80	8,50	28,57		30,26	1232	192	108	
8	6,40	8,50							
9									
10									
11	6,54	8,46	2,57	11,50	2,16	142	30	12	345
12	7,45	8,05	2,23	9,40	2,53				
13	6,58	8,25	2,44	10,71	2,05	127	28	11	338
14	5,10								
število podatkov	12	11	9	8	9	8	8	8	7
povprečje	7,31	8,47	5,38	10,63	5,18	271,8	48,3	23,8	346,1
korigirano povprečje	6,81	8,47	2,48	10,63	2,05	134,6	27,8	11,8	346,1
mediana	6,58	8,48	2,45	10,76	2,04	136	27,7	12	337,9
standardni odmik	0,870	0,279	0,159	0,857	0,250	10,25	2,1	0,89	30,04
relativni standardni odmik	12,77	3,30	6,41	8,06	12,23	7,62	7,68	7,53	8,68
min	5,1	8,05	2,23	9,35	1,65	121	24	10,6	306
max	12,8	9	28,57	11,69	30,26	1232,2	192,1	108,3	398,8
x - 3s	4,20	7,63	2,00	8,06	1,30	103,8	21,4	9,1	256,0
x - 2s	5,07	7,91	2,16	8,92	1,55	114,1	23,5	10,0	286,0
x + 2s	8,55	9,03	2,79	12,35	2,55	155,1	32,0	13,5	406,2
x + 3s	9,42	9,31	2,95	13,20	2,80	165,3	34,2	14,4	436,2
odmik BIPEA	0,7	0,7	0,5	1,2	0,3	15,1	6	8	75
toleranca -2s	1,74	0,56	0,32	1,71	0,50	20,5	4,27	1,77	60,08
BIPEA min	6	8	2	9	2	120	22	4	271
BIPEA max	8	9	3	12	2	150	34	20	421

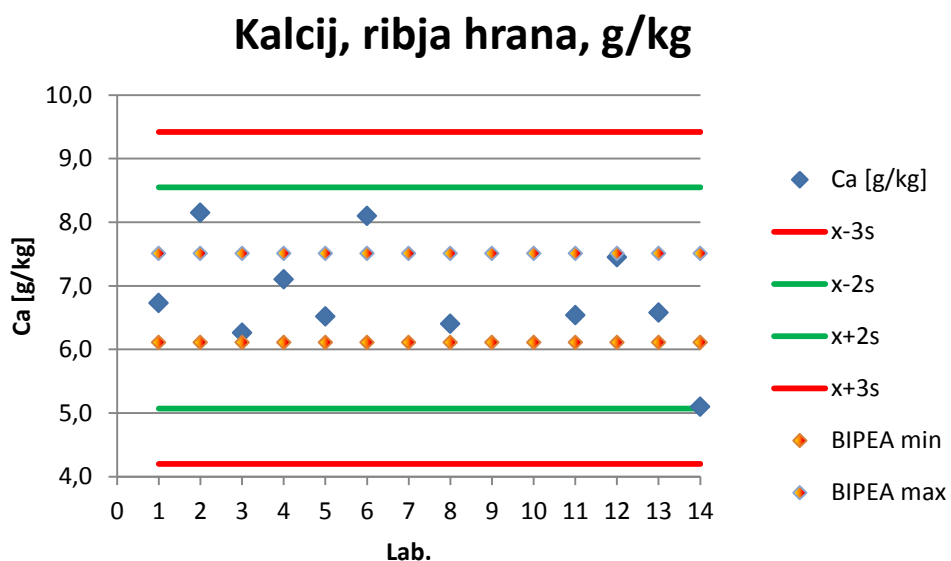
Tabela 32: Ribja hrana – z vrednosti

z vrednosti									
	Ca	P	Mg	K	Na	Zn	Mn	Cu	Fe
1	-0,09	-0,72	-0,17	0,08	-0,74	0,14	-0,60	-1,31	-0,34
2	1,54	-0,61	1,09	0,20	-1,58	0,38	0,34	1,40	0,80
3	-0,63	1,89	-0,93	-1,49	-0,10	-1,32	-0,13	-0,18	-0,57
4	0,33	0,10							
5	-0,34	0,35	-0,17	0,31	-0,14	-0,74	-1,77	0,27	-1,33
6	1,48	1,21	1,41	1,23	0,18	1,57	1,14	0,79	1,75
7	6,89	0,10	164,42		112,83	107,04	77,00	109,07	-11,52
8	-0,47	0,10							
9									
10									
11	-0,31	-0,04	0,59	1,01	0,46	0,72	1,04	0,27	-0,04
12	0,73	-1,51	-1,59	-1,44	1,92				
13	-0,27	-0,79	-0,23	0,09	0,02	-0,75	-0,03	-1,23	-0,27
14	-1,97								

