

Project 202.6016:

Onderzoek boterconcentraat/ voormengsels, andere
vetten en het eindprodukt op grond van verordening (EEG) 2409/86
i.o.v. AID (Projectleider A. van Polanen).

Rapport 8746

Juni 1987

BOTERCONCENTRAAT IN VEEVOEDERVETTEN:
METHODE VAN ONDERZOEK EN TOLERANTIE

H.J. van der Kamp



Afdeling : Vetchemie

Goedgekeurd door: drs. B.G. Muuse



Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen
Postbus 230, 6700 AE Wageningen
Telefoon 08370-19110
Telex 75180 RIKIL

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

sectorhoofden

A. van Polanen

A.M.J. Sledsens

vetchemie (4x)

projectbeheer

bibliotheek

circulatiemappen

EXTERN:

Agralin

Drs. H.J. Riphagen - Directie MOV (Min. L. & V.)

Ir. R. Klomp - Directie VZ (Min. L. & V.)

Drs. C.H. Moen - Sectorhoofd Algemeen en Management, DLO

W.M.J. Nooy - Algemene Inspectie Dienst

P. Dautzenberg - Voedselvoorzieningsin- en verkoopbureau

Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke bronvermelding

ABSTRACT

BOTERCONCENTRAAT IN VEEVOEDERVETTEN: METHODE VAN ONDERZOEK EN
TOLERANTIE

BUTTERFAT IN ANIMAL FATS: METHOD OF ANALYSIS AND TOLERANCE (in Dutch)

Report nr 8746

July 1987

H.J. van der Kamp

State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT)
PO Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

2 tables, 4 references

The incorporation of butterfat in animal feed is regulated in regulation 2409/86 of the European Commission. This incorporation has to be controlled in the laboratory by determining the content of butterfat in the mixtures of butterfat with milkforeign fats. Since all of the different fatty acids with the exception of butyric acid are found in the milkforeign fats as well as in the butterfat and since only the original butterfat and the test sample are available in the laboratory, only butyric acid can be used for this determination. When the butterfat is trasered wit[Bh nonanoic acid, which is common use in the Netherlands, this fatty acid can also be used for the determination of the butterfat content in the sample.

Aim of the EC is to achieve a tolerance on the butterfat content in the sample of 2.5% relative.

The content of butterfat in the test sample is calculated from the ratio of the fatty acid content in the original butterfat and in the test sample.

To establish the tolerance and to control the method on linearity, also (1:2 and 1:1) mixtures of the butterfat with the test sample have been prepared. These samples have been analysed and through the four points of measurement a linear regression line was determined.

No amelioration was obtained with regard to the two points calculation of the butter content but the method was shown to be fully linear. The tolerance was established to be 2% absolute and surpass the tolerance of the EC.

The determination based on nonaoic acid was found to give about 1.4% higher butterfat content than that based on butyric acid.

Keywords: butterfat, animal fat, determination, tolerance.

INHOUD	blz.
ABSTRACT	I
SAMENVATTING	III
1 INLEIDING	1
2 MATERIAAL	1
3 METHODEN	2
3.1 Methylesterbereiding en vetzuuranalyse	2
3.2 Berekening	2
4 RESULTATEN EN DISCUSSIE	3
5 CONCLUSIE	6
LITERATUUR	7

SAMENVATTING

In het kader van EEG regeling 2409/86 wordt boterconcentraat verwerkt in veevoeders en met name in kalvermelkpoeders. Hiertoe wordt het boterconcentraat eerst vermengd met melkvreemde vetten. In dit vetmengsel moet het gehalte aan boterconcentraat bepaald worden via analyse van de vetzuren. Uit de verhoudingen van zowel het boterzuur- als het nonaanzuurgehalte in het boterconcentraat en in het vetmengsel kan het boterconcentraatgehalte in het mengsel berekend worden. Door de EEG wordt gesteld dat het boterconcentraatgehalte niet meer dan 2.5 % relatief mag afwijken van het door de fabrikant opgegeven gehalte aan boterconcentraat in het vetmengsel. Deze eis is echter in de praktijk niet haalbaar mede omdat een ander bemonsteringssysteem wordt gehanteerd dan door de EEG is voorgeschreven.

