

Afdeling Microscopie. Datum: 1983-03-23  
RAPPORT 83.38 Pr.nr. 505.0020  
Onderwerp: Onderzoek naar de spreiding in  
de fijnheidsanalyses van denaturatiemid-  
delen.  
Bijlagen: Tabellen van de fijnheidsbepa-  
lingen van diverse denaturatiemiddelen.

Verzendlijst: directeur, direktie VKA, sektorhoofd (2x), afdeling  
Microscopie, afdeling Normalisatie (Humme), Projekt-  
beheer, Projektleider, Sledsens, mw Werdmuller.



Afdeling Microscopie.

Datum: 1983-03-23.

RAPPORT 83.38

Pr.nr. 505.0020

Projekt: Ontwikkeling van microscopische en andere optische onderzoeksmethoden voor diverse landbouw- en visserijprodukten.

Onderwerp: Onderzoek naar de spreiding in de fijnheidsanalyses van denaturatiemiddelen.

Bijlagen: Tabellen van de fijnheidsbepalingen van de diverse denaturatiemiddelen.

Doel:

Met behulp van de analysespreiding de grens vast te stellen waaronder een monster niet aan de vereiste norm voldoet.

Samenvatting:

Van 14 denaturatiemiddelen is de analysespreiding van de fijnheidsanalyse bepaald.

Hiertoe zijn per denaturatiemiddel van een 20-tal monsters de analyse door twee analisten op verschillende dagen geanalyseerd.

Uit de analysespreiding zijn criteria berekend, waaronder het gemiddelde van twee analyses moet liggen om een monster te kunnen afkeuren.

Conclusie:

Men kan bij de zeefanalyse van de verschillende denaturatiemiddelen de volgende spreiding in de resultaten van de doorval (fijnheid) verwachten:

Produkt	Analyse	Afkeur-	Vereiste
	spreiding	kriterium	doorval
	%	%	%
Vismeel	1,9	26,6	30
Zetmeel	3,7	43,4	50
Ijzersulfaat	3,8	23,2	30
Kopersulfaat	0,8	68,2	70
CMC	5,1	40,8	50
Stromeel	1,7	46,9	50
Luzernemeel	1,7	46,9	50
Grasmeel	4,1	42,6	50
Ontsloten maismeel	1,6	47,1	50
Havermoutafvalmeel	2,9	44,8	50
Havervoermeel	4,6	41,3	50
Raapschroot	1,7	46,7	50
Zonnebloemzaadschroot	2,1	46,0	50
Sojaschillen	1,6	46,9	50

Verantwoordelijk: drs W.J.H.J. de Jong

Medewerkers/samenstellers: mw G.A. Werdmuller, drs W.J.H.J. de Jong

Projektleider: drs W.J.H.J. de Jong

### Inleiding

In het kader van de Verordening (EEG) Nr. 368/77 met betrekking tot de verkoop van magere melkpoeder bestemd voor voeder voor varkens en pluimvee worden in de bijlage bij deze verordening (bijlage 3. Algemene voorschriften inzake denaturering en bijmenging) een aantal eisen genoemd, die gesteld worden aan de te gebruiken denaturatiemiddelen. Zo moet het vismeel tenminste 30% korrels met een grootte van minder dan 300 micron bevatten; zetmeel en carboxymethylcellulose (CMC) moeten tenminste 50% korrels met een grootte van minder dan 80 micron bevatten; bijprodukten van de maalterij en perskoeken van oliehoudende zaden tenminste 50% korrels met een grootte minder dan 500 micron; grasmeel en luzernemeel moeten tenminste 50% met een grootte van maximaal 300 micron bevatten; enz.

Door het RIKILT wordt de fijnheid van deze denaturatiemiddelen bepaald volgens het Intern Analysevoorschrift M-35 (2e oplage d.d. 1983-03-23). In de praktijk blijkt dat bij de bepaling van de fijnheid van de denaturatiemiddelen nog al eens producten voorkomen, die niet aan de gestelde eisen voldoen.

