

A vaj zsírmentes szárazanyag tartalmának meghatározásával kapcsolatos összehasonlító vizsgálatot

SZABÓ EDIT és CSÁK ALÁN

MÉM ÉVK és MÉVI Pécs**

Valamint valamennyi Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet

Érkezett: 1982. december 6.

A vaj zsírmentes szárazanyag tartalma elsősorban a gyártási technológia függvénye. Legfontosabb alkotórészei a fehérjék, tejcukor, ásványi anyagok, vitaminok, valamint a színező és aroma-anyagok.

A vajfélék zsírmentes szárazanyag tartalmára vonatkozó követelményeket az MSZ 9609–80. „Vaj” termékszabvány tartalmazza. Az itt rögzített előírásokat az 1. táblázatban közöljük.

1. táblázat

A vaj kémiai és fizikai jellemzői az MSZ 9609–80. alapján

Jellemző		Márkázott v. csemege vaj	Teavaj	Szendvics vaj
Víztartalom, %		16,0 ± 1,0	19,0 ± 1,0	28,5 ± 2,0
Zsírmentes szárazanyag-tartalom, %		1,0 ± 0,5		1,5 ± 1,0
Vajszérum pH-ja	savanyú tejszínvaj	4,6–5,8		
	édes tejszínvaj	5,8–7,0		

A meghatározás módjait az MSZ – KGST 1734 – 79, 1981-ben hatályba lépett vizsgálati szabvány rögzíti, melyek közül az egyik döntő, másik a tájékoztató vizsgálat. Mivel az új, döntő módszer eszközei és kivitele az eddig használatostól eltérő, szükségesnek tartottuk körvizsgálati kipróbálását a MÉM Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézeteinek laboratóriumaiiban.

A körvizsgálat értékelése után a pécsi profilintézet további vizsgálatokat végzett. Eredményeik azt bizonyították, hogy az új, döntő módszerrel kapott értékek és az eddigi minőségellenőrző gyakorlatban alkalmazott – a jelen szabványban tájékoztató vizsgálatként javasolt – módszerrel kapott adatok nem egyenértékűek.

* Jelenleg Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ,

** Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Pécs.

A profilintézetben megvizsgáltuk az eltérés okát. Tapasztalatainknak megfelelően a döntő módszert módosítottuk. Az új vizsgálati leírást a körvizsgálat résztvevőinek eljuttattuk. A módosított módszer, valamint a szabványos tájékoztató módszer kipróbálására és összehasonlítására ismételt körvizsgálatot szerveztünk.

Cikkünkben vizsgálateink eredményéről számolunk be.

Vizsgálati anyagok. A minták előkészítése

Az újonnan életbe lépett szabvány döntő módszerének kipróbálása során egy Budapesti és egy Baranya megyei Tejipari Vállalat által gyártott, a csomagológép előtti szakaszból levett teavaj mintákat használtunk.

A második, módszerösszehasonlító körvizsgálat során a Baranya megyei Tejipari Vállalat által gyártott teavajat és Margaréta vaját vizsgáltuk meg. A mintákat szintén a csomagoló gépegység előtt vettük.

A vajmintákat mindkét körvizsgálat előtt $25-28^{\circ}\text{C}$ -ra melegítve, keveréssel egyenmősítettük. A körvizsgálatban résztvevők számára $20-20\text{ g}$ vajat légmentesen záródó műanyag tasakba csomagoltunk és a mintákat kódoltuk.

Minden labor 4 mintát kapott, melyekből 2–2 rejtett párhuzamos volt.

A laborok további minta-előkészítést nem végeztek.

Vizsgálati módszerek

Döntő módszer (1)

A meghatározás lényege, hogy a bemért kb. 10 g vajat melegítéssel vízmentesítjük, majd a vajzsírt $6 \times 20-25\text{ cm}^3$ petroléter felhasználásával oldva, a maradékot szűrőtégelyre vesszük.

A szűrőtégelyt a maradékkal tömegállandóságig szárítjuk és mérjük.

Módosított módszer

A módosítás lényege, hogy kisebb mennyiségű vajmintákból kiindulva, többszöri petroléteres extrakció alkalmazásával határozzuk meg a zsírmentes szárazanyag-tartalmat. A módszer összhangban áll az AOAC (2) vonatkozó előírásaival. A módosított döntő módszer leírását az alábbiakban adjuk meg:

A felhasznált eszközök és anyagok, valamint a minta előkészítése a szabványban leírottakkal megegyezik. A szűrőtégelyt kiszárítjuk, exsikkátorban hűtjük, mérjük.