Door het maken van mengsels van het boterconcentraat en het vetmengsel is getracht de nauwkeurigheid en de reproduceerbaarheid van de bepaling te verbeteren. Uit het onderzoek dat hier wordt beschreven, is gebleken dat dit echter geen verbeteringen geeft. Opvallend is dat via boterzuur systematisch 1.4 % minder boterconcentraat wordt gevonden dan via nonaanzuur. Hiervoor is geen plausibele verklaring gevonden.

De tot nu toe gehanteerde tolerantie van 3 % absoluut blijkt te ruim en kan gesteld worden op 2 % absoluut. Aan de eis van 2.5 % relatief zoals gesteld door de EEG is dan alleen voldaan wanneer ca. 80 % of meer boterconcentraat in het vetmengsel wordt verwerkt.

1 INLEIDING

In de EEG is een regeling (2409/86) van kracht om drie jaar oude interventieboter te verkopen voor veevoeder doeleinden. Uit de boter wordt eerst boterconcentraat (BC) gemaakt. Dit BC wordt tot nu toe steeds getraceerd met o.a. nonaanzuurtriglyceride om te voorkomen dat dit BC voor andere dan veevoeder doeleinden wordt gebruikt. Vervolgens wordt het gemengd met melkvreemde vetten (VV) en verwerkt tot veevoeder, veelal melkpoeder.

In werkdocument VI/4494/86 rev.3 staat de procedure aangegeven voor de bepaling van het percentage boterconcentraat (BC) in het vetmengsel. De analysemethode berust op de gaschromatografische bepaling van de vetzuursamenstelling. Bij de genoemde procedure wordt uitgegaan van een monstername van het vetmengsel (VM), het BC en het mengsel van de melkvreemde vetten (VV). Het gevonden gehalte aan BC mag daarbij niet meer dan 2,5 % relatief afwijken van het gedeclareerde gehalte. Door de AID worden echter monsters genomen van het VM en het BC omdat in de praktijk de VV niet van tevoren maar tegelijkertijd met het BC in een tank worden gemengd zodat de monstername van VV niet mogelijk is. Hierdoor komt alleen boterzuur en nonaanzuur in aanmerking voor de berekening van het BC gehalte. De procedure zoals beschreven door Muuse , van der Kamp '86 in EEG werkdocument VI/1748/87 dd 20.01.87, kan dus alleen worden gevolgd voor boterzuur en nonaanzuur, omdat alleen van deze vetzuren het gehalte in VV bekend is nl. nihil. Een tolerantie van 2,5% relatief van het BC gehalte is dan echter niet haalbaar. Tot nu toe is door het RIKILT een tolerantie van 3 % absoluut gehanteerd.

Er is gezocht naar een methode met een lagere tolerantie. Hiertoe zijn BC en VM in bekende verhoudingen gemengd en is het gehalte aan boterzuur en nonaanzuur bepaald. Via regressieberekeningen is uit deze vier analyses het BC gehalte in het VM berekend.

2 MATERIAAL

Het onderzoek is uitgevoerd op 22 monstersets die door de AID zijn genomen. Een monsterset bestaat uit een boterconcentraat en een vetmengsel waarin dit concentraat is verwerkt. Uit dit BC en het VM zijn twee andere mengsels gemaakt nl.:

Mengsel I : 33 % vetmengsel + 67 % BC

Mengsel II: 50 % vetmengsel + 50 % BC

Naast deze monsters is een van de monstersets gebruikt als standaardmonster. Dit standaardmonster is bij de volgende ingezonden monsters telkens opnieuw geanalyseerd om inzicht te krijgen in de interne reproduceerbaarheid en de tolerantie van de methode.

3 METHODE

3.1 Methylesterbereiding en vetzuuranalyse

De methylesters van de vetzuren zijn bereid conform NEN 6302.

Voor de scheiding van de vetzure methylesters is gebruik gemaakt van capillaire gaschromatografie (25m x .22mm ID fused silica Cp Wax 57 CB kolom, Split injectie 1:100, temperatuurprogrammering met 10 C van 60 naar 200 C).

3.2 Berekening

Berekening I.

