

Élelmiszeranalitikai körvizsgálatok II.

Termelői nyerstej idegen víztartalmának meghatározása

SZABÓ EDITH

Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ

A körvizsgálatban alkalmazott hatósági eljárás a nyerstej vizsgálatával kapcsolatos legáltalánosabban használt analitikai módszereken alapszik.

Az eljárás segítségével a nyerstej 5% feletti idegen víztartalma határozható meg.

Vizsgálati módszerek

1. A tej sűrűségének meghatározása tejfokmérővel, az MSZ 3702–81.2. szerint.
2. A tej refrakciós számának meghatározása az MSZ 3704–83. szerint.
3. A tej zsírmentes szárazanyag-tartalmának kiszámítása az MSZ 3744–82. 3.1.1.2. szerint, melyhez el kell végezni a zsirtartalom meghatározását az MSZ 3703–82. 2. és a szárazanyag-tartalom mérést az MSZ 3744–82. 1.5.2.2. szerint.
4. A tej idegen víztartalmának kiszámítása a mért jellemzők értéke és a tej vizeztségének mértéke közti összefüggés alapján történik.

Vizsgálati minták

A nyerstej mintákat Holstein fajtájú állomány tejéből a Veszprém megyei Tejipari Vállalat biztosította.

A mintákat az ÁÉEK Központi Laboratóriumában desztillált vízzel hígítottuk úgy, hogy azok 5, 10 és 14% idegen vizet tartalmazzanak.

A tej tartósítása formaldehiddel történt.

A megfelelően kódolt mintákból a laboratóriumok 500–500 cm³-t kaptak.

A minták tárolása a Központi Laboratóriumban 6 °C-on, az elszállítás pedig hűtőtáskában történt.

A körvizsgálat tapasztalatai

Az interlaboratóriumi körvizsgálat során alkalmazott sűrűség, szárazanyag-tartalom és zsirtartalom meghatározási módszereket a laboratóriumok megfelelően alkalmazzák, a számított pontossági értékek az előírásoknak megfelelőek.

Az elővizsgálatok és a körvizsgálat eredményei alapján azonban az állapítható meg, hogy a refrakciós szám mérésénél a laboratóriumok között a megengedettnél nagyobb eltérés van. A tapasztalatok azt mutatják, hogy nagyobb súlyt kell fektetni a szabványos eszközök használatára. Erősen befolyásolja az eredményt az is, ha a mintaelőkészítés során nem fordítanak kellő figyelmet a kondenzvíz visszajuttatására a szérumba. A körvizsgálat eredményei alapján ez a módszer a jelenlegi gyakorlat mellett még nem kerülhet be az Élelmiszervizsgálati Módszerkönyvbe.

A tej zsírtartalmának meghatározása
az MSZ 3703—82.2. szerint
Eredeti adatok, %

| Laborató- rium | 1. sz. minta | 2. sz. minta | 3. sz. minta |
|-------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 2,90 2,95 | 2,63 2,65 | 2,50 2,50 |
| 2 | 3,0 3,0 | 2,6 2,6 | 2,4 2,4 |
| 3 | 3,0 3,0 | 2,6 2,6 | 2,4 2,4 |
| 4 | 3,0 3,0 | 2,7 2,7 | 2,4 2,4 |
| 5 | 2,90 2,85 | 2,55 2,60 | 2,40 2,45 |
| 6 | 3,1 3,1 | 2,7 2,7 | 2,45 2,50 |
| 7 | 3,0 3,0 | 2,5 2,5 | 2,4 2,4 |
| 8 | 3,05 3,10 | 2,70 2,70 | 2,50 2,50 |
| 9 | 2,86* 2,98* | 2,62 2,53 | 2,53 2,48 |
| 10 | 3,05 3,05 | 2,70 2,70 | 2,45 2,45 |
| 11 | 3,00 3,00 | 2,60 2,60 | 2,45 2,45 |
| 12 | 3,10* 3,0* | 2,6 2,6 | 2,4 2,4 |
| 13 | 3,10 3,10 | 2,7 2,7 | 2,5 2,5 |
| 14 | 3,05 3,05 | 2,70 2,70 | 2,45 2,45 |
| 15 | 3,05 3,05 | 2,7 2,7 | 2,5 2,5 |
| 16 | 3,1 3,1 | 2,7 2,7 | 2,5 2,5 |
| 17 | 3,1 3,1 | 2,7 2,7 | 2,5 2,5 |