De vraag doet zich voor of, door de spreiding van de analyses i.v.m. de heterogeniteit van het monster, mogelijk een aantal van deze producten toch aan de gestelde eisen zou voldoen, indien er rekening met deze spreiding gehouden zou zijn.

Vandaar dat er een onderzoek naar de spreiding van de analyses in het laboratorium wordt ingesteld.

Naast de analysespreiding in het laboratorium is ook de analysespreiding tussen laboratoria en de spreiding tussen monsters uit dezelfde partij van belang.

### Uitvoering en resultaten

Van ieder denaturatiemiddel werden maximaal 20 verschillende monsters op fijnheid onderzocht volgens de Interne Analyseprocedure Nr. M-35. De bepalingen werden steeds in duplo door twee verschillende analisten op verschillende tijdstippen uitgevoerd, zodat de bronnen die de analysespreiding veroorzaken, zoveel mogelijk aanwezig zijn (zie de tabellen 1 t/m 14 van de bijlage).

De spreiding van de analyse in het laboratorium is berekend uit de duploresultaten  $d$  met de formule  $s = \sqrt{\sum d^2 / (2n)}$ , waarin  $n$  het aantal duploverschillen is.

Tevens is voor elk denaturatiemiddel, het gemiddelde, de mediaan, de range en de standaardafwijking van het doorvalpercentage van de monsters uit de diverse partijen berekend.

De standaardafwijking is hier berekend met de formule  $s$  (tussen partijen) =  $\sqrt{(\sum x^2 - (\sum x)^2/n)/(n-1)}$  waarin  $x$  het gemiddelde van de twee analyses is.

Indien voor het afkeuren van een monster als richtlijn wordt genomen  $\bar{x}$  (van twee analyses)  $< \text{Norm} - 2,539 s$  (analyse)/ $\sqrt{2}$  of wel  $\bar{x} < \text{Norm} - 1,8 s$  (analyse) dan is er een kans van 1% dat een monster met een doorvalpercentage gelijk aan de norm ten onrechte wordt afgekeurd, mits de spreiding tussen laboratoria klein of afwezig is.

$t$  ( $\alpha = 0,01$ , éézijdig,  $\nu = 19$ ) = 2,539.

Indien het monster representatief is voor de partij en er geen verschil in analyse is tussen laboratoria dan geldt voor een partij dezelfde kans.

De resultaten worden in tabel I weergegeven.

Tabel I. Fijnheidsanalyse in denaturatiemiddelen.

Produkt	Maaswijdte in micron.	Norm min. doorval in %	Aantal partijen	Gem. doorval in %	Mediaan in %	Range doorval %	s doorval %	s analyse %	Afkeuringskriteria * norm-2,539 s an /V2 <sup>1</sup> %
Vismeel	300	30	20	57	56,5	0 - 73	10	1,9	26,6
Zetmeel	80	50	20	94	98	8 - 100	8	3,7	43,4
IJzersulfaat	250	30	20	60	60	1 - 79	11	3,8	23,2
Kopersulfaat	200	70	20	94	98	1 - 100	13	0,8	68,6
CMC	80	50	20	86	87	9 - 100	8	5,1	40,8
Stromeel	500	50	20	73	73	4 - 80	4	1,7	46,9
Luzernemeel	300	50	20	65	64	5 - 79	7	1,7	46,9
Grasmeel	500	50	20	78	79	0 - 91	9	4,1	42,6
Ontsloten zetmeel	500	50	20	79	83	4 - 86	9	1,6	47,1
Havermoutafvalmeel	500	50	20	74	73	2 - 86	6	2,9	44,8
Havervoermeel	500	50	13	74	72	4 - 88	7	4,6	44,5 1)
Raapschroot	500	50	12	75	75	1 - 98	11	1,7	46,7 2)
Zonnebloemzaadschroot	500	50	13	79	78	2 - 87	5	2,1	46,0 1)
Sojaschillen	500	50	11	64	63	0 - 76	5	1,6	46,9 3)

\* Indien het gemiddelde van 2 onafhankelijke analyses kleiner is dan het afkeuringskriterium dan heeft een monster dat precies aan de norm voldoet een kans van 1% om ten onrechte te worden afgekeurd.