Het gehalte aan BC in VM kan rechtstreeks berekend worden uit de twee meetpunten van het boterzuur ofwel nonaanzuurgehalte in de monsters VM en BC via de berekeningsformule:

$$\%BC = C_n(VM) / C_n(BC) \times 100$$

waarbij:

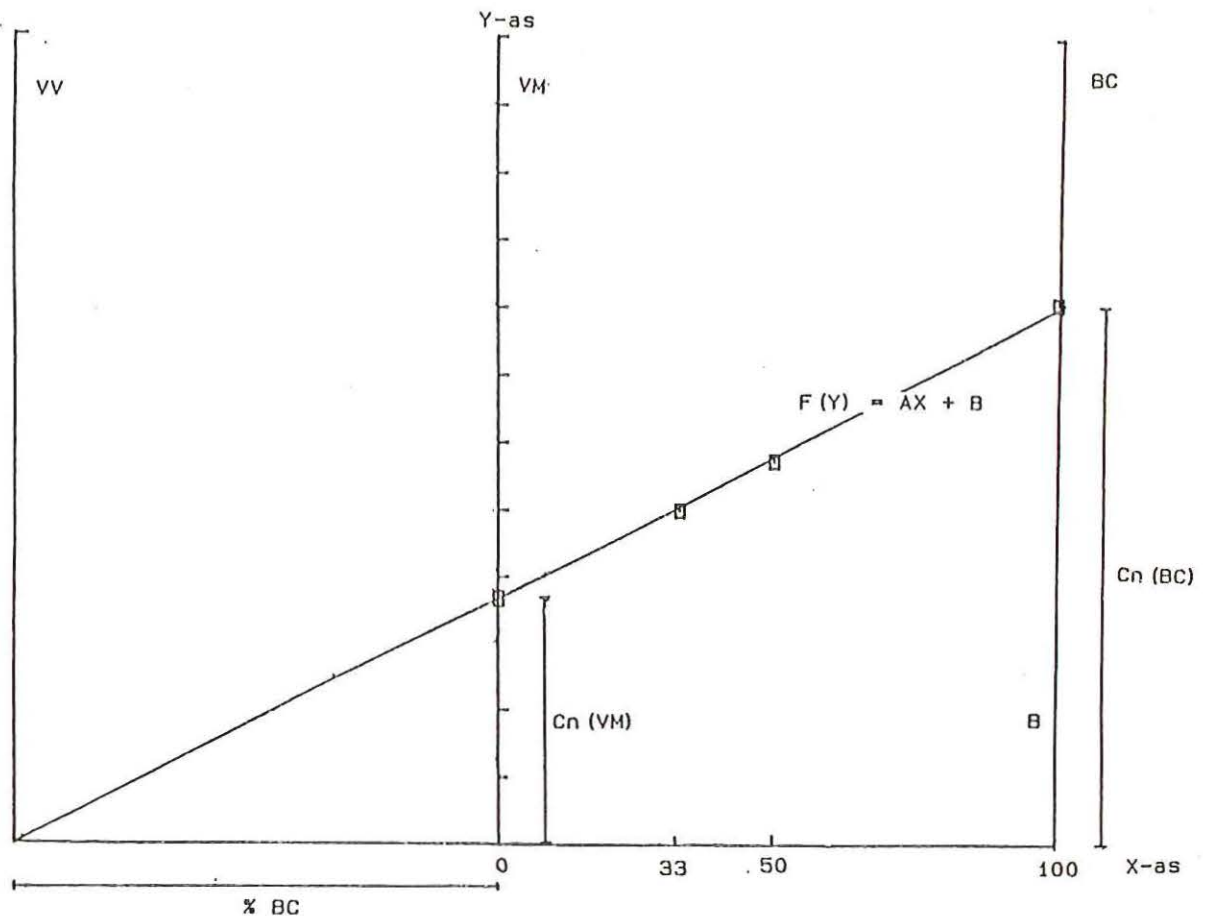
$C_n(VM)$ is het gehalte aan vetzuur C met n koolstofatomen in monster VM;

$C_n(BC)$ is het gehalte aan vetzuur C met n koolstofatomen in monster BC.

Berekening II.

