

Afd. L., Bureau Technometrie 1983-08-02
RAPPORT 83.57 Pr.nr. 101.6010
Onderwerp: Gecondenseerde melk en melk-
 poeder. Jaarverslag 1982.

Verzendlijst: directeur, sektorchef (3x), dir. VKA, dir. VZ, afd. Normalisatie (Humme), afd. Projektbeheer, mw Werdmuller, afd. Algemene Chemie, Sledsens, Labrijn, Controlestation voor Melkprodukten (3x).

Project: Niveaucontrole op de bepalingen in melk en zuivelprodukten ten behoeve van Rijkstoezicht.

Onderwerp: Gecondenseerde melk en melkprodukten. Jaaroverzicht 1982.

Bijlagen : 3 tabellen.

Voorgaand verslag: RIKILT rapport 82.15 d.d. 1982-03-02.

Doel:

Het tijdig onderkennen van eventueel optredende niveauverschillen tussen het Controlestation voor Melkprodukten en het RIKILT bij het chemisch en fysisch onderzoek van gecondenseerde melk met suiker en volle melkpoeder opdat tijdig maatregelen genomen kunnen worden om eventuele niveauverschillen op te heffen.

Samenvatting:

Dit verslag geeft de resultaten van een vergelijkend onderzoek tussen het Controlestation voor Melkprodukten en het RIKILT betreffende de bepaling van vocht, vet, suiker en melkzuur in gecondenseerde melk en de bepaling van vocht, vet, onoplosbaarheidscijfer, zuurheidsgraad en melkzuur in volle melkpoeder.

Conclusie:

De overeenstemming tussen de resultaten van de bepalingen in gecondenseerde volle melk met suiker is voldoende voor vocht, melkzuur en suiker en goed voor vet.

De overeenstemming tussen de resultaten van de bepalingen in volle melkpoeder is goed voor vet, zuurheidsgraad en melkzuur en voldoende voor vocht en onoplosbaarheidscijfer.

Verantwoordelijk: drs N.G. van der Veen 

Medewerker : A. Sledsens 

Samensteller : mw G.A. Werdmuller 

Projectleider : J. Labrijn 

In het kader van de niveaucontrole is in 1982 door het Controlestation voor Melkprodukten en het RIKILT vergelijkend onderzoek verricht op:
12 monsters gesuikerde gecondenseerde melk met vet;
11 monsters volle melkpoeder.

De gesuikerde condens is onderzocht op vocht, vet, suiker en L-melkzuur. De volle melkpoeder is onderzocht op vocht, vet (2 methoden), onoplosbaarheidscijfer, zuurheidsgraad en melkzuur.

De analyses zijn in duplo verricht zowel volgens de Methoden van Onderzoek van het Controlereglement van het C.v.M. als volgens het Keuringsreglement - ZKB voor Melkpoeder.

De analyseresultaten voor gecondenseerde melk staan in de tabellen 1a t/m 1d en voor melkpoeder in de tabellen 2a t/m 2e.

In tabel 3 is de butyrometrische vetbepaling in melkpoeder vergeleken met de Röse-Gottlieb methode.

Verwerking van de analyseresultaten van CvM en RIKILT

Per soort en per analysemethode zijn berekend:

- de verschillen tussen de gemiddelden van duplobepalingen van CvM en RIKILT.
- het gemiddelde van de verschillen $\bar{v} = \frac{\sum v}{n}$, waarin n het aantal onderzochte monsters is.
- de standaardafwijking van de verschillen t.o.v. het gevonden gemiddelde verschil
$$s = \sqrt{\sum (v - \bar{v})^2 / (n-1)}.$$
- het quotient (t) van het gevonden gemiddelde verschil ($\bar{v}$) en de standaardafwijking van dit gemiddelde verschil ($s/\sqrt{n}$) als maat voor de significantie van een eventueel niveauverschil.

De normen voor de beoordeling van de gemiddelde verschillen en de standaardafwijkingen van de analyseresultaten tussen CvM en RIKILT zijn ontleend aan de z.g. "condensstatistiek" van het CvM. Daarin worden de gemiddelde verschillen en de standaardafwijkingen aangegeven van de analyseresultaten tussen het CvM en de fabrieken. Deze laatste gemiddelde verschillen resp. standaardafwijkingen worden in oplopende volgorde gerangschikt en vervolgens in drie gelijke groepen verdeeld, die als "goed" (gemiddeld verschil resp. standaardafwijking klein), "voldoende" (gemiddeld) en "onvoldoende" (groot) worden gekwalificeerd.