* kieső értékek

A tej sűrűségének meghatározása
az MSZ 3702—81.2. szerint
Eredeti adatok, Ld°

| Laborató- rium] | 1. sz. minta | 2. sz. minta | 3. sz. minta |
|--------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 30,6 30,7 | 29,1 29,2 | 28,2 28,2 |
| 2 | 31,2 31,1 | 29,6 29,7 | 28,8 28,7 |
| 3 | 30,9 30,8 | 29,6 29,4 | 28,4 28,5 |
| 4 | 30,9 30,9 | 29,5 29,5 | 28,5 28,5 |
| 5 | 30,3 30,5 | 29,3 29,2 | 28,2 28,2 |
| 6 | 30,4 30,2 | 29,2 29,4 | 27,9 28,4 |
| 7 | 30,6 30,6 | 29,2 29,2 | 28,5 28,6 |
| 8 | 30,8 30,8 | 29,6 29,8 | 28,6 28,6 |
| 9 | 29,8 30,2 | 29,0 28,8 | 27,9 28,3 |
| 10 | 30,2 30,3 | 28,5* 29,0* | 27,7 27,9 |
| 11 | 30,8 30,8 | 29,4 29,4 | 28,4 28,4 |
| 12 | 30,4 30,4 | 29,5 29,5 | 29,2 29,0 |
| 13 | 30,8 30,6 | 29,96 29,88 | 28,6 28,8 |
| 14 | 30,6 30,5 | 29,2 29,2 | 27,8 27,8 |
| 15 | 30,9 30,7 | 29,4 29,5 | 28,3 28,0 |
| 16 | 30,0 30,0 | 28,5 28,5 | 27,5 27,5 |
| 17 | 30,0 30,0 | 29,0 29,0 | 27,5 27,5 |

* kieső értékek

A kivitelezéssel, illetve a pontossággal kapcsolatos problémák azonban nem olyan mérvűek, hogy a tej vizeztségének kiszámításakor a módszerrel kapott adatok értékelhetetlenek lennének. A körvizsgálat tanúsága szerint a tej idegen víztartalmának meghatározására szolgáló, a beltartalmi értékek mérési eredmé-

A tej zsírtmentes szárazanyagtartalma
az MSZ 3744—82. 3.1.1.2. szerint
Eredeti adatok, %

| Laboratórium | Szárazanyagtartalom, % | | |
|--------------|------------------------|--------------|----------------|
| | 1.sz. minta | 2.sz. minta | 3.sz. minta |
| 1 | 8,36 8,29 | 7,87 7,89 | 7,60 7,58 |
| 2 | 8,42 8,39 | 7,98 7,96 | 7,74* 7,71* |
| 3 | 8,10 8,00 | 7,66 7,70 | 7,51 7,48 |
| 4 | 8,24 8,20 | 7,84 7,80 | 7,52 7,48 |
| 5 | 8,17 8,34 | 7,97 7,82 | 7,25* 7,30* |
| 6 | 8,03 8,08 | 7,71 7,74 | 7,52 7,49 |
| 7 | 8,12 8,09 | 7,91 7,84 | 7,52 7,47 |
| 8 | 8,08 8,02 | 7,75 7,77 | 7,43 7,48 |
| 9 | 8,30 8,25 | 7,83 7,94 | 7,46 7,54 |
| 10 | 8,07 8,04 | 7,73 7,73 | 7,55 7,52 |
| 11 | 8,13 8,17 | 7,89 7,81 | 7,54 7,57 |
| 12 | 8,19 8,32 | 7,99 7,97 | 7,73* 7,74* |
| 13 | 8,00 8,00 | 7,60 7,66 | 7,50 7,50 |
| 14 | 8,35 8,34 | 7,87 7,87 | 7,49 7,49 |
| 15 | 8,06 8,11 | 7,77 7,75 | 7,47 7,47 |
| 16 | 8,1 8,1 | 7,8 7,7 | 7,5 7,5 |
| 17 | 8,1 8,1 | 7,8 7,8 | 7,5 7,5 |