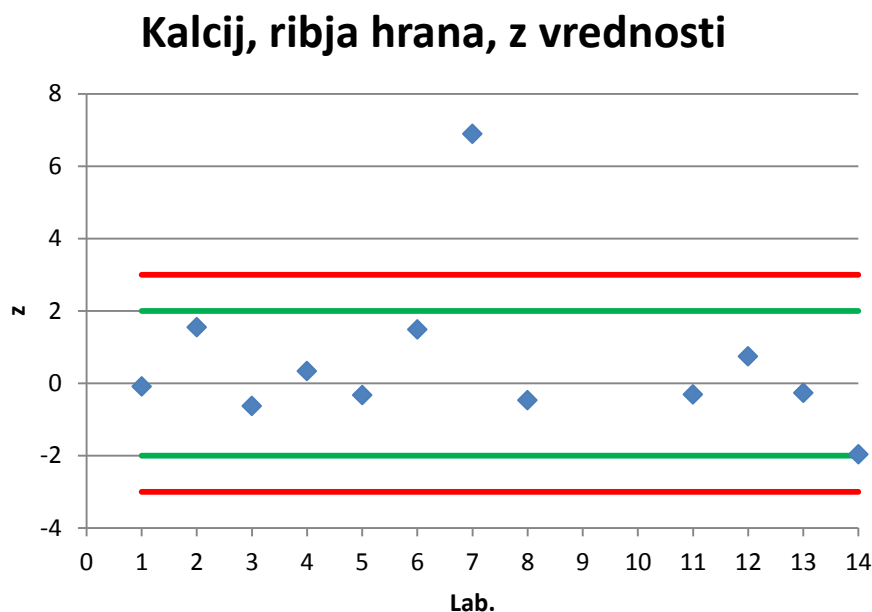
Rezultati analiz elementov v travni silaži so odlični. Zaznali smo enega ubežnika, za katerega predvidevamo, da je prišlo do napake pri preračunu rezultatov.

Slika 63: Ribja hrana – kalcij

Lab.	Ca [g/kg]
1	6,73
2	8,15
3	6,26
4	7,10
5	6,52
6	8,10
7	12,80
8	6,40
9	
10	
11	6,54
12	7,45
13	6,58
14	5,10



Lab.	z
1	-0,09
2	1,54
3	-0,63
4	0,33
5	-0,34
6	1,48
7	6,89
8	-0,47
9	
10	
11	-0,31
12	0,73
13	-0,27
14	-1,97

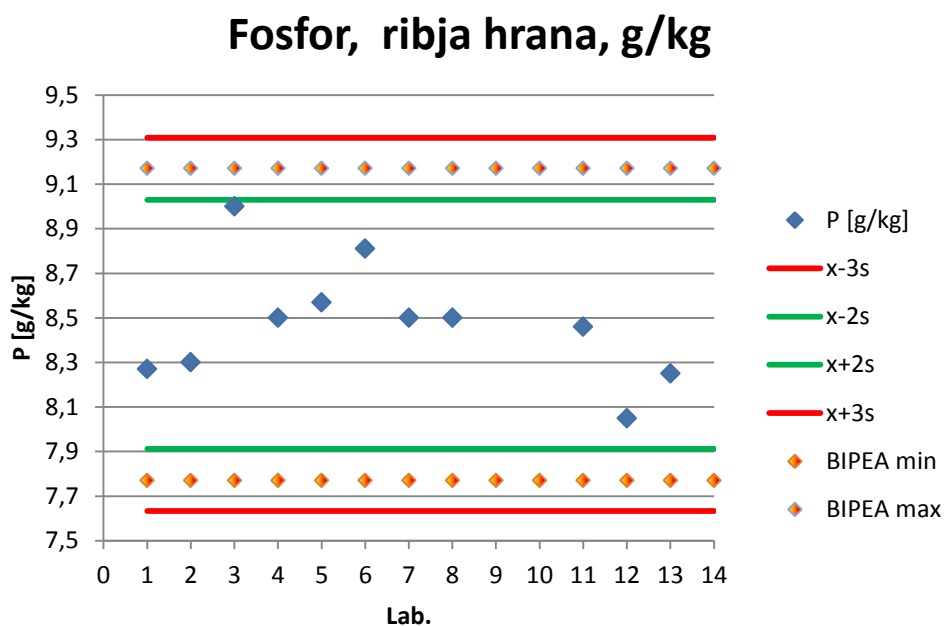


Pri določanju kalcija v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

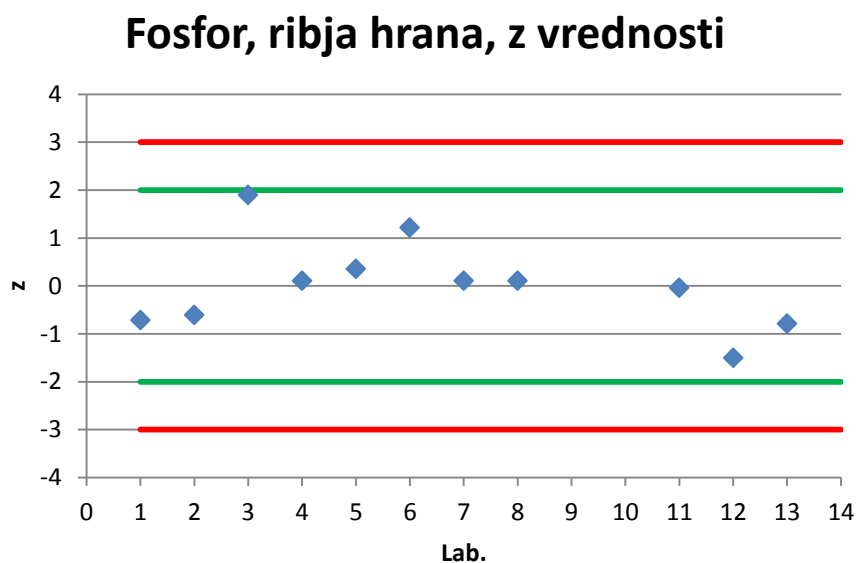
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 64: Ribja hrana – fosfor