Wanneer de mengsels I en II in de berekening worden betrokken dan is daarmee de lineariteit van de methode te controleren en wordt tevens een meervoud analyse verkregen waardoor de spreiding op het eindresultaat mogelijk kleiner wordt. Voor deze berekening wordt een lineaire regressielijn door de vier meetpunten bepaald (functievergelijking: $f(Y)=AX+B$). De waarden van Y voor $X=0$ en $X=100$ komen overeen met de termen $C_n(VM)$ resp $C_n(BC)$ in bovenstaande formule waarmee het BC gehalte in het monster VM is te berekenen.

Deze berekeningen zijn in dit onderzoek gecomputeriseerd uitgevoerd. Ter verduidelijking zijn in figuur 1 deze berekeningsmethoden grafisch weergegeven.



Figuur 1: Grafische weergave van de berekeningsmethode.

4 RESULTATEN EN DISCUSSIE

In tabel 1 staan de gevonden BC gehalten in het standaardmonster (opgave bedrijf 46.7 %), in tabel 2 staan de BC gehalten van de verschillende VM monsters (opgave bedrijf steeds 55.88 %).

Tabel 1: Percentages BC in het standaardmonster volgens berekening I en II berekend uit de boter- en nonaanzuurgehalten, en het gemiddelde eindresultaat per analyse. Verder is het gemiddelde en de standaard deviatie per berekeningssysteem opgenomen. (n = aantal waarnemingen)

Berekening II				Berekening I			
C4:0	C9:0	GEM.		C4:0	C9:0	GEM.	
45.9	46.5	46.2		46.3	46.9	46.6	
46.7	45.6	46.2		47.2	46.2	46.7	
46.5	45.7	46.1		47.0	46.0	46.5	
47.1	48.3	47.7		46.7	47.8	47.2	
46.0	47.7	46.8		46.0	47.8	46.8	
43.1	47.7	45.4		43.9	46.8	45.4	
45.0	45.2	45.1		45.6	45.7	45.6	
Gemiddelde	45.76	46.67	46.21		46.10	46.74	46.40
St.Dev.	1.351	1.228	0.863		1.120	0.836	0.656
n=	7	7	7		7	7	7
					45.8	49.2	47.5
					46.9	45.4	46.2
					45.3	47.3	46.3
					47.1	48.6	47.8
					46.9	47.5	47.2
					45.2	45.8	45.5
					46.5	47.9	47.2
					45.1	46.9	46.0
					45.3	46.0	45.7
					44.3	46.6	45.5
					45.9	47.6	46.7
Gemiddelde					45.94	47.00	46.47
St.Dev.					0.970	1.050	0.742
n=					18	18	18

Tabel 2: Percentages BC in de verschillende vetmengsels volgens berekening I en II berekend uit de boterzuur- en nonaanzuurgehalten, en het gemiddelde eindresultaat per analyse. Verder is het gemiddelde en de standaard deviatie per berekeningssysteem opgenomen. (n = aantal waarnemingen)

	Berekening II			Berekening I		
	C4:0	C9:0	GEM.	C4:0	C9:0	GEM.
	53.8	56.5	55.2	53.7	56.5	55.1
	54.8	56.3	55.5	55.0	56.3	55.6
	52.8	57.7	55.3	52.9	57.3	55.1
	55.4	58.0	56.7	55.6	57.5	56.6
	54.1	55.6	54.8	53.6	54.3	54.0
	54.8	56.7	55.8	54.3	56.3	55.3
	57.0	57.4	57.2	56.1	56.7	56.3
	54.7	55.8	55.3	54.5	55.8	55.2
	53.8	55.1	54.5	54.4	55.2	54.8
	53.8	54.3	54.0	53.8	54.1	54.0
	54.3	55.6	55.0	54.4	56.3	55.4
Gemiddelde	54.48	56.27	55.39	54.39	56.03	55.22
St.Dev.	1.088	1.137	0.919	0.919	1.101	0.802
n=	11	11	11	11	11	11
				54.9	56.7	55.8
				52.6	56.0	54.3
				54.9	57.9	56.4
				54.8	56.7	55.8
				56.0	57.9	57.0
				53.7	57.1	55.4
				55.4	55.5	55.5
				54.7	56.0	55.4
				57.0	56.8	56.9
				54.0	55.7	54.9
				53.9	55.6	54.8
Gemiddelde				54.55	56.28	55.44
St.Dev.				1.050	0.998	0.838
n=				22	22	22