* kieső értékek

A tej szárazanyagtartalmának meghatározása
az MSZ 3744—81. 1.5.2.2. szerint
Eredeti adatok*

| Laboratórium szuma | Szárazanyagtartalom, % | |
|--------------------|------------------------|------------------|
| | 1. minta | 2. minta |
| 1 | 11,31 11,40 | 11,05 11,11 |
| 2 | 11,34 11,31 | 10,98 10,96 |
| 3 | 11,5 11,5 | 11,2** 11,1** |
| 4 | 11,47 11,49 | 11,16 11,17 |
| 5 | 11,5 11,5 | 11,5** 11,2** |
| 6 | 11,51 11,56 | 11,21 11,20 |
| 7 | 11,39 11,37 | 11,06 11,07 |
| 8 | 11,47 11,49 | 11,04 11,01 |
| 9 | 11,40 11,44 | 11,09 11,10 |
| 10 | 11,40 11,43 | 11,17 11,13 |
| 11 | 11,30 11,31 | 11,05 10,98 |
| 12 | 11,5 11,5 | 11,2 11,2 |
| 13 | 11,38 11,46 | 11,09 11,09 |
| 14 | 11,32 11,38 | 11,03 11,02 |
| 15 | 11,38 11,36 | 11,01 11,05 |
| 16 | 11,4 11,4 | 11,1 11,1 |
| 17 | 11,45 11,37 | 11,11 10,92 |

* 1981-es körvizsgálati adatok
** kieső értékek

nyeit felhasználó módszer az előzetes mérésekkel megegyezően a $r = 1,0\%$ és $R = 2,0\%$ pontossággal kivitelezhető. Ezek az értékek jó egyezést mutatnak a kriozskópos, fagyáspontcsökkenés mérésen alapuló vizsgálat pontosságával.

A tej idegen víztartalmának kiszámítása %

| Laboratórium | 1. sz. minta | 2. sz. minta | 3. sz. minta |
|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 5 5 | 10 10 | 14 14 |
| 2 | 5 5 | 10 10 | 13 13 |
| 3 | 7 7 | 11 11 | 15 15 |
| 4 | 5 5 | 10 10 | 14 14 |
| 5 | 5 5 | 9 9 | 14 14 |
| 6 | 7 7 | 11 11 | 14 14 |
| 7 | 6 6 | 10 10 | 14 14 |
| 8 | 6 6 | 10 10 | 14 14 |
| 9 | 5 4 | 10 10 | 14* 13* |
| 10 | 7 7 | 11 11 | 14 14 |
| 11 | 5 5 | 9 9 | 13 13 |
| 12 | 5 5 | 9 9 | 12 12 |
| 13 | 6 6 | 10 10 | 13 13 |
| 14 | 5 5 | 10 10 | 15 15 |
| 15 | 6 7 | 11 11 | 15 15 |
| 16 | 6 6 | 11 11 | 14 14 |
| 17 | 6 7 | 10* 11* | 14 14 |

* kieső értékek

Pontossági értékek

Zsírtartalom meghatározás

| A minta száma | m | r | R |
|---------------|-------|-------|-------|
| 1 | 3,028 | 0,045 | 0,191 |
| 2 | 2,646 | 0,051 | 0,185 |
| 3 | 2,456 | 0,042 | 0,128 |
| átlag | | 0,046 | 0,17 |

Sűrűség meghatározás

| A minta száma | m | r | R |
|---------------|-------|------|------|
| 1 | 30,54 | 0,30 | 1,0 |
| 2 | 29,32 | 0,23 | 0,98 |
| 3 | 28,26 | 0,39 | 1,27 |
| átlag | | 0,31 | 1,08 |

Zsírmentes szárazanyagtartalom kiszámítása

| A minta száma | m | r | R |
|---------------|-------|-------|-------|
| 1 | 8,166 | 0,135 | 0,362 |
| 2 | 7,812 | 0,120 | 0,279 |
| 3 | 7,506 | 0,070 | 0,108 |
| átlag | | 0,108 | 0,250 |

Száranyagtartalom meghatározása

| A minta száma | m | r | R |
|---------------|-------|-------|------|
| 1 | 11,41 | 0,098 | 0,29 |
| 2 | 11,06 | 0,080 | 0,22 |
| átlag | | 0,09 | 0,2 |

A tej idegen víztartalmának kiszámítása

| A minta száma | m | r | R |
|---------------|------|-----|------|
| 1 | 5,7 | 0,8 | 2,5 |
| 2 | 10,1 | 0,5 | 2,0 |
| 3 | 13,9 | 0,5 | 2,3 |
| átlag | | 0,6 | 2,26 |

ahol:

m a mért átlagérték
 r a módszer ismételtősége
 R a módszer összehasonlíthatósága

Értékelés

A körvizsgálat során a különféle paraméterekre adott mérési adatokat mintánként az ISO 5725–1981. sz. szabvány szerint értékeltük. A mérési eredmények szelektálása Cochran és Dixon próbával történt.