Lab.	P [g/kg]
1	8,27
2	8,30
3	9,00
4	8,50
5	8,57
6	8,81
7	8,50
8	8,50
9	
10	
11	8,46
12	8,05
13	8,25
14	



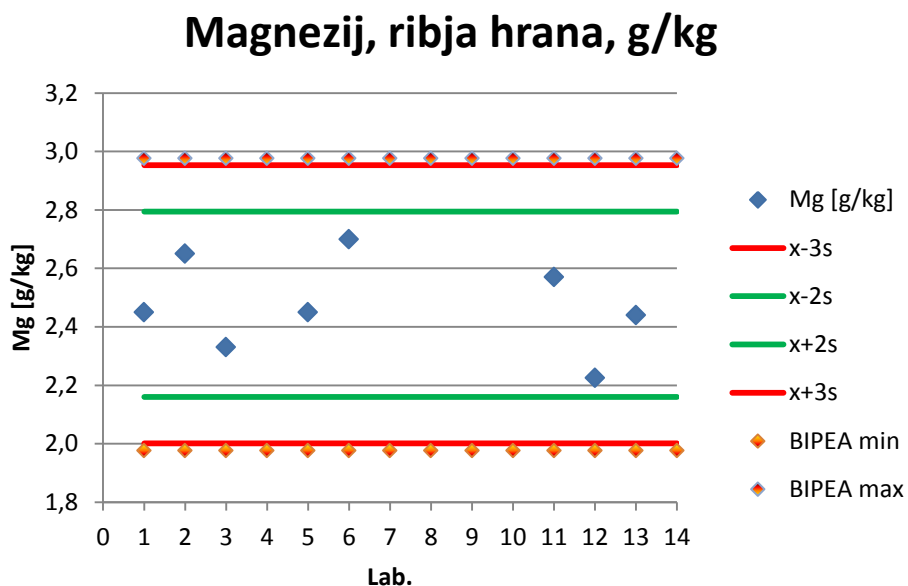
Lab.	z
1	-0,72
2	-0,61
3	1,89
4	0,10
5	0,35
6	1,21
7	0,10
8	0,10
9	
10	
11	-0,04
12	-1,51
13	-0,79
14	



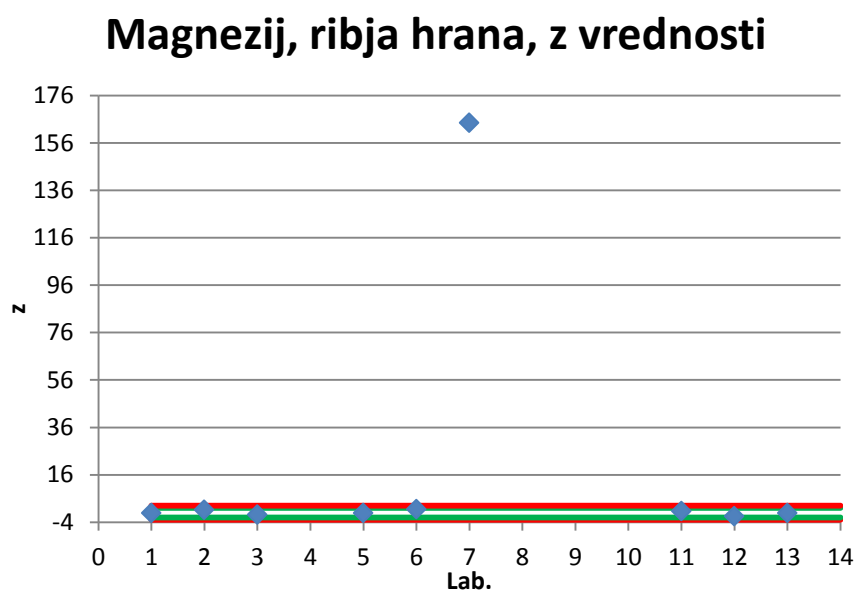
Pri določanju fosforja v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj tolerančnih mej.

Slika 65: Ribja hrana – magnezij

Lab.	Mg [g/kg]
1	2,45
2	2,65
3	2,33
4	
5	2,45
6	2,70
7	28,57
8	
9	
10	
11	2,57
12	2,23
13	2,44
14	



Lab.	z
1	-0,17
2	1,09
3	-0,93
4	
5	-0,17
6	1,41
7	164,42
8	
9	
10	
11	0,59
12	-1,59
13	-0,23
14	

