

Projectnr.: 101.6040

Niveaucontrole op de laboratoria van het Centraal Orgaan voor Melkhygiëne (COM)

Projectleider: A.E.M. Vermunt

Rapport 92.15

oktober 1992

TITREERBARE ZUURTEGRAAD VAN HET VET VAN MELK (INTERNE NIVEAUCONTROLE)

A. de Koning

Afdeling: Kwaliteitsbewaking en -systemen

DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 08370-75400

Telex 75180 RIKIL

Telefax 08370-17717

Copyright 1992, DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten.
Overname van de inhoud is toegestaan mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

hoofden onderzoekafdelingen

afdeling Microbiologie en Biochemie

afdeling Kwaliteitsbewaking en -systemen (2x)

programmabeheer en informatieverzorging (2x)

circulatie

bibliotheek (3x)

EXTERN:

Dienst Landbouwkundig Onderzoek

Directie Veehouderij en Zuivel (Ir. J.J. Bakker)

Directie Milieu, Kwaliteit en Voeding

Centraal Orgaan voor Melkhygiëne

Commissie van Advies van het Centraal Orgaan voor Melkhygiëne (10x)

Regionaal Orgaan voor Melkhygiëne Noord-Nederland

Regionaal Orgaan voor Melkhygiëne Oost-Nederland

Regionaal Orgaan voor Melkhygiëne West-Nederland

Regionaal Orgaan voor Melkhygiëne Zuid-Nederland

Stichting Melkcontrolestation Noord-Nederland

Stichting Melkcontrolestation Oost-Nederland

Stichting Melkcontrolestation West-Nederland

Coop. Vereniging voor Melkonderzoek Zuid-Nederland

INHOUD	blz.
SAMENVATTING	3
1 INLEIDING	5
2 MATERIAAL EN METHODEN	5
2.1 Bereiding en bewaring van controlemonsters botervet	5
2.2 Bereiding en bewaring van controlemonsters melk	6
2.3 Uitvoering van de controle op het niveau	6
3 RESULTATEN EN DISCUSSIE	7
3.1 Resultaten van de controlemonsters botervet	7
3.2 Resultaten van de controlemonsters melk	7
4 CONCLUSIE	8
LITERATUUR	8
BIJLAGEN	
A Resultaten van de zuurtegraadbepaling in controlemonsters botervet	
B Resultaten van de zuurtegraadbepaling in controlemonsters melk	

SAMENVATTING

In het voorschrift voor de bepaling van de titreerbare zuurtegraad van het vet van melk, conform COM voorschrift 91/997, is alleen een controle op de titratie beschreven. Een controle op de gehele bepaling ontbreekt.

Voor de interne niveaucontrole op de titratie zijn controlemonsters botervet bereid conform NEN 6854 en voor de interne niveaucontrole van de gehele bepaling zijn door het RIKILT-DLO geïnactiveerde diepgevroren controlemonsters melk bereid.

Beide controlemonsters zijn gedurende tenminste één jaar in het routineonderzoek als controle meegenomen. Uit de resultaten blijkt dat de stabiliteit van de controlemonsters uitstekend is. De standaardafwijking in de controlemonsters botervet is kleiner dan 0,02 mmol per 100 g vet en in de controlemonsters melk kleiner dan 0,03 mmol per 100 g vet.

1 INLEIDING

In het voorschrift voor de bepaling van de titreerbare zuurtegraad van het vet van melk, conform COM voorschrift 91/997, is alleen een controle op de titratie beschreven. Een controle op de gehele bepaling ontbreekt.

Voor de interne niveaucontrole op de titratie zijn controlemonsters botervet bereid conform NEN 6854 en voor de interne niveaucontrole van de gehele bepaling zijn door het RIKILT-DLO geïnactiveerde diepgevroren controlemonsters melk bereid.

De resultaten van de interne niveaucontrole met beide monsters zijn in dit verslag vermeld.

2 MATERIAAL EN METHODEN

In dit hoofdstuk worden de bereiding en de bewaring van de controlemonsters botervet en de controlemonsters melk beschreven.

2.1 Bereiding en bewaring van de controlemonsters botervet

De controlemonsters worden bereid door aan "gewassen" botervet een bekende hoeveelheid palmitinezuur toe te voegen.

Werkwijze "wassen" botervet.