Discussie

I. GECONDENSEERDE (VOLLE) MELK MET SUIKER (zie tabel 1a t/m 1d).

a. Vochtbeplating

De overeenstemming tussen de resultaten is voldoende.

Het CvM vindt gemiddeld 0,08% meer vocht dan het RIKILT.

In de jaren 1977, 1978, 1979 en 1980 was het niveauverschil 0,2% en in 1981 0,07%.

De standaardafwijking van de verschillen is klein, nl. 0,09%.

In 1981 was de standaarddeviatie 0,14%, in 1980 0,15%, in 1979 0,13%, in 1978 0,12% en in 1977 0,16%.

b. Vetbeplating

De overeenstemming tussen de resultaten is goed. Het CvM vindt gemiddeld 0,005% meer vet dan het RIKILT. In vroegere jaren was eveneens geen noemenswaardig verschil aanwezig (-0,010 tot +0,006%).

De standaardafwijking van de verschillen is redelijk, nl. 0,023%.

In 1981 was deze 0,029%, in 1980 0,032%, in 1979 0,026%, in 1978 0,025% en in 1977 0,045%.

c. Suikerbeplating

De overeenstemming tussen de resultaten is voldoende. Het CvM vindt gemiddeld 0,08% minder suiker dan het RIKILT. In 1977 was dit verschil -0,10%, in 1978 -0,20%, in 1979 -0,03%, in 1980 -0,04% en in 1981 -0,04%.

De standaardafwijking van de verschillen is klein, nl. 0,10%.

In 1981 was deze 0,11%, in 1980 en 1979 0,17%, in 1978 0,21% en in 1977 0,33%.

d. Melkzuurbepaling

De gehalten zijn opgegeven in mg per 100 g vetvrije melkdrogestof.

De overeenstemming tussen de resultaten is voldoende.

Het CvM vindt gemiddeld 3 mg/100g vvm's meer dan het RIKILT. In 1981 was dit 2 en in 1980 4 mg/100 g vvm's. De standaardafwijking van de verschillen is voldoende nl. 3,6 mg/100g vvm's. In 1981 was deze 4,7 en in 1980 4,5 mg/100 g vvm's.

II. MELKPOEDER (VOL) (zie tabel 2a t/m 2e)

a. Vochtbepaling

De overeenstemming tussen de resultaten is voldoende. Het niveauverschil is +0,08%. In 1981 was dit +0,01% en in 1980 +0,15%, in 1979 +0,13%, in 1978 +0,02%, in 1977 +0,09%. De standaardafwijking van de verschillen is klein, nl. 0,08%

In 1981 was deze 0,10%, in 1980 0,08%, in 1979 0,13%, in 1978 0,091% en in 1977 0,13%.

b. Vetbepaling (butyrometrische methode)

De overeenstemming tussen de resultaten is goed. Het niveauverschil is klein, evenals in 1981 +0,01%. In 1980 was dit +0,11%, in 1979 +0,09%, in 1978 +0,05% en in 1977 +0,18%. De standaardafwijking van de verschillen is goed, nl. 0,06%. In 1981 was deze 0,09%, in 1980 0,14%, in 1979 0,17%, in 1978 0,22% en in 1977 0,20%.

c. Onoplosbaarheidscijfer

De overeenstemming tussen de resultaten is voldoende.

Deze monsters hadden echter een zeer goede oplosbaarheid.

Dat het ene laboratorium in 1 van de 11 monsters een onoplosbaarheidscijfer vindt dat 2 maal zo groot is als dat van het andere laboratorium is bij deze lage cijfers chemisch gezien niet belangrijk. Het is de vraag of een gemiddeld verschil en een standaardafwijking hier zin hebben, omdat ze erg afhankelijk zijn van de onoplosbaarheidscijfers van de onderzochte monsters.

d. Zuurheidsgraad

De overeenstemming tussen de resultaten is goed. Het CvM en het RIKILT vinden gemiddeld dezelfde zuurheidsgraad. In 1981 vond het CvM gemiddeld 0,07°D lager dan het RIKILT. In 1980 was dit 0,04°D lager, in 1979 0,13, in 1978 0,48 en in 1977 0,42°D hoger.