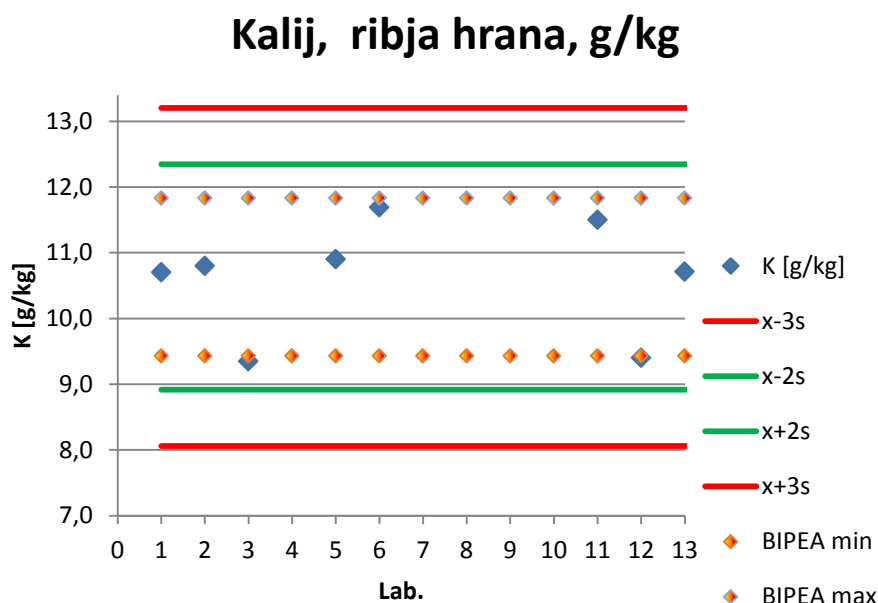


Pri določanju magnezija v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

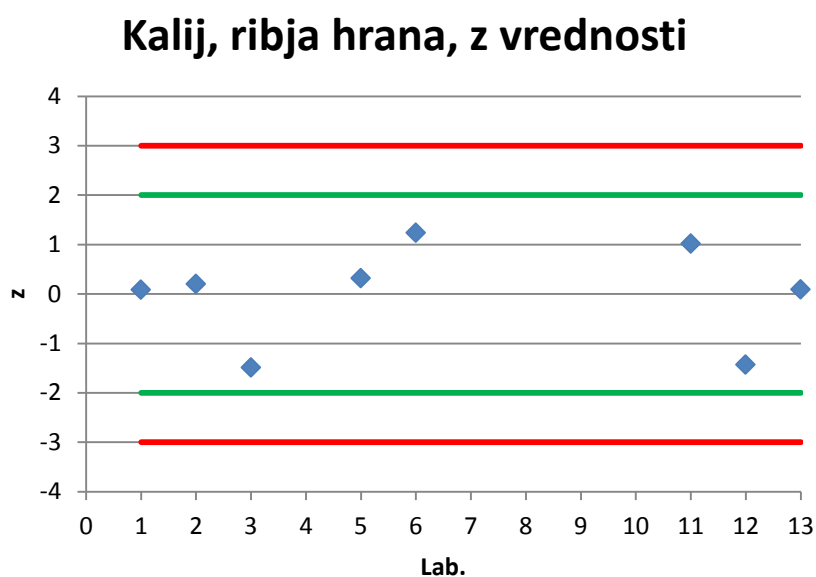
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 66: Ribja hrana – kalij

Lab.	K [g/kg]
1	10,70
2	10,80
3	9,35
4	
5	10,90
6	11,69
7	
8	
9	
10	
11	11,50
12	9,40
13	10,71
14	



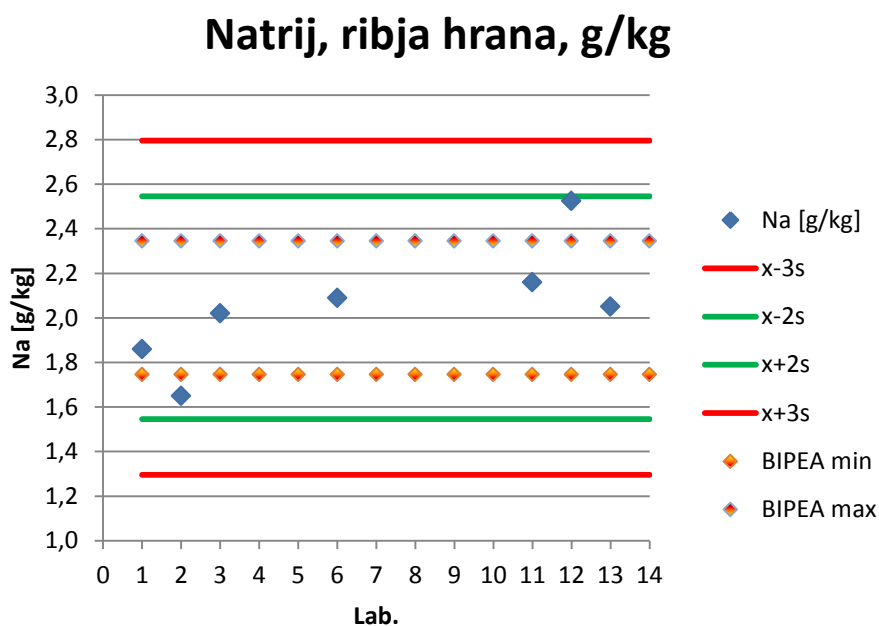
Lab.	z
1	0,08
2	0,20
3	-1,49
4	
5	0,31
6	1,23
7	
8	
9	
10	
11	1,01
12	-1,44
13	0,09