Aan een bekende hoeveelheid botervet, die verwarmd is tot 70 à 80 °C, wordt 10 ml 30% natronloog per kg botervet toegevoegd en 15 minuten krachtig gemengd bij een temperatuur van 70 à 80 °C. Het mengsel wordt 10 minuten gecentrifugeerd bij 2000 g. De laag, heldere "gewassen" botervet wordt overgebracht in een erlenmeyer, na mengen wordt de zuurtegraad bepaald.

Indien de zuurtegraad hoger dan 0,30 mmol/100 g is, moet de bovenstaande procedure zo vaak herhaald worden tot de zuurtegraad lager dan 0,30 mmol/100 g is.

Van het zo verkregen "gewassen" botervet wordt een ijkreeks gemaakt met verschillende zuurtegraden. Hiervoor wordt, aan een op 10 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid botervet, een op 0,1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid palmitinezuur toegevoegd en gedurende 1 uur bij 45 °C gemengd. Deze standaarden kunnen bij een temperatuur van circa 4 °C bewaard worden. De verhoging van de zuurtegraad wordt als volgt berekend.

$$\frac{a}{M} \times \frac{100}{b} = \text{toename van het gehalte aan titreerbare zuurtegraad in mmol/100g.}$$

Hierbij is:

- M = mol.massa van palmitinezuur (= 256,23)
- a = ingewogen hoeveelheid palmitinezuur in mg
- b = ingewogen hoeveelheid botervet in g

Om besmetting en/of bederf, door steeds opwarmen en afkoelen van de controlemonsters botervet, te voorkomen zijn de controlemonsters in gebruikshoeveelheden in kunststofbuisjes afgewogen.

2.2 Bereiding en bewaring van de controlemonsters melk

Drie partijen melk met een gehalte aan vrije vetzuren variërend van 0,20 tot 1,20 mmol per 100g vet worden geïnactiveerd door, onder voortdurend roeren, druppelsgewijs 1 ml 30 % waterstofperoxyde per liter melk toe te voegen.

De geïnactiveerde partijen melk worden koud afgevuld in kunststofflesjes van 50 ml (40 à 45 ml per flesje) en gesloten nadat eerst door samenknijpen zoveel mogelijk lucht uit de flesjes is verdreven. De flesjes met melk worden hierna zo snel mogelijk ingevroren bij -20 °C. Een lange invriestijd geeft kans op 'korrel'vorming.

2.3 Uitvoering van de controle op het niveau

De controlemonsters botervet worden gebruikt om de titratieprocedure te controleren.

De controlemonsters melk worden gebruikt om de gehele bepaling te controleren.

Kort voor of tijdens het routinematige onderzoek van monsters op de bepaling van de titreerbare zuurtegraad van het vet van melk worden drie controlemonsters melk (van elke partij één) in koud stromend water ontdooit en direct na het ontdooien zo koud mogelijk onderzocht volgens NEN 6854.

3 RESULTATEN EN DISCUSSIE

In dit hoofdstuk worden de resultaten van de bepalingen van de titreerbare zuurtegraad van het vet in melk met behulp van de controlemonsters botervet en de controlemonsters melk besproken.

3.1 Resultaten controlemonsters botervet

In tabel 1 staan de gemiddelden, de standaardafwijkingen de variatiecoëfficiënten en het aantal bepalingen van de 3 controlemonsters botervet vermeld. In bijlage A zijn de afzonderlijke resultaten vermeld.

Uit deze resultaten blijkt dat het mogelijk is stabiele standaarden te maken met verschillende zuurtegraden. Bij geen van de 95 uitgevoerde bepalingen wordt de toegelaten spreiding voor de herhaalbaarheid in botervet (0,04mmol/100 g vet) overschreden.

Tabel 1. Gemiddelden, standaardafwijkingen en de variatiecoëfficiënten van de bepaling van de zuurtegraad in de controlemonsters botervet.

Controlemonster botervet	gemiddelde (mmol/100g vet)	standaard- afwijking (mmol/100 g vet)	variatie- coëfficiënt (%)	aantal bepalingen
A	0,202	0,008	3,7	28
B	0,772	0,019	2,5	38
C	1,038	0,012	1,2	29

3.2 Resultaten controlemonsters melk

In tabel 2 staan de gemiddelden, de standaardafwijkingen, de variatiecoëfficiënten en het aantal bepalingen van de 3 controlemonsters melk. In bijlage B zijn de afzonderlijke resultaten vermeld.