- 1) t = 2,681
- 2) t = 2,718
- 3) t = 2,764

Conclusie

Men kan bij de zeefanalyse van de verschillende denaturatiemiddelen de volgende spreiding in de resultaten van de doorval verwachten:

Tabel

Produkt	Analysespreiding	Afkeurkriterium	Vereiste minimale	
	%	%	doorval	%
Vismeel	1,9	26,6	30	
Zetmeel	3,7	43,4	50	
IJzersulfaat	3,8	23,2	30	
Kopersulfaat	0,8	68,6	70	
CMC	5,1	40,8	50	
Stromeel	1,7	46,9	50	
Luzernemeel	1,7	46,9	50	
Grasmeel	4,1	42,6	50	
Ontsloten maismeel	1,6	47,1	50	
Havermoutafvalmeel	2,9	44,8	50	
Havervoermeel	4,6	41,3	50	
Raapschroot	1,7	46,7	50	
Zonnebloemzaadschroot	2,1	46,0	50	
Sojaschillen	1,6	46,9	50	

Bij het zeven van zetmeel en CMC dient men de zeef na gebruik zeer goed schoon te maken bij voorkeur m.b.v. perslucht om verstopping van de mazen te voorkomen.

De in de tabel aangegeven spreiding zal in voorkomende gevallen worden aangehouden bij het vaststellen of een denaturatiemiddel aan de gestelde fijnheidseisen voldoet.

Tabel 1. De bepaling van de fijnheid van de diverse denaturatiemiddelen.

Monster nummer	Doorval door 300 micron (%)		Gem.	d
13817	70	74	72	-4
13826	71	71	71	0
13830	55	57	56	-2
13856	45	44	44,5	+1
13879	71	74	72,5	-3
13895	47	45	46	+2
14065	44	44	44	0
14083	49	44	46,5	+5
14097	59	60	59,5	-1
14302	62	61	61,5	+1
14320	43	38	40,5	-5
14341	63	60	61,5	+3
14406	64	64	64	0
14417	55	58	56,5	-3
14432	57	56	56,5	+1
14440	51	54	52,5	-3
14445	73	70	71,5	+3
14454	44	43	43,5	+1
14561	54	57	55,5	-3
14573	61	59	60	+2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 1,85$$

Tabel 2. De bepaling van de fijnheid van zetmeel.

Monster nummer	Doorval door 80 micron (%)		Gem.	d	Soort zetmeel
13812	98	100	99	-2	mais
13820	78	81	77,5	-3	tarwe
13829	100	100	100	0	mais
13841	99	100	99,5	-1	mais
13852	99	100	99,5	-1	mais
13857	99	100	99,5	-1	mais
13868	86	84	85	+2	tarwe
13876	83	83	83	0	tarwe
13882	89	83	86	+6	tarwe
13889	100	100	100	0	mais
13898	99	100	99,5	-1	mais
14043	88	100	94	-12	tarwe
14049	86	98	92	-12	tarwe
14058	87	99	93	-12	
14068	100	100	100	0	mais
14075	76	80	78	-4	verst. zetm.
14086	99	99	99	0	mais
14100	100	100	100	0	mais
14288	100	94	97	+6	mais
14297	88	89	88,5	-1	tarwe

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 3,68$$



Tabel 3. De bepaling van de fijnheid van ijzersulfaat

Monster nummer	Doorval door 250 micron (%)		Gem.	d
13810	54	57	55,5	-3
13818	51	54	52,5	-3
13827	58	55	56,5	+3
13839	59	60	59,5	-1
13850	45	43	44	+2
13858	42	41	41,5	+1
13866	59	55	57	+4
13874	60	60	60	0
13880	69	60	64,5	+9
13887	46	46	46	0
13896	73	67	70	+6
14041	72	55	63,5	+17
14047	73	68	70,5	+5
14056	49	47	48	+2
14066	65	66	65,5	-1
14074	71	61	66	+10
14084	70	70	70	0
14098	49	51	50	-2
14286	79	79	79	0
14295	74	74	74	0

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 3,84$$

Tabel 4. De bepaling van de fijnheid van kopersulfaat.