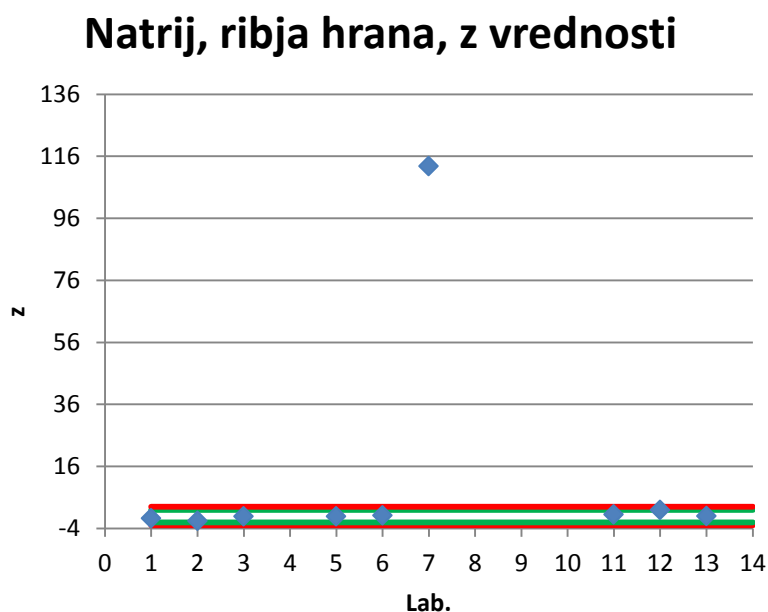
Pri določanju kalija v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj tolerančnih mej.

Slika 67: Ribja hrana – natrij

Lab.	Na [g/kg]
1	1,86
2	1,65
3	2,02
4	
5	
6	2,09
7	30,26
8	
9	
10	
11	2,16
12	2,53
13	2,05
14	



Lab.	z
1	-0,74
2	-1,58
3	-0,10
4	
5	-0,14
6	0,18
7	112,83
8	
9	
10	
11	0,46
12	1,92
13	0,02
14	

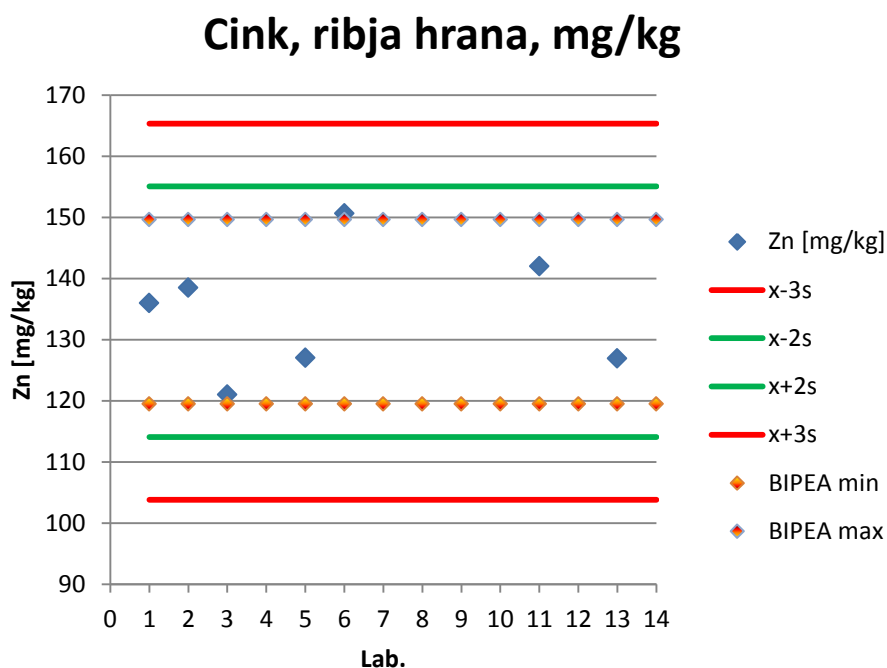


Pri določanju natrija v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

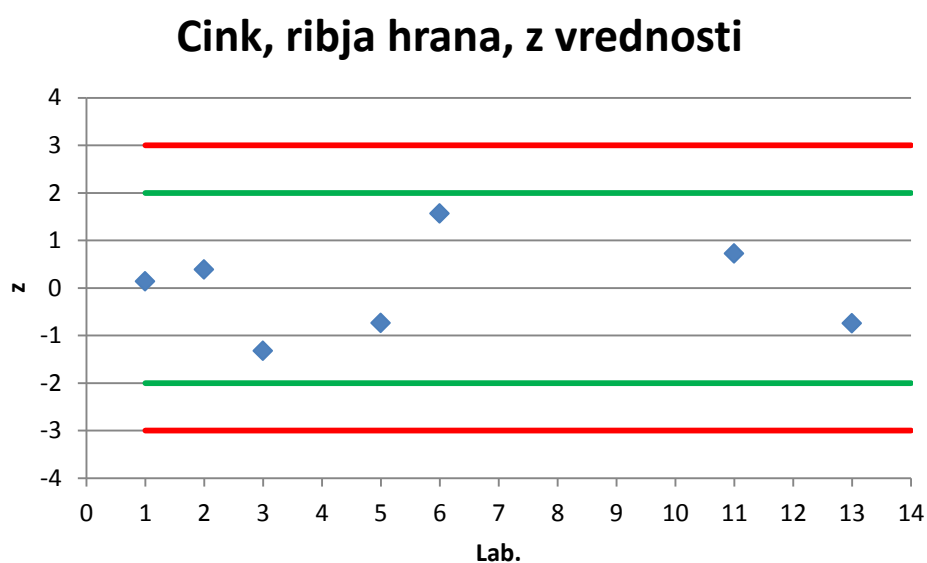
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 68: Ribja hrana – cink