A pohárba $0,1\text{ mg}$ pontossággal kb. 2 g vajat mérünk be. A vajat kis lángon, a habzás megszűnéséig melegítjük. Exsikkátorban hűtjük. A szobahőmérsékletű vajat 25 cm^3 petroléterben könnyedén kevergetve feloldjuk. Az oldatot és az üledéket a szűrőtégelyre öntjük, és vákuumszivattyú segítségével szűrjük. Az oldást és a szűrés még ötször megismételjük. Így a vaj zsírmentes szárazanyag-tartalma teljes egészében a tégelybe megy át.

A tégelyt szárítószekrénybe tesszük, és $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$ -on kb. 2 órán át szárítjuk. Exsikkátorban hűtjük, majd mérjük a tömegét.

25 cm^3 petroléterrel megismételjük az átmosást. Szárítjuk kb. 30 percig , hűtjük, tömegét mérjük. A petroléteres mosást és szárítást addig ismételjük, míg a mérések közti különbség 1 mg -nál kisebb lesz. Megfigyeléseink szerint a kétórás szárítás utáni egyszeres petroléteres kezelés már megfelelő eredményre vezet.

Tájékoztató módszer (3)

A módszer lényege, hogy a bemért, kb. 4 g vajat papírtölcsérbe helyezve, a zsír és a víztartalom egy részét $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$ -on eltávolítjuk. A vajzsír maradékát petroléterrel vonjuk ki, majd tömegállandóságig szárítjuk.

A döntő módszerrel végzett körvizsgálat adatai

Intézet száma	Zsírmentes	Budapesti teavaj	Baranya m. teavaj	
		szárazanyag	tartalom g/100 g termék	
		$\bar{x}$	x_i	$\bar{x}$
1.	1,54	1,555	1,95	1,985
	1,57		2,02	
2.	1,69	1,655	1,71	1,535
	1,62		1,36	
3.	1,70	1,70	1,50	1,60
	1,70		1,70	
7.	1,59	1,57	1,69	1,65
	1,55		1,61	
9.	1,64	1,61	1,57	1,58
	1,58		1,59	
10.	1,70	1,655	1,60	1,62
	1,61		1,64	
11.	1,51	1,46	1,47	1,45
	1,41		1,43	
12.	1,61	1,605	1,45	1,465
	1,60		1,48	
13.	1,59	1,565	1,68	1,675
	1,54		1,67	
14.	1,77	1,695	1,50	1,635
	1,62		1,77	
15.	1,81	1,795	1,65	1,63
	1,78		1,61	
16.	1,70	1,70	1,80	1,85
	1,70		1,90	

3. táblázat

A zsírextrakció mértékének vizsgálata

Minta	Zsírmentes szárazanyag-tartalom g/100 g termék	
	A döntő módszer leírása szerint	További 5×20 cm ³ petroléter
Teavaj ₁	1,64	1,33
Teavaj ₂	1,57	1,34
Teavaj ₃	1,59	1,30
Teavaj ₄	1,58	1,34

4. táblázat

Az MSZ – KGST 1734 – 79. szabványban leírt módszerek összehasonlítása

Minta	Zsírmentes szárazanyag-tartalom g/100 g termék			
	Döntő módszer		Tájékoztató módszer	
	x_1	x_2	x_1	x_2
Margaréta vaj	2,06	1,97	1,00	1,10
Teavaj ₁	1,57	1,73	0,55	0,61
Teavaj ₂	2,14	2,01	0,97	0,99
Teavaj ₃	1,46	1,63	0,54	0,63
Teavaj ₄	1,28	1,20	0,50	0,54

A módosított döntő módszer pontosságának megállapítása

Minta	Zsírmentes szárazanyag-tartalom g/100 g termék	
	x_1	x_2
Teavaj ₁	1,61	1,52
Teavaj ₂	1,28	1,29
Teavaj ₃	1,00	1,01
Margaréta vaj ₁ ...	2,08	1,88
Margaréta vaj ₂ ...	2,10	2,10

6. táblázat

A módosított döntő módszerrel végzett körvizsgálat adatai

Intézet száma	Teavaj		Margaréta vaj	
	zsírmentes szárazanyag-tartalom			
	x_i	$\bar{x}$	x_i	$\bar{x}$
1.	1,43 1,49	1,46	1,75 1,75	1,75
2.	1,48 1,51	1,495	2,07 2,01	2,04
3.	1,30 1,30	1,30	1,60 1,60	1,60
4.	1,34 1,32	1,33	1,84 1,85	1,845
7.	1,25 1,33	1,29	1,96 2,01	1,985
8.	0,98 1,01	0,995	1,53 1,48	1,505
9.	1,32 1,20	1,26	1,71 1,75	1,73
10.	1,27 1,35	1,31	1,92 1,95	1,935
11.	1,36 1,33	1,345	1,82 1,86	1,84
12.	1,42 1,51	1,47	1,89 1,97	1,93
14.	1,15 1,08	1,115	1,72 1,75	1,735
15.	1,31 1,31	1,31	1,81 1,84	1,825
16.	1,10 1,20	1,15	1,70 1,80	1,75