Monster nummer	Doorval door 200 micron (%)		Gem.	d
13811	42	41	41,5	+1
13819	98	97	97,5	+1
13828	98	98	98	0
13840	83	81	82	+2
13851	99	99	99	0
13859	94	95	94,5	-1
13867	98	99	98,5	-1
13875	97	98	97,5	-1
13881	98	97	97,5	+1
13888	99	100	99,5	-1
13897	97	99	98	-2
14042	100	100	100	0
14048	100	100	100	0
14057	97	99	98	-2
14067	98	98	98	0
14085	90	93	91,5	-3
14099	99	99	99	0
14287	99	99	99	0
14296	95	95	95	0
14313	90	90	90	0

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 0,84$$

Tabel 5. De bepaling van de fijnheid van CMC.

Monster nummer	Doorval door 80 micron (%)		Gem.	d
13842	70	68	69	+2
13869	95	95	95	0
14040	79	94	86,5	-15
14050	79	95	87	-16
14059	74	95	84,5	-21
14076	92	93	92,5	-1
14294	85	90	87,5	-5
1431?	76	76	76	0
14426	81	87	84	-6
14567	81	80	80,5	+1
14583	95	95	95	0
14663	88	90	89	-2
14691	79	82	80,5	-3
14746	95	92	93,5	+3
14792	77	80	78,5	-3
14800	95	95	95	0
14821	85	82	83,5	+3
14987	99	100	99,5	-1
15001	74	73	73,5	+1
15008	88	86	87	+2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 5,09$$

Tabel 6. De bepaling van de fijnheid van stromeel.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
13886	73	68	70,5	+5
14329	75	74	74,5	+1
14463	76	77	76,5	-1
14470	74	75	74,5	-1
14679	70	70	70	0
14807	66	63	64,5	+3
15293	71	74	72,5	-3
16160	68	69	68,5	-1
17117	78	76	77	+2
17387	74	74	74	0
17619	72	73	72,5	-1
17775	78	77	77,5	+1
18898	69	68	68,5	+1
19109	69	70	69,5	-1
19119	76	78	77	-2
19237	76	73	74,5	+3
19371	77	77	77	0
19527	79	80	79,5	-1
19808	65	67	66	-2
19990	72	66	69	+6

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 1,651$$

Tabel 7. De bepaling van de fijnheid van luzernemeel.

Monster nummer	Doorval door 300 micron (%)		Gem.	d
13838	82	75	78,5	+7
14039	65	62	63,5	+3
14046	64	61	62,5	+3
14055	77	75	76	+2
14293	59	57	58	+2
14309	65	63	64	+2
14424	54	56	55	-2
14565	74	76	75	-2
14582	70	70	70	0
14662	58	56	57	+2
14690	61	60	60,5	+1
14790	65	66	65,5	-1
14799	66	64	65	+2
14817	78	78	78	0
15000	60	60	60	0
15007	63	62	62,5	+1
15035	67	64	65,5	+3
15063	67	65	66	+2
15150	57	58	57,5	-1
15182	58	60	59	-2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 1,70$$

Tabel 8. De bepaling van de fijnheid van grasmeel.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
13809	60	60	60	0
13849	63	66	64,5	-3
14087	89	71	80	+18
14285	73	73	73	0
14337	73	63	68	+10
14458	84	83	83,5	+1
14543	79	79	79	0
14551	90	89	89,5	+1
14717	86	85	85,5	+1
14727	76	74	75	+2
14780	89	80	84,5	+9
15027	69	70	69,5	-1
15055	91	90	90,5	+1
15198	86	87	86,5	-1
15300	78	81	79,5	-3
15368	83	75	79	+8
15892	85	87	86	-2
16020	78	69	73,5	+9
16314	70	69	69,5	+1
16391	83	85	84	-2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 4,14$$

