

Afd. Melk en Zuivelprodukten 1982-05-25

VERSLAG 82.38

Pr.nr. 202.6030

Onderwerp: Vergelijkend vetgehalte on-
derzoek tussen melk gecon-
serveerd met sublimaat en
met natriumazide

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd (3x), direktie V.K.A. (3x), afd.
Zuivel (3x), afd. Normalisatie (Humme), Projektbeheer,
projektleider, PsZ (3x), mw Werdmuller, AID (3x), direk-
tie V.Z.

↪

Projekt: Onderzoek monsters melk en zuivelprodukten i.o.v. PsZ
Onderwerp: Vergelijkend vetgehalte onderzoek tussen melk geconserveerd met sublimaat en met natriumazide.

Doel:

In de regio Drente-Groningen hebben sommige zuivelbedrijven een negatieve vetbalans. Men schreef dit toe aan de door het melkcontrolestation te hoog bepaalde vetgehalten, veroorzaakt door conservering van de melk met natriumazide.

Door middel van de butyrometrische methode van Gerber (NEN 962) nagaan of er verschillen zijn in het vetgehalte van monsters melk geconserveerd met sublimaat en monsters melk geconserveerd met natriumazide.


Samenvatting:


Een vierhonderdtal monsters melk respectievelijk geconserveerd met sublimaat en met natriumazide werden onderzocht op het vetgehalte, waarvan 16 monsters op het RIKILT. De rest werd op het M.C.S. Drente-Groningen in samenwerking met de Algemene Inspectiedienst onderzocht, om de praktijkomstandigheden te evenaren.


Conclusie:


Zowel de monsters die op het RIKILT als de monsters die op het M.C.S. Drente-Groningen onderzocht werden, vertoonden geen systematisch vetverschil.

Mocht er door de conservering met natriumazide meer vet gevonden worden dan met sublimaat dan is dat niet meer dan 0,01% absoluut ofwel 0,25% relatief.

Verantwoordelijk: ir H. Oortwijn 

Medewerker en samensteller: A. v. Polanen 

Statistische Verwerking: mw G.A. Werdmuller 

Projectleider: ir H. Oortwijn 

1. Inleiding

Sinds september 1980 heeft het M.C.S. Drente-Groningen een ontheffing om verzamelmonsters melk met de Gerber-methode te onderzoeken en te conserveren met natriumazide.

Vanaf dat moment werden bij sommige bedrijven in de regio Drente-Groningen grote vetverliezen geconstateerd.

Daardoor wilden sommige bedrijven terugschakelen op sublimaat geconserveerde monsters. Sublimaat mag niet meer op het riool geloosd worden in verband met de schadelijke gevolgen voor het milieu.

In het verleden is er te weinig wetenschappelijk onderzoek naar het gebruik van natriumazide als conserveermiddel verricht. Mede door het vetverlies als door het te kort aan onderzoek, heeft het RIKILT samen met de AID een onderzoek gedaan naar eventuele verschillen in het vetgehalte van de met sublimaat en natriumazide geconserveerde monsters melk.

2. Uitvoering

Het vetgehalte onderzoek kan in vier delen gesplitst worden:

- a. Een onderzoek op het RIKILT van 8 monsters rauwe melk, die ongeconserveerd, geconserveerd met sublimaat en geconserveerd met natriumazide onderzocht werden.
- b. Een onderzoek op het M.C.S. te Assen door het RIKILT en AID.
- c. Een onderzoek op het M.C.S. door de AID en het M.C.S.
- d. Een onderzoek door het M.C.S. te Assen.

Opmerking:

Bij ieder onderzoek werd natriumazide vergeleken met sublimaat. De gevonden vetgehalten zijn uitgedrukt in procenten.

2.1 Het onderzoek op het RIKILT op 1982-04-13 en 1982-04-20

Het vetgehalte onderzoek op het RIKILT werd in twee gedeelten verricht.

Bij het eerste onderzoek werden de ongeconserveerde monsters onderzocht en daarna de met sublimaat en natriumazide geconserveerde monsters. Deze laatste twee series werden een week later weer onderzocht. Het gemiddeld verschil bedroeg bij de eerste onderzoek $-0,0063$ en het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde verschil is $-0,013$ tot $+0,0008$.