A vizsgálatok eredményei

Az új szabvány döntő módszerével kapott, az intézetek által közölt azon adatokat, melyeket a módszerre jellemző ismételhetőség és összehasonlíthatóság megállapításához felhasználtunk, a 2. táblázat tartalmazza.

A döntő módszerben előírt zsirextrakció mértékének megállapítására a pécsi labor végzett elemzéseket. A vizsgálati adatok a 3. táblázatban találhatók.

A vizsgálatlal bizonyítottuk, hogy a magas átlagértékek – melyek alapján mindkét, az első körvizsgálatban szereplő teavaj szabványon kívüli terméknek lenne minősíthető – a nem megfelelő zsirextrakcióból származnak.

A tájékoztató módszer körvizsgálati adatai

Intézet széna	Teavaj		Margaréta vaj	
	zsírmintes szárazanyag-tartalom g/100 g termék			
	x_i	$\bar{x}$	x_i	$\bar{x}$
3.	1,10 1,10	1,10	1,50 1,50	1,50
4.	0,92 0,99	0,955	1,52 1,51	1,515
5.	1,00 1,10	1,05	1,50 1,60	1,55
6.	1,28 1,16	1,22	1,88 1,66	1,737
8.	1,02 1,00	1,01	1,49 1,50	1,495
9.	1,27 1,14	1,205	1,53 1,61	1,57
11.	1,26 1,18	1,22	1,70 1,64	1,67
13.	1,00 1,10	1,05	1,50 1,60	1,55
14.	1,19 1,19	1,19	1,66 1,52	1,59
17.	1,30 1,21	1,255	1,70 1,74	1,72

A szabvány döntő és tájékoztató módszerének összehasonlítását is a pécsi intézet végezte, öt különféle vajmintából, mindkét módszerrel, 2–2 párhuzamos mérés alapján. Az eredmények a 4. táblázatban találhatók.

A módosított döntő módszer pontosságának megállapítása öt különféle vajminta vizsgálatával történt. A párhuzamos mérési adatokat az 5. táblázat tartalmazza.

A módosított döntő módszer ismételhetőségének és összehasonlíthatóságának megállapítására szolgáló adatok a 6. táblázatban találhatók.

A tájékoztató módszer pontossági adatainak megállapítása a 7. táblázat adatai alapján történt.

Az intézetek azon adataiból, melyek szelektálás után mindkét módszernél megelégedőnek bizonyultak, módszerösszehasonlító értékelést végeztünk.

A vizsgálatok értékelése

A vizsgálati adatokat – a módszerek kimért hibája alapján – a MÉM ÉVK-ban kidolgozott matematikai módszerrel szelektáltuk. A megmaradt értékeket Cochran- és Dixon-próbával ellenőriztük, majd az ISO (4) előírásainak megfelelően számítottuk ki a módszerre jellemző ismételhetőséget és összehasonlíthatóságot.

A módszerösszehasonlító vizsgálatokat *Zukál (5)* szerint értékeltük.

A körvizsgálatokban kipróbált módszerek számított pontossági értékeit a 8. táblázatban mutatjuk be.

A számított értékek alapján a szabvány döntő módszerével végzett párhuzamos mérések közti megengedhető legnagyobb eltérés 0,2 g zsírmintes szárazanyag-tartalom/100 g termék, a laboratóriumok közti legnagyobb megengedett eltérés 0,4 g zsírmintes szárazanyag-tartalom/100 g termék.