Lab.	Zn [mg/kg]
1	136
2	139
3	121
4	
5	127
6	151
7	1232
8	
9	
10	
11	142
12	
13	127
14	



Lab.	z
1	0,14
2	0,38
3	-1,32
4	
5	-0,74
6	1,57
7	107,04
8	
9	
10	
11	0,72
12	
13	-0,75
14	

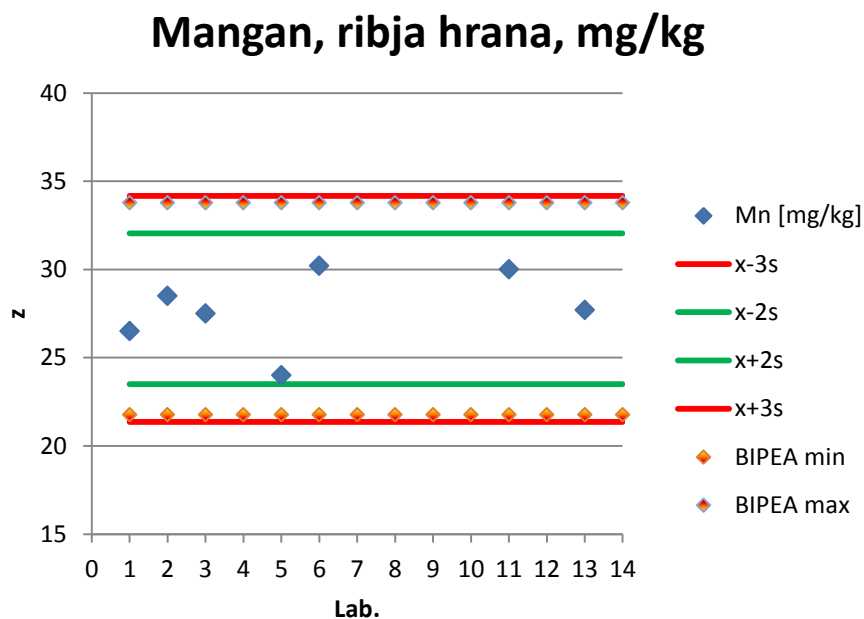


Pri določanju cinka v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

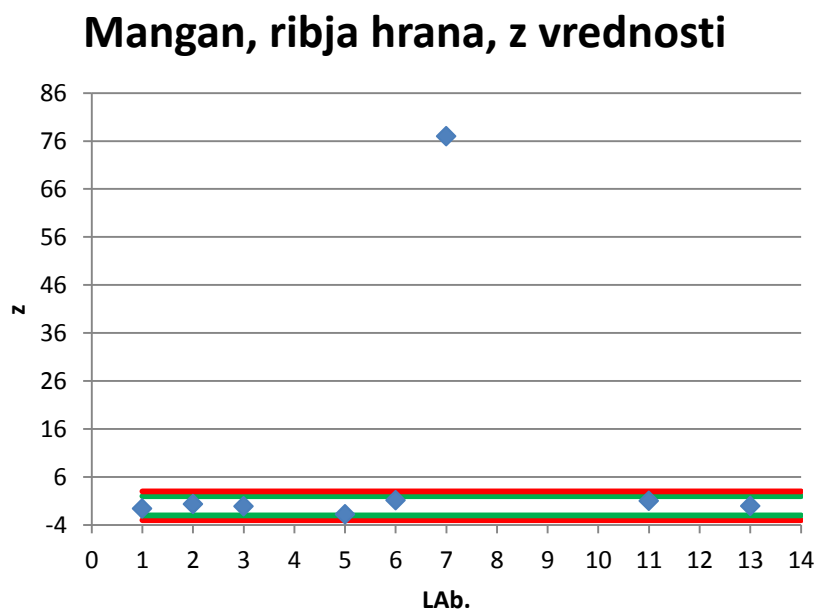
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 69: Ribja hrana – mangan

Lab.	Mn [mg/kg]
1	27
2	29
3	28
4	
5	24
6	30
7	192
8	
9	
10	
11	30
12	
13	28
14	



Lab.	z
1	-0,60
2	0,34
3	-0,13
4	
5	-1,77
6	1,14
7	77,00
8	
9	
10	
11	1,04
12	
13	-0,03
14	