Bij het tweede onderzoek is het gemiddelde verschil $+0,0006$ en het 95% betrouwbaarheidsinterval is $-0,006$ tot $+0,008$.

De conclusie van het onderzoek op het RIKILT: Tussen de monsters geconserveerd met natriumazide en sublimaat is geen niveauverschil aangetoond. Zie voor verdere informatie de tabellen 1 en 2.

2.2 Het onderzoek op het M.C.S. door het RIKILT en de AID op 1982-04-16

Ten behoeve van het vetgehalte onderzoek op het M.C.S. te Assen is het M.C.S. op 8 april 1982 gestart met het stapelen van 144 melkmonsters, 72 werden ervan geconserveerd met natriumazide en de andere 72 welke dezelfde melk bevatte met sublimaat. De monsters werden in series van 24 stuks onderzocht waarbij om de beurt gepipetteerd werd door twee personen. De resultaten van de eerste 24 met sublimaat geconserveerde monsters hebben we laten vervallen in verband met een foutieve behandeling van de monsters, zie tabel no. 3. De daarop volgende serie van 24 monsters gaf een gemiddeld verschil van +0,0054 en het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde is -0,001 tot +0,011. De volgende serie van 35 monsters (bestaande uit de laatste serie van 24 monsters en 11 heranalyses van de eerste serie) gaf een gemiddeld verschil van -0,0037 en het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde is -0,014 tot +0,006, zie tabel 5.

Conclusie van het onderzoek bij het M.C.S.: er zijn geen niveauverschillen aangetoond, zie ook tabellen no. 4 en 5.

2.3 Onderzoek op het M.C.S. door het M.C.S. en de AID op 1982-04-20

In het totaal werden er 2 series van 36 monsters onderzocht. Het onderzoek op het M.C.S. te Assen gebeurde op de wentelblokmethode en met een elektronisch afleesapparaat, onder toezicht van de AID. Van deze 72 monsters nam de AID er 24 als steekproef uit en onderzocht deze monsters volgens NEN 962.

De eerste serie van 36 monsters gaf een gemiddeld verschil van +0,0031 en de 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde is -0,006 tot +0,012.

De tweede serie van 36 monsters gaf een gemiddeld verschil van +0,0078 en het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde is -0,001 tot +0,017.

Bij de controle door de AID werd op 24 monsters een gemiddeld verschil van -0,0008 gevonden en het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde is -0,006 tot +0,005.

Conclusie van het onderzoek door het M.C.S. en de AID: er zijn geen niveauverschillen aangetoond, zie ook tabellen no. 6, 7, 8 en 9.

2.4 Een onderzoek door het M.C.S. te Assen op 1982-01-13 en 1982-01-20

In tabel 10 worden de statistische berekeningen gegeven van 5 series onderzoeken door het M.C.S. te Assen, de analyseresultaten zijn achterwege gelaten.

Uit het 95% betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde, blijkt dat hier bij sommige series een significant niveauverschil aanwezig is, deze verschillen zijn gering en hoogstens 0,02% dit is relatief hoogstens $\frac{0,02}{4,00} \times 100 = 0,5\%$ uitgaande van 4,00% vet, zie tabel 10.

3. Conclusies:

De betrouwbaarheidsintervallen en gemiddelde verschillen van alle 4 de onderzoeken staan nogmaals vermeld in het onderstaande overzicht.

	soort onderzoek	n	betrouwbaarheids- interval	gemiddeld verschil
2.1	RIKILT, rauwe melk na één week	8	-0,013 tot +0,008	-0,0063
		8	-0,006 tot +0,008	+0,0006
2.2	RIKILT-AID, stapel- monsters	24	-0,001 tot +0,011	+0,0054
		35	-0,014 tot +0,006	-0,0037
2.3	M.C.S.-AID stapel- monsters	36	-0,006 tot +0,012	+0,0031
		36	-0,001 tot +0,017	+0,0078
		24	-0,006 tot +0,005	-0,0008
		36	+0,0004 tot +0,011	+0,006
2.4	M.C.S. Assen stapelmonsters	36	-0,011 tot +0,003	-0,004
		36	+0,002 tot +0,016	+0,0094
		36	-0,005 tot +0,007	+0,0008
		36	+0,006 tot +0,017	+0,0113
		gem.:		

Uit bovenstaand overzicht kun je concluderen dat mocht er een systematisch verschil aanwezig zijn dit niet groter kan zijn dan 0,01% absoluut, dit is 0,25% relatief.