De standaardafwijking van de verschillen is goed nl. 0,24°D. In 1981 was deze 0,18°D, in 1980 0,51°, in 1979 0,22°, in 1978 0,72° en in 1977 0,69°.

e. Melkzuurbepaling

De gehalten zijn opgegeven in mg per 100 g vetvrije melkdrogestof. De monsters hebben alle een zeer laag melkzuurgehalte nl. tussen 16 en 40 mg/100 g vvm_{ds}. De overeenstemming van de resultaten is goed.

Het gemiddelde verschil is 0,3 mg/100 g vvm_{ds}. In 1981 was dit 1,6, in 1980 1,9, in 1979 0,0, in 1978 +2 en in 1977 -7 mg/100 g vvm_{ds}. De standaardafwijking van de verschillen is klein, nl. 1 mg/100 g vvm_{ds}. In 1981 was deze 4, in 1980 4, in 1979 8, in 1978 6 en in 1977 7 mg/100g vvm_{ds}.

III. VET IN VOLLE MELKPOEDER, 2 METHODEN

In tabel 3 is de butyrometrische vetbepaling vergeleken met de Röse-Gottlieb methode.

In de tabel staan duplogemiddelden van CvM en RIKILT. Tevens zijn per methode de monstergemiddelden vermeld. De verschillen tussen monstergemiddelden van de beide methoden (butyrometer Röse-Gottlieb) staan in de laatste kolom.

Tussen de beide methoden is geen systematisch verschil aangetoond. Beide laboratoria vinden met beide methoden gemiddeld ongeveer hetzelfde vetgehalte.

Ook de spreiding van beide methoden (zie tabel 2.b1 en 2.b2) zijn niet significant van elkaar verschillend. De standaardafwijking van de verschillen is voor beide methoden resp. 0,062% en 0,074%.

Conclusies:

De overeenstemming tussen de resultaten van de bepalingen van vocht, melkzuur en suiker in gecondenseerde volle melk met suiker is voldoende en voor vet goed.

De overeenstemming tussen de resultaten van de bepalingen van vet, zuurheidsgraad en melkzuur in volle melkpoeder is goed en voor vocht en onoplosbaarheidscijfer voldoende.

Tabel 1 GECONDENSEERDE VOLLE MELK MET SUIKER

a. vochtgehalte in %

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70011	25.64	25.72	25.50	25.57	0.145
70034	25.60	25.46	25.47	25.56	0.015
70048	25.69	25.69	25.62	25.55	0.105
70077	26.74	26.65	26.60	26.56	0.115
70096	26.59	26.55	26.61	26.57	-0.020
70104	26.76	26.63	26.54	26.41	0.220
70122	26.46	26.62	26.39	26.38	0.155
70136	26.42	26.45	26.32	26.21	0.170
70154	26.27	26.44	26.41	26.47	-0.085
70180	26.50	26.43	26.31	26.46	0.080
70194	26.42	26.37	26.41	26.38	0.000
70224	26.49	26.60	26.38	26.51	0.100

s(bepaling) CvM = 0.073
 s(bepaling) RIKILT = 0.063
 gem. verschil = 0.083 **
 s(verschil) = 0.089
 s(gem. verschil) = 0.026
 t = 3.24

** significant van nul afwijkend $\alpha < 0.01$

Vervolg Tabel 1 GECONDENSEERDE VOLLE MELK MET SUIKER

b. vetgehalte in %

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70011	8.04	8.08	8.03	8.03	0.030
70034	8.02	8.05	8.04	8.10	-0.035
70048	8.02	8.02	8.01	8.06	-0.015
70077	8.09	8.12	8.09	8.12	0.000
70096	8.08	8.12	8.07	8.08	0.025
70104	8.09	8.13	8.12	8.14	-0.020
70122	8.09	8.07	8.05	8.07	0.020
70136	8.10	8.08	8.08	8.06	0.020
70154	8.05	8.05	8.06	8.02	0.010
70180	8.05	8.04	8.09	8.05	-0.025
70194	8.06	8.03	7.99	8.04	0.030
70224	8.06	8.05	8.04	8.02	0.025

s(bepaling) CvM = 0.019

s(bepaling) RIKILT = 0.024

gem. verschil = 0.005

s(verschil) = 0.023

s(gem. verschil) = 0.007

t = 0.80

Vervolg Tabel 1 GECONDENSEERDE VOLLE MELK MET SUIKER

c. saccharosegehalte in %

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70011	45.70	45.64	45.85	45.55	-0.030
70034	45.76	45.68	45.82	45.72	-0.050
70048	45.68	45.65	45.68	45.72	-0.035
70077	45.03	44.96	44.92	44.94	0.065
70096	44.83	44.93	45.16	45.06	-0.230
70104	44.90	44.68	45.03	45.05	-0.250
70122	44.83	45.02	44.99	45.03	-0.085
70136	44.83	45.03	44.87	44.81	0.090
70154	44.71	44.83	44.90	44.90	-0.130
70180	44.80	44.78	44.86	44.95	-0.115
70194	44.68	44.72	44.88	44.85	-0.165
70224	45.17	45.08	45.30	45.10	-0.075