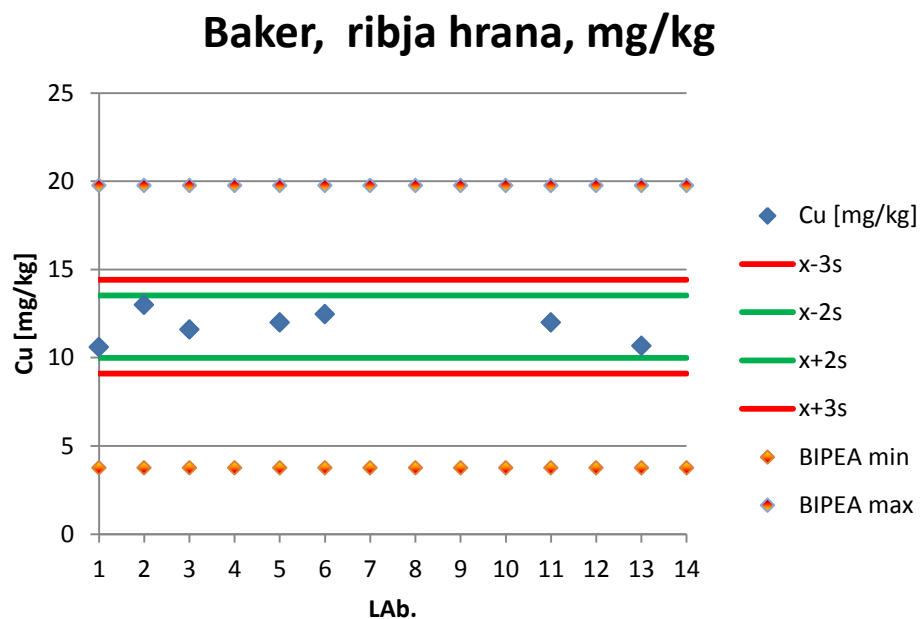
Pri določanju mangana v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

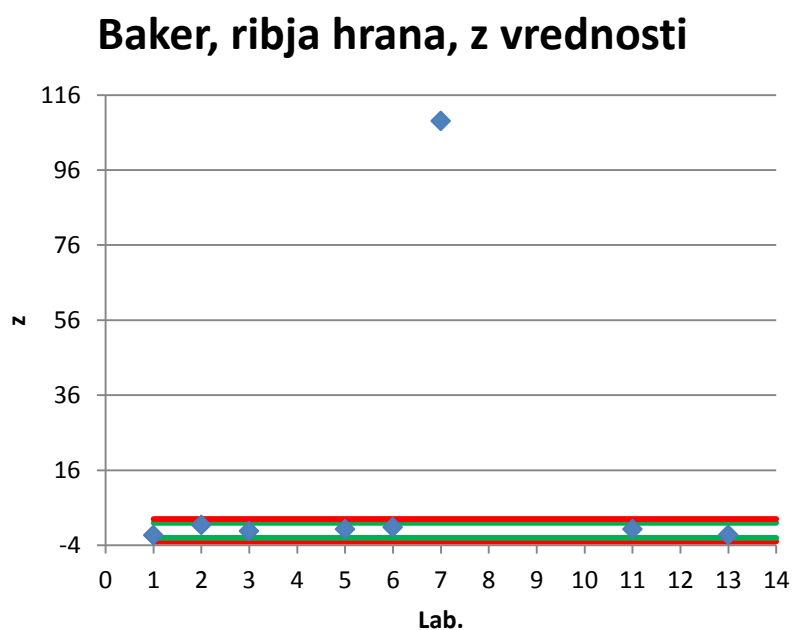
.

Slika 70: Ribja hrana – baker

Lab.	Cu [mg/kg]
1	11
2	13
3	12
4	
5	12
6	12
7	108
8	
9	
10	
11	12
12	
13	11
14	



Lab.	z
1	-1,31
2	1,40
3	-0,18
4	
5	0,27
6	0,79
7	109,07
8	
9	
10	
11	0,27
12	
13	-1,23
14	

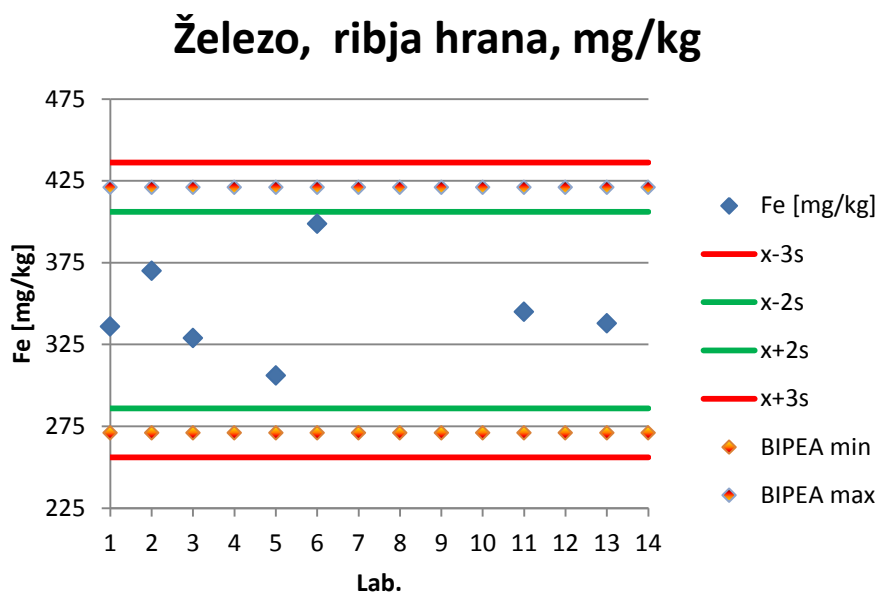


Pri določanju bakra v ribji hrani smo zaznali enega ubežnika.