Tabel 1 Onderzoek op het RIKILT op 1982-04-13

	ongeconserveerd 1	azide 2	sublimaat 3	Verschillen		
				3 - 1	2 - 1	2 - 3
1	3,50	3,50 ⁵	3,50	0	+0,005	+0,005
2	2,13 ⁵	2,11 ⁵	2,13 ⁵	0	-0,020	-0,020
3	2,80	2,79 ⁵	2,79	-0,010	-0,005	+0,005
4	4,33 ⁵	4,32	4,33	-0,005	-0,015	-0,010
5	3,77 ⁵	3,76 ⁵	3,77 ⁵	0	-0,010	-0,010
6	4,21 ⁵	4,21	4,22	+0,005	-0,005	-0,010
7	4,58 ⁵	4,57	4,57 ⁵	-0,010	-0,015	-0,005
8	2,39	2,38 ⁵	2,39	0	-0,005	-0,005
gem. verschil				-0,0025	-0,0088*	-0,0063
s (verschil)				0,0053	0,0079	0,0083
s (gem.verschil)				0,0019	0,0028	0,0030
t				-1,32	-3,13	-2,12

Tabel 2 (na één week staan)

	ongeconserveerd 1	azide 2	sublimaat 3	Verschillen		
				3 - 1	2 - 1	2 - 3
1	3,50	3,50	3,50	0	0	0
2	2,13 ⁵	2,12	2,13	-0,005	-0,015	-0,010
3	2,80	2,81 ⁵	2,80	0	+0,015	+0,015
4	4,33 ⁵	4,32	4,32	-0,015	-0,015	0
5	3,77 ⁵	3,77 ⁵	3,78	+0,005	0	-0,005
6	4,21 ⁵	4,22 ⁵	4,21 ⁵	0	+0,010	+0,010
7	4,58 ⁵	4,58	4,58 ⁵	0	-0,005	-0,005
8	2,39	2,39	2,39	0	0	0
gem. verschil				-0,0019	-0,0013	+0,0006
s (verschil)				0,0059	0,0106	0,0082
s (gem.verschil)				0,0021	0,0038	0,0029
t				-0,89	-0,33	0,21

* Significant van nul afwijkend $\alpha < 0,05$

Tabel 3 Onderzoek bij het M.C.S. door RIKILT en AID op 1982-04-16

	Azide	Sublimaat	Verschillen
1	4,17	4,17	0,00
2	3,99	3,99	0,00
3	4,19	4,12	+0,07
4	4,09	4,07	+0,02
5	4,39	4,32	+0,07
6	3,60	3,60	0,00
7	4,25	4,21	+0,04
8	4,10	4,06	+0,04
9	3,25	3,20	+0,05
10	4,00	3,97	+0,03
11	4,29	4,25	+0,04
12	4,38	4,35	+0,03
13	4,02	4,02	0,00
14	4,14	4,11	+0,03
15	4,03	4,00	+0,03
16	3,98	3,94	+0,04
17	4,10	4,05	+0,05
18	4,33	4,32	+0,01
19	3,80	3,78	+0,02
20	4,20	4,19	+0,01
21	4,19	4,15	+0,04
22	3,92	3,90	+0,02
23	4,17	4,15	+0,02
24	4,20	4,15	+0,05

Opmerking:

Bij de monsters geconserveerd met sublimaat is niet lang genoeg geschud daarom is het onderzoek vervallen en gedeeltelijk overgedaan.