Uit tabel 1 en tabel 2 blijkt dat berekening I en II nagenoeg dezelfde resultaten opleveren. Voor het standaardmonster is voor de berekening I en II resp. gemiddeld 46.21 (SD 0.863) en 46.40 % (SD 0.656) en voor de VM 55.39 (SD 0.919) en 55.22 % (SD 0.802) gevonden. Hieruit kan geconcludeerd worden dat het maken van mengsels van BC met VM (zoals gedaan wordt bij berekening II) de interne reproduceerbaarheid niet verbetert en het eindresultaat niet beïnvloedt. Uit de correlatiecoëfficiënten (r steeds > 0.99) van de regressielijnen is gebleken dat de vier meetpunten goed lineair verdeeld zijn. Dupliceren van de metingen voor berekening I (vier analyses) zou dan meer voordelen bieden dan de vier enkelvoudige metingen en mengselbereiding voor berekening II.

Opvallend is dat bij de berekening via boterzuur een systematisch lager gehalte aan BC wordt gevonden dan bij de berekening via nonaanzuur. Zowel voor berekening I als II is een gemiddeld verschil gevonden van resp. 1.45 % en 1.43 % ($n=18$ en $n=40$). Een aanwijsbare oorzaak hiervoor is niet gevonden. De resultaten via nonaanzuur liggen dicht bij de fabrieksopgave dan via boterzuur. Kennelijk zijn er nog concentratie afhankelijke stappen in de methode. Uit de gevonden standaardafwijking van 0.742 voor het gemiddelde van het standaardmonster (zie tabel 1, berekening I) kan afgeleid worden dat de tot nu toe gehanteerde tolerantie van 3 % absoluut op het gevonden BC gehalte te ruim is. Een tolerantie van $3 \times$ de st.dev. is in de praktijk acceptabel en zou dus neerkomen op 2 % absoluut. Aan de beoogde tolerantie van 2.5 % relatief wordt daarmee echter nog steeds niet voldaan met de nu gevolgde methode, zeker niet wanneer lage gehalten aan BC verwerkt worden in het VM.

5 CONCLUSIES

Analyse van mengsels van het vetmengsel (VM) met het bijbehorende boterconcentraat (BC) waarna via lineaire regressie het boterconcentraat gehalte in het vetmengsel (VM) wordt berekend, geeft geen verbetering in eindresultaat en reproduceerbaarheid t.o.v. de directe berekening van het boterconcentraatgehalte uit de boterzuur- en nonaanzuurgehalten in boterconcentraat en vetmengsel.

Er is een systematisch verschil geconstateerd tussen de resultaten verkregen met boterzuur en met nonaanzuur. Berekend via het boterzuurgehalte is gemiddeld ca. 1.4% minder boterconcentraat in het monster gevonden dan berekend via het nonaanzuurgehalte. De tot nu toe gehanteerde tolerantie van 3 % absoluut op het boterconcentraatgehalte kan verlaagd worden tot 2 % absoluut. De door de EEG gestelde tolerantie van 2.5 % relatief is met de gehanteerde methode en monsteraanbod niet haalbaar daar alleen het boterconcentraat (BC) en het vetmengsel (VM) worden geleverd.

LITERATUUR

EEG document VI/1748: Control on the incorporation of butterfat into animal feed (EC regulation 2409/86) by Muuse, B.G en H.J. van der Kamp. RIKILT rapport 86.109.

EEG werkdokument VI/4494/86-Rev. 3: Modalites d'application du reglement (CEE) no 2409/86. Dosage de la matiere grasse butyrique melangee avec des matieres grasses d'une origine autre que laitiere.

EEG verordening 2409/86 Betreffende de verkoop van interventieboter voor bijmenging in mengvoeder. 1986. Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen, L 208 29-37.

NEN 6302-1980 Onderzoeksmethoden voor plantaardige en dierlijke olien en vetten. Bereiding van methylesters van vetzuren voor gaschromatografie en infraroodspectrometrie. Nederlands Normalisatie-instituut, Delft.