Uit deze resultaten blijkt dat het mogelijk is om stabiele controlemonsters melk te maken met verschillende zuurtegraden. Bij geen van de 64 uitgevoerde bepalingen wordt de toegelaten spreiding voor de herhaalbaarheid in melk (0,07mmol/100 g vet) overschreden.

Tabel 2. Gemiddelden, standaardafwijkingen en de variatiecoëfficiënten van de bepaling van de zuurtegraad in de controlemonsters melk.

Controlemonster melk	gemiddelde (mmol/100 g vet)	standaard- afwijking (mmol/100 g vet)	variatie- coëfficiënt (%)	aantal bepalingen
1	24	0,015	6,5	24
2	24	0,025	4,9	24
3	16	0,025	3,4	16

4 CONCLUSIES

Uit de resultaten blijkt dat de controlematerialen botervet en melk tenminste een jaar stabiel zijn en toegepast kunnen worden voor resp. de niveau controle op de titratie resp. voor de gehele procedure.

De standaardafwijking in de controlemonsters botervet is kleiner dan 0,02 mmol/100 g vet en in de controlemonsters melk kleiner dan 0,03 mmol/per 100 g vet.

LITERATUUR

NEN 6854-1991. Melk. Bepaling van de titreerbare zuurtegraad van het vet.
Nederlands Normalisatie Instituut, Delft.

COM 91/997-1991 Melk. Bepaling van de titreerbare zuurtegraad van het vet.

Resultaten van de zuurtegraadbepaling in controlemonsters botervet in mmol/100 g

Datum	Standaard A	Standaard B	Standaard C
12-04-88		0,79	1,05
26-04-88		0,80	
29-04-88		0,78	1,03
03-05-88		0,80	
04-05-88		0,80	1,03
05-09-88	0,21	0,80	1,03
13-09-88		0,79	
14-09-88		0,79	
20-09-88		0,80	
27-09-88		0,81	1,04
03-10-88	0,20	0,80	
04-10-88	0,20	0,78	
13-10-88		0,79	
21-10-88	0,21	0,78	1,04
30-11-88	0,19	0,76	
05-12-88	0,21	0,78	1,04
07-12-88	0,20	0,78	1,06
09-12-88	0,20	0,76	1,04
12-12-88	0,22	0,76	1,04
14-12-88	0,22	0,77	1,04
14-12-88	0,20	0,77	1,04
15-12-88	0,20	0,74	1,04
20-12-88	0,21	0,76	1,04
20-12-88	0,20	0,76	1,05
21-12-88	0,20	0,76	1,06
21-12-88	0,20	0,76	1,04
22-12-88	0,20	0,75	1,04
22-12-88	0,20	0,74	1,03
23-12-88	0,20	0,75	1,02
23-12-88	0,20	0,75	1,02
23-12-88	0,20	0,76	1,00
29-12-88	0,19	0,75	1,05
03-01-89	0,21	0,76	1,02
04-01-89	0,20	0,75	1,04
05-01-89	0,20	0,76	1,04
10-01-89	0,19	0,76	1,04
17-01-89	0,21	0,76	1,04
23-01-89	0,20	0,78	1,05

Resultaten van de zuurtegraadbepalingen in de melkstandaarden in mmol/100 g

Datum	Standaard 1	Standaard 2	Standaard 3
13-09-88		0,85	
14-09-88		0,86	
20-09-88	0,23	0,84	
27-09-88	0,22	0,82	
03-10-88	0,20	0,80	
04-10-88	0,22	0,83	
13-10-88	0,20	0,81	
27-10-88	0,20	0,79	
30-11-88	0,19	0,77	0,48
09-12-88	0,19	0,78	
21-12-88	0,21	0,80	0,48
05-01-89	0,21	0,78	0,44
17-04-89	0,20	0,83	0,51
20-04-89	0,23	0,84	0,53
09-05-89	0,20	0,79	0,51
24-05-89	0,20	0,80	0,49
12-09-89	0,21	0,80	0,49
13-09-89	0,24	0,82	0,52
13-09-89	0,21	0,78	0,49
26-09-89	0,22	0,87	0,49
27-09-89	0,20	0,79	0,48
02-11-89	0,19	0,81	0,46
15-02-90	0,21	0,81	0,48
24-04-90	0,19	0,78	0,45
26-04-90	0,21	0,79	0,48
08-05-90	0,21		0,51