Tabel 4 Onderzoek bij het M.C.S. door RIKILT en AID op 1982-04-16

	Azide	Sublimaat	Verschillen
1	3,99	3,99	0,00
2	3,92	3,93	-0,01
3	4,16	4,14	+0,02
4	4,01	3,99	+0,02
5	3,96	3,96	0,00
6	3,78	3,78	0,00
7	4,12	4,11	+0,01
8	4,31	4,30	+0,01
9	4,30	4,31	-0,01
10	4,19	4,18	+0,01
11	4,28	4,26	+0,02
12	4,20	4,20	0,00
13	4,09	4,08	+0,01
14	4,17	4,17	0,00
15	3,90	3,91	-0,01
16	3,97	3,98	-0,01
17	4,29	4,24	+0,05
18	4,47	4,47	0,00
19	3,81	3,80	+0,01
20	3,98	3,99	-0,01
21	3,88	3,88	0,00
22	3,88	3,88	0,00
23	3,96	3,96	0,00
24	4,30	4,30	0,00
	gemiddeld verschil s (verschil) s (gem.verschil) t		+0,0054 0,0150 0,0031 1,77

Tabel 5 Onderzoek bij M.C.S. door RIKILT en AID dd. 1982-04-16

	Azide	Sublimaat	Verschillen
1	4,15	4,15	0,00
2	4,18	4,17	+0,01
3	4,36	4,38	-0,02
4	4,20	4,24	-0,04
5	3,24	3,24	0,00
6	4,30	4,30	0,00
7	4,04	4,03	+0,01
8	4,04	3,98	+0,06
9	4,08	4,04	+0,04
10	3,78	3,78	0,00
11	4,13	4,21	-0,08
12	4,16	4,17	-0,01
13	3,97	3,95	+0,02
14	4,17	4,13	+0,04
15	3,94	3,96	-0,02
16	4,13	4,10	+0,03
17	4,30	4,29	+0,01
18	4,24	4,28	-0,04
19	4,06	4,08	-0,02
20	3,94	3,90	+0,04
21	4,26	4,26	0,00
22	3,83	3,82	+0,01
23	3,87	3,86	+0,01
24	3,92	3,95	-0,03
25	4,03	4,02	+0,01
26	4,18	4,18	0,00
27	4,42	4,39	+0,03
28	4,08	4,08	0,00
29	3,69	3,64	+0,05
30	4,43	4,44	-0,01
31	4,35	4,38	-0,03
32	4,17	4,17	0,00
33	4,20	4,21	-0,01
34	3,91	3,90	+0,01
35	4,48	4,48	0,00
	gemiddeld verschil s (verschil) s (gem.verschil) t		-0,0037 0,0298 0,0050 -0,74

Tabel 6 Onderzoek bij M.C.S. door AID en M.C.S. op 1982-04-20

	Azide	Sublumaat	Verschillen
1	4,15	4,16	-0,01
2	4,21	4,19	+0,02
3	4,31	4,31	0,00
4	4,32	4,28	+0,04
5	4,48	4,50	-0,02
6	4,33	4,34	-0,01
7	4,01	4,00	+0,01
8	4,23	4,23	0,00
9	4,34	4,34	0,00
10	4,12	4,13	-0,01
11	4,25	4,22	+0,03
12	3,56	3,56	0,00
13	4,17	4,13	+0,04
14	3,79	3,77	+0,02
15	4,36	4,32	+0,04
16	4,23	4,22	+0,01
17	4,25	4,30	-0,05
18	4,27	4,29	-0,02
19	4,25	4,27	-0,02
20	4,51	4,48	+0,03
21	4,37	4,39	-0,02
22	4,56	4,52	+0,04
23	4,38	4,36	+0,02
24	4,29	4,28	+0,01
25	4,12	4,11	+0,01
26	4,43	4,44	-0,01
27	4,35	4,34	+0,01
28	3,66	3,63	+0,03
29	4,09	4,11	-0,02
30	4,32	4,32	0,00
31	4,27	4,29	-0,02
32	4,16	4,14	+0,02
33	3,48	3,52	-0,04
34	3,85	3,83	+0,02
35	4,09	4,15	-0,06
36	4,32	4,30	+0,02
gemiddeld verschil s (verschil) s (gem.verschil) t			+0,0031 0,0252 0,0042 0,73