Tabel 9. De bepaling van de fijnheid van ontsloten mais.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
13865	54	54	54	0
14073	82	81	81,5	+1
14745	59	58	58,5	+1
14983	86	85	85,5	+1
15046	60	61	60,5	-1
15166	83	81	82	+2
15410	83	82	82,5	+1
16004	80	78	79	+2
16321	84	82	83	+2
16353	77	76	76,5	+1
16888	75	83	79	-8
16915	84	83	83,5	+1
16926	84	83	83,5	+1
17096	86	85	85,5	+1
17124	84	83	83,5	+1
17394	84	83	83,5	+1
17519	84	83	83,5	+1
17563	84	82	83	+2
17575	85	87	86	-2
17610	80	79	79,5	+1

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 1,56$$

Tabel 10. De bepaling van de fijnheid van havermoutafvalmeel.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
13863	78	65	71,5	+13
13873	78	66	72	+12
14743	64	64	64	0
14984	80	81	80,5	-1
15044	62	62	62	0
15167	75	76	75,5	-1
15360	80	81	80,5	-1
15389	78	78	78	0
15408	68	68	68	0
15602	85	84	84,5	+1
15605	70	72	71	-2
16351	69	70	69,5	-1
16913	72	75	73,5	-3
16924	76	77	76,5	-1
17095	83	83	83	0
17561	76	78	77	-2
17573	73	72	72,5	+1
20483	70	72	71	-2
20513	85	86	85,5	-1
21401	72	71	71,5	+1

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 20)} = 2,93$$

Tabel 11. De bepaling van de fijnheid van havervoermeel.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
13864	62	66	64	-4
14744	67	67	67	0
14982	69	68	68,5	+1
15045	70	69	69,5	+1
15165	70	74	72	-4
15409	70	68	69	+2
16003	73	75	74	-2
16352	77	99	88	-22
16914	74	71	72,5	+3
16925	78	76	77	+2
17094	77	77	77	0
17562	82	82	82	0
15574	78	80	79	-2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 13)} = 4,57$$

Tabel 12. De bepaling van de fijnheid van raapschroot.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
19356	97	98	97,5	-1
19383	82	80	81	+2
19537	83	80	81,5	+3
19823	85	81	83	+4
19842	66	66	66	0
19978	63	60	61,5	+3
20202	65	64	64,5	+1
20380	82	79	80,5	+3
20468	83	80	81,5	+3
20478	67	69	68	-2
20517	69	70	69,5	-1
21415	66	69	67,5	-3

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 12)} = 1,73$$

Tabel 13. De bepaling van de fijnheid van zonnebloemzaadschroot.

Monster nummer	Doorval door 500 micron (%)		Gem.	d
14072	85	81	83	+4
16329	75	78	77,5	-3
16322	83	76	79,5	+7
16887	74	75	74,5	-1
17123	74	77	75,5	-3
17393	77	75	76	+2
17518	74	73	73,5	+1
17611	77	74	76,5	+3
17750	87	87	87	0
18090	80	79	79,5	+1
18387	86	85	85,5	+1
18607	74	70	72	+4
21376	82	80	81	+2

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 13)} = 2,15$$

Tabel 14. De bepaling van de fijnheid van sojaschillen.

Monster nummer	Doorval door 80 micron (%)		Gem.	d
14711	60	60	60	0
14992	70	71	70,5	-1
15936	67	63	65	+4
16306	63	61	62	+2
17237	63	68	65,5	-5
17554	63	63	63	0
18097	62	61	61,5	+1
19222	61	59	60	+2
19830	63	63	63	0
20493	60	61	60,5	-1
21391	75	76	75,5	-1

$$s(\text{analyse}) = \sqrt{\sum d^2 / (2 \times 11)} = 1,55^+$$