$s(\text{bepaling}) \text{ CvM} = 0.085$
 $s(\text{bepaling}) \text{ RIKILT} = 0.083$
 $\text{gem. verschil} = -0.084^*$
 $s(\text{verschil}) = 0.103$
 $s(\text{gem. verschil}) = 0.030$
 $t = -2.82$

* significant van nul afwijkend $\alpha < 0.05$

Vervolg Tabel 1 GECONDENSEERDE VOLLE MELK MET SUIKER

d. melkzuur in mg/100 g vvm's

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70011	14	14	13	13	1.0
70034	15	14	14	16	-0.5
70048	18	19	14	14	4.5
70077	37	37	34	35	2.5
70096	36	36	35	35	1.0
70104	26	26	22	22	4.0
70122	15	14	12	16	0.5
70136	14	14	9	9	5.0
70154	22	23	11	12	11.0
70180	21	20	11	13	8.5
70194	15	13	15	15	-1.0
70224	14	14	11	12	2.5

s(bepaling) CvM = 0.6
 s(bepaling) RIKILT = 1.1
 gem. verschil = 3.3**
 s(verschil) = 3.6
 s(gem. verschil) = 1.0
 t = 3.11

** significant van nul afwijkend $\alpha < 0.01$

Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

a. vochtgehalte in %

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70010	2.68	2.65	2.55	2.57	0.105
70033	2.86	2.80	2.84	2.85	-0.015
70049	2.62	2.65	2.71	2.70	-0.070
70076	2.78	2.72	2.73	2.72	0.025
70095	2.70	2.72	2.58	2.59	0.125
70103	2.87	3.01	2.95	2.88	0.025
70121	3.12	3.09	2.95	2.94	0.160
70137	2.98	3.00	2.87	2.88	0.115
70155	2.89	3.01	2.79	2.78	0.165
70181	3.03	3.12	2.98	2.96	0.105
70195	2.58	2.68	2.56	2.52	0.090

s(bepaling) CvM = 0.053
 s(bepaling) RIKILT = 0.019
 gem. verschil = 0.075**
 s(verschil) = 0.075
 s(gem. verschil) = 0.022
 t = 3.36

** significant van nul afwijkend $\alpha < 0.01$

Vervolg Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

b.1 vetbepaling in % (butyrometrische methode)

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70010	26.30	26.25	26.30	26.30	-0.025
70033	26.05	26.25	26.20	26.20	-0.050
70049	26.30	26.30	26.30	26.30	0.000
70076	26.15	26.05	26.00	26.00	0.100
70095	26.30	26.30	26.30	26.30	0.000
70103	26.10	26.15	26.30	26.20	-0.125
70121	26.25	26.25	26.20	26.20	0.050
70137	26.35	26.35	26.30	26.30	0.050
70155	26.20	26.30	26.20	26.20	0.050
70181	26.05	26.25	26.10	26.10	0.050
70195	26.10	26.05	26.10	26.10	-0.025

s(bepaling) CvM = 0.070
s(bepaling) RIKILT = 0.021
gem. verschil = 0.007
s(verschil) = 0.062
s(gem. verschil) = 0.019
t = 0.36

Vervolg Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

b.2 vetbepaling in % volgens Röse -Gottlieb

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70010	26.41	26.49	26.25	26.36	0.145
70033	26.14	26.24	26.28	26.18	-0.040
70049	26.36	26.36	26.27	26.46	-0.005
70076	26.05	26.07	26.08	26.17	-0.065
70095	26.08	26.09	26.18	26.18	-0.095
70103	26.04	25.96	26.16	26.01	-0.085
70121	26.39	26.26	26.35	26.33	-0.015
70137	26.31	26.33	26.28	26.38	-0.010
70155	26.20	26.17	26.24	26.17	-0.020
70181	26.17	26.17	26.18	26.23	-0.035
70195	26.06	26.14	26.27	26.23	-0.150

s(bepaling) CvM = 0.047
s(bepaling) RIKILT = 0.070
gem. verschil = -0.034
s(verschil) = 0.074
s(gem. verschil) = 0.022
t = -1.53