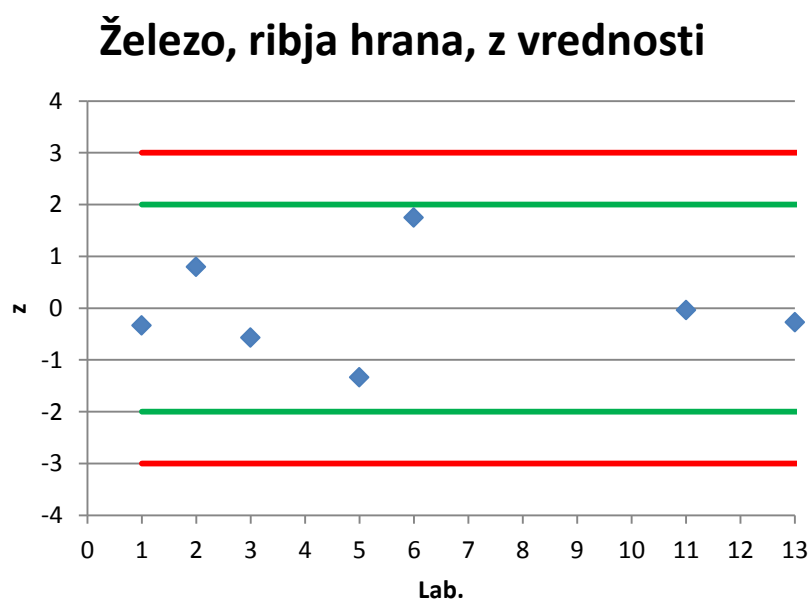
Od laboratorija 7 nismo prejeli podrobnosti o uporabljenih analiznih metodah, glede na velikost odstopanja pa sumimo, da bi šlo lahko za napako pri preračunavanju rezultatov.

Slika 71: Ribja hrana – železo

Lab.	Fe [mg/kg]
1	336
2	370
3	329
4	
5	306
6	399
7	
8	
9	
10	
11	345
12	
13	338
14	



Lab.	z
1	-0,34
2	0,80
3	-0,57
4	
5	-1,33
6	1,75
7	
8	
9	
10	
11	-0,04
12	
13	-0,27
14	



Pri določanju železa v ribji hrani so bili vsi rezultati znotraj tolerančnih mej.

9. ZAKLJUČKI

V medlaboratorijski primerjavi smo analizirali štiri različne vzorce: krmilo za kunce, pšenico, travno silažo in ribjo hrano.

Sodelovalo je 14 laboratorijev, ki so opravili analize suhe snovi, surovih beljakovin, surovih in skupnih maščob, surove vlaknine, surovega pepela, pepela netopnega v HCl, fosforja, kalcija, magnezija, kalija, natrija, cinka, mangana, bakra, železa, škroba in vodotopnega klorida in sporočili podatke o uporabljenih metodah.

Metode, ki naj se uporabljajo za inšpekcijsko kontrolo krme v Evropi so opisane v UREDBI KOMISIJE (ES) št. 152/2009 z dne 27. januarja 2009 o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za uradni nadzor krme.

Pregled uporabljenih metod je pokazal, da se vsi laboratoriji ne držijo omenjene Uredbe. V nekaterih primerih uporabljajo ISO standarde, ki se mnogokrat le malenkostno razlikujejo od metod iz Uredbe, včasih pa so razlike večje. Nekateri laboratoriji uporabljajo hišne metode, ki se precej razlikujejo od uradnih. Kljub odstopanjem od predpisanih analiznih metod so rezultati relativno dobri.

Skupno je bilo opravljenih 646 analiz. Rezultate smo statistično obdelali in izločili 40 ubežnikov (6,2%); v primeru, da ne upoštevamo laboratorija, ki je imel pri skoraj vseh kovinah ubežnike (verjetno je šlo za napako pri preračunavanju), je bilo ubežnikov samo 14 (2,2%). V večini primerov je prišlo do velik odstopanj zaradi uporabe res drugačne metode (velika razlika v temperaturi, velika razlika v času sušenja, drugo uporabljeno topilo...).

Najmanjša odstopanja so bila pri metodi za določanje surovega pepela, sledi določanje skupnih maščob, surovih maščob, natrija, kalija, magnezija, fosforja, kalcija, vlage, surovih beljakovin, surove vlaknine, bakra, cinka, mangana in železa.

Odstopanja so bila za vse štiri vzorce zelo podobna pri analizah kakovostnih parametrov, bolj pa so se razlikovala pri določanju elementov.

Lahko rečemo, da so rezultati dobri, da pa so vsakoletna srečanja zelo koristna za izmenjavo izkušenj.

10.LITERATURA

UREDBA KOMISIJE (ES) št. 152/2009 z dne 27. januarja 2009 o določitvi metod vzorčenja in analitskih metod za uradni nadzor krme

ISO 5983:2 (2009): Animal feeding stuffs – Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content – Part 2: Block digestion and steam distillation method

ISO 5984 (2002): Animal feeding stuffs – Determination of crude ash

ISO 5985 (2002): Animal feeding stuffs – Determination of ash insoluble in hydrochloric acid

ISO 6492 (1999): Animal feeding stuffs – Determination of fat content

ISO 6865 (2000): Animal feeding stuffs – Determination of crude fibre content – Method with intermediate filtration

ISO 6491 (1998): Animal feeding stuffs – Determination of phosphorus content – Spectrometric method

ISO 6869 (2000): Animal feeding stuffs – Determination of the contents of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc – Method using atomic absorption spectrometry