Tabel 7 Onderzoek bij M.C.S. door AID en M.C.S. op 1982-04-20

	Azide	Sublimaat	Verschillen
1	4,22	4,28	-0,06
2	4,33	4,30	+0,03
3	4,34	4,31	+0,03
4	4,20	4,22	-0,02
5	4,17	4,19	-0,02
6	4,24	4,24	0,00
7	4,40	4,39	+0,01
8	4,15	4,14	+0,01
9	4,18	4,17	+0,01
10	4,42	4,47	-0,05
11	4,23	4,23	0,00
12	4,03	4,00	+0,03
13	4,26	4,25	+0,01
14	4,59	4,59	0,00
15	4,23	4,23	0,00
16	4,36	4,36	0,00
17	4,41	4,42	-0,01
18	4,69	4,66	+0,03
19	4,28	4,26	+0,02
20	3,91	3,89	+0,02
21	3,87	3,85	+0,02
22	4,37	4,37	0,00
23	3,96	3,95	+0,01
24	4,25	4,19	+0,06
25	4,12	4,15	-0,03
26	4,09	4,04	+0,05
27	4,24	4,24	0,00
28	4,39	4,35	+0,04
29	4,12	4,12	0,00
30	4,21	4,19	+0,02
31	4,44	4,46	-0,02
32	4,05	4,01	+0,04
33	4,04	4,02	+0,02
34	3,39	3,40	-0,01
35	4,55	3,52	+0,03
36	4,21	4,20	+0,01
	gemiddeld verschil		+0,0078
	s (verschil)		0,0254
	s (gem.verschil)		0,0042
	t		1,84

Tabel 8 Onderzoek bij M.C.S. door AID en het M.C.S. op 1982-04-20

	Azide	Sublimaat	Verschillen
1	4,17	4,16	+0,01
2	4,31	4,33	-0,02
3	4,00	4,01	-0,01
4	4,11	4,10	+0,01
5	4,15	4,13	+0,02
6	4,20	4,20	0,00
7	4,25	4,24	+0,01
8	4,55	4,55	0,00
9	4,10	4,10	0,00
10	3,66	3,68	-0,02
11	4,22	4,23	-0,01
12	3,83	3,85	-0,02
13	4,29	4,30	-0,01
14	4,20	4,21	-0,01
15	4,39	4,39	0,00
16	4,41	4,42	-0,01
17	4,26	4,27	-0,01
18	4,36	4,35	+0,01
19	4,25	4,22	+0,03
20	4,34	4,35	-0,01
21	4,16	4,16	0,00
22	4,32	4,32	0,00
23	4,42	4,41	+0,01
24	3,42	3,41	+0,01
	gemiddeld verschil s (verschil) s (gem.verschil) t		-0,0008 0,0128 0,0026 -0,3183

Tabel 9 Statistische verwerking tabellen 4 t/m 8

	tabel 4	tabel 5	tabel 6	tabel 7	tabel 8
gem. verschil	+0,005	-0,0037	+0,0031	+0,0078	-0,0008
s (verschil)	0,0150	0,0298	0,0252	0,0254	0,0128
s (gem. verschil)	0,0031	0,0050	0,0042	0,0042	0,0026
t	1,77	-0,74	0,73	1,84	-0,3183

Tabel 10 Vergelijkend onderzoek door het M.C.S. Drente-Groningen zelf

onderzoek n	1 36	2 36	3 36	4 36	5 36
gem. verschil	+0,006*	-0,004	+0,0094*	+0,0008	+0,0113**
s (verschil)	0,0153	0,0215	0,0212	0,0178	0,0161
s (gem.verschil)	0,0026	0,0036	0,0035	0,0030	0,0027
t	+2,188	-1,08	2,67	+0,28	+4,18

* significant van nul afwijkend $\alpha < 0,05$

** significant van nul afwijkend $\alpha < 0,10$

95% betrouwbaarheidsintervallen van het gemiddelde

serie 1 +0,0004 tot +0,0110
 serie 2 -0,0112 tot +0,0034
 serie 3 +0,0023 tot +0,0165
 serie 4 -0,0053 tot +0,0069
 serie 5 +0,0058 tot +0,0168