Vervolg Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

c. onoplosbaarheidscijfer in ml

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70010	0.08	0.11	0.06	0.06	0.035
70033	0.08	0.08	0.04	0.06	0.030
70049	0.07	0.07	0.06	0.06	0.010
70076	0.06	0.06	0.07	0.08	-0.015
70095	0.06	0.04	0.05	0.06	-0.005
70103	0.08	0.09	0.06	0.06	0.025
70121	0.08	0.08	0.05	0.06	0.025
70137	0.07	0.07	0.06	0.06	0.010
70155	0.08	0.06	0.05	0.06	0.015
70181	0.06	0.06	0.03	0.03	0.030
70195	0.17	0.14	0.20	0.20	-0.045

s(bepaling) CvM = 0.011

s(bepaling) RIKILT = 0.006

gem. verschil = 0.010

s(verschil) = 0.024

s(gem. verschil) = 0.007

t = 1.44

Vervolg Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

d. zuurheidsgraad in °D

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		verschil
70010	14.5	14.5	14.7	14.6	-0.15
70033	14.5	14.6	14.6	14.7	-0.10
70049	14.5	14.6	14.6	14.6	-0.05
70076	15.0	14.9	14.6	14.6	0.35
70095	14.9	15.0	14.6	14.6	0.35
70103	14.3	14.3	14.4	14.4	-0.10
70121	14.3	14.4	14.6	14.6	-0.25
70137	14.4	14.3	14.6	14.6	-0.25
70155	14.2	14.1	14.2	14.2	-0.05
70181	14.3	14.3	13.9	14.0	0.35
70195	14.8	14.8	14.9	14.9	-0.10

s(bepaling) CvM = 0.056
 s(bepaling) RIKILT = 0.037
 gem. verschil = 0.000
 s(verschil) = 0.235
 s(gem. verschil) = 0.071
 t = 0.00

Vervolg Tabel 2 VOLLE MELKPOEDER

e. melkzuur in mg/100 g vymds

RIKILT-nr.	CvM		RIKILT		Verschil
70010	19	19	18	17	1.5
70033	16	15	17	17	-1.5
70049	18	18	16	16	2.0
70076	17	17	16	16	1.0
70095	18	19	19	19	-0.5
70103	16	20	19	19	-1.0
70121	19	19	19	19	0.0
70137	19	19	19	19	0.0
70155	21	21	20	20	1.0
70181	40	40	41	41	-1.0
70195	20	20	18	18	2.0

s(bepaling) CvM = 0.90
 s(bepaling) RIKILT = 0.21
 gem. verschil = 0.32
 s(verschil) = 1.25
 s(gem. verschil) = 0.38
 t = 0.84

Tabel 3 Vet in volle melkpoeder volgens 2 methoden

Gemiddelden van duplo's in %

RIKILT-nr.	Butyrometrisch			Röse-Gottlieb			Verschil
	CvM	RIKILT	GEM.	CvM	RIKILT	GEM.	
			B			R	
70010	26,275	26,30	26,288	26,45	26,305	26,378	-0,090
70033	26,15	26,20	26,175	26,19	26,23	26,210	-0,035
70049	26,30	26,30	26,300	26,36	26,365	26,362	-0,062
70076	26,10	26,00	26,050	26,06	26,125	26,092	-0,042
70095	26,30	26,30	26,300	26,085	26,18	26,132	+0,168
70103	26,125	26,25	26,188	26,00	26,085	26,042	+0,146
70121	26,25	26,20	26,225	26,325	26,34	26,332	-0,107
70137	26,35	26,30	26,325	26,32	26,33	26,325	0,000
70155	26,25	26,20	26,225	26,185	26,205	26,195	+0,030
70181	26,15	26,10	26,125	26,17	26,205	26,188	-0,063
70195	<u>26,075</u>	<u>26,10</u>	<u>26,088</u>	<u>26,10</u>	<u>26,25</u>	<u>26,175</u>	<u>-0,087</u>
Gemiddeld	26,211	26,205	26,208	26,204	26,238	26,221	-0,013

s(verschil) 0,093

s(gem.verschil) 0,028

t -0,46