Az eredeti mérési adatokat, illetve az azokból származtatott értékeket az 1–5. sz. táblázatok, az ISO 5725–1981. szerint számított pontossági értékeket pedig a 6. sz. táblázat tartalmazza.

КРУГОВЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ. II.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПОСТОРОННЕЙ ВОДЫ В СЫРОМ ЦЕЛЬНОМ МОЛОКЕ

Э. Сабо

Автор знакомит с обработкой данных и результатами круговых междулабораторных испытаний, при проведении которых, на основе стандартных определений различных составных компонентов молока (содержание обезжиренного сухого вещества, показатель рефракции, плотность), определялось содержание посторонней воды в молоке.

Результаты измерений трех, содержащих различные количества посторонней воды, проб сырого цельного молока оценивались на основе стандарта ИСО 5725–1981.

Результаты измерений по каждой пробе селективировались пробой Cochran и Dixon.

Рассчитанная из величин измеренных трех параметров точность определения содержания посторонней воды: повторяемость: 1,0%; сходимости: 2,0%.

COLLABORATIVE STUDIES IN THE FOOD ANALYSIS II.
DETERMINATION OF EXTRANEEOUS WATER CONTENT OF PRODUCERS' RAW MILK

E. Szabó

The evaluation and results of an interlaboratory collaborative study are reported. In this study the extraneous water content of milk was determined on the base of the standard examination of different properties of milk (fatfree dry material, refraction number, density).

The results of measurements on three milk samples containing different quantities of extraneous water were evaluated according to the ISO 5725–1981 standard. The results of measurements were selected using Cochran and Dixon tests sample by sample. The precision parameters of the determination of extraneous water content calculated from the three measured properties are: repeatability 1,0%; reproducibility 2,0%.

LEBENSMITTELANALYTISCHE RINGVERSUCHE II.
BESTIMMUNG DES FREMDEN WASSERGEHALTES IN DER ROHMILCH VON BAUERN

E. Szabó

Die Auswertung und die Ergebnisse jener interlaboratorischen Runduntersuchung werden von dem Verfasser beschrieben, während deren – auf Grund der normentsprechenden Untersuchungen unterschiedlicher Milchkomponenten (fett-

freier Trockensubstanzgehalt, Refraktionsgrad, Dichte) der Gehalt des fremden Wassers in der Milch bestimmt wurde. Die Auswertung der Messungsergebnisse von drei Rohmilchmuster mit unterschiedlichen Fremdwassergehalten wird auf Grund der Norm ISO 5725–1981 ausgewertet. Die Messungsergebnisse werden mittels der Probe von Cochran und Dixon für jede Probe einzeln selektiert. Die von den Werten der gemessenen drei Parameter berechnete Bestimmungsgenauigkeit des fremden Wassergehaltes war: Wiederholbarkeit: 1,0%; Vergleichbarkeit: 2,0%.

DES ESSAIS INTERLABORATOIRES ANALYTIQUES ALIMENTAIRES. I. LE DOSAGE DE LA TENEUR EN EAU ÉTRANGÈRE DU LAIT BRUT

E. Szabó

L'auteur fait connaître l'évaluation et les résultats de l'essai interlaboratoire organisé à examiner la méthode du dosage de la teneur en eau étrangère du lait brut à la base du dosage de la teneur en matière sèche sans grasse, du dosage de nombre de réfraction et du dosage de la densité.

On fait l'évaluation dans le cas de trois échantillons de lait brut de la teneur en eau étrangère différente. L'auteur établit selon la norme ISO 5725–1981. Elle fait la sélection des données par l'analyse de Cochran et Dixon.

La répétabilité de la méthode est 1,0%, la reproductibilité est 2,0%.

A Szerkesztő Bizottsághoz a következő kéziratok érkeztek:

Hajdu Károlyné: Vanilin ultraibolya spektrofotometriás meghatározása

Szila Géza: Módosított oxidáz-próba

Bédek György: Számológépi program a sör legfontosabb jellemzőinek kiszámítására PTK 1096 típusú géppel

Temesvári János: Búzafajták, őrlemények és száraztészák polifenoloxidáz-aktivitásának vizsgálata