Számított pontossági értékek

MSZ – KGST 1734 – 79.				Módosított m.	
Döntő m.		Tájékoztató m.		Profilintézeti mérés	Körvizsgálat alapján
Profilintézeti mérés	Körvizsgálat alapján	Profilintézeti mérés	Körvizsgálat alapján		
r =	0,26	0,22	0,20	0,14	0,11
R = ...	—	0,36	—	—	0,42

9. táblázat

A módszerösszehasonlító vizsgálatok értékelése

x tengelyen	Tájékoztató módszer*	
y tengelyen	döntő m.	módosított döntő m.
$y = \alpha + \beta x$	$y = 0,729 + 1,316x$	$y = 0,435 + 0,766x$
s_x	0,074	0,212
$\frac{s_p}{s_x}$	0,035	0,168
$\frac{ \alpha - 0 }{s_\alpha}$	9,83	0,20
$\frac{ \beta - 1 }{s_\beta}$	9,01	1,39
$t_{\text{tábl.}} (P=5\%)$	3,18	2,09
Következtetés:	nem egyenértékű az összehasonlított két módszer	

* a referenciamódszer laboron belüli szórása: $\delta_e = 0,075$

A tájékoztató módszer fentieknek megfelelő értékei: 0,15 g zsírmntes szárazanyag-tartalom/100 g termék, ill. 0,3 g zsírmntes szárazanyag-tartalom/100 g termék.

A módosított módszerrel végzett párhuzamos mérések közti megengedhető eltérés 0,1 g, a laborok közti legnagyobb eltérés 0,4 g zsírmntes szárazanyag-tartalom/100 g termék.

A módszerösszehasonlító vizsgálatok értékelésének adatait a 9. táblázat tartalmazza.

Az értékelés alapján a módosított döntő és a tájékoztató módszer által szolgáltatott eredmények egyenértékűek.

Következtetés

A körvizsgálat leglényegesebb tapasztalata, hogy az MSZ – KGST 1734 – 79. „A vaj zsírmntes szárazanyag tartalmának meghatározása” szabvány döntő módszere az elégtelen zsirextrakció miatt nem szolgáltathat megfelelő eredményeket.

Használata ezért a minőségellenőrző gyakorlatban nem megengedhető.

A szabványban módosításra szorul a tájékoztató vizsgálati módszer hibájának megadása az $r = 0,15$ és $R = 0,30$ figyelembevételével.

A döntő módszer módosítása a zsirextrakció hatásának növelésére olyan vizsgálati eljárásokhoz vezetett, mely az eddigi élelmiszer-ellenőrző gyakorlatban használt – és a termékszabvány alapjául is szolgáló – módszerrel átlagértékek szempontjából egyenértékű. Az élelmiszer-ellenőrző hálózatban történt első kipróbálás alapján $r = 0,10$ és $R = 0,40$.

Megítélésünk szerint megfelelő gyakorlottsággal a módszer a jelenlegi tájékoztató vizsgálat pontosságával kivitelezhető.

Az MSZ – KGST 1734 – 79 szabvány hibái véleményünk szerint abból adódtak, hogy megjelenésekor nem állt rendelkezésünkre megfelelő hazai tapasztalat – pl. bevezetését nem előzte meg körvizsgálat.

Javasoljuk a szabvány megváltoztatását úgy, hogy a módosított módszer és a jelenlegi tájékoztató vizsgálat alternatív módszerekként szerepeljenek, pontossági értékeik pedig mindkét esetben az $r = 0,15$ és az $R = 0,30$ alapján legyenek rögzítve.

I R O D A L O M

- (1) MSZ – KGST 1734 – 79. 5.
- (2) AOAC (1980) 16. 205 – 16. 206.
- (3) MSZ – KGST 1734 – 79. 8.
- (4) ISO (1981) 5725.
- (5) Zukál, E., Fényes, T., Körmeny, L.: Kísérletügyi Közlemények 41, 1970, 63.

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ВЕЩЕСТВА БЕЗЖИРНОГО СЛИВОЧНОГО МАСЛА

Е. Сабо и А. Чак

Авторы приводят результаты испытания двух методов стандарта МС – СЭВ 1734 – 79 «Определение содержания сухого вещества безжирного сливочного масла», а также модифицированного арбитражного метода испытания.

Сетевое испытание трех методов по проверке пищевых продуктов удостоверяет, что для оценки продуктов питания, помимо информационного метода стандарта в практике модифицированный арбитражный метод применим только соответствующей надёжностью.

VERGLEICHENDE UNTERSUCHUNGEN IN BEZUG AUF DIE BESTIMMUNG DES FETTFREIEN TROCKENSUBSTANZGEHALTES VON BUTTER

E. Szabó und A. Csák

Die bei der Prüfung von beiden Methoden der Industrienorm 1734 – 79 MSZ – KGST: Bestimmung des fettfreien Trockensubstanzgehaltes von Butter, und bei der Prüfung der modifizierten Schiedsprobe erhaltenen Ergebnisse werden von den Autoren Beschrieben.

Die Prüfung der oben genannten drei Methoden in dem Netzwerk der Lebensmittelkontrolle hat bewiesen, dass in der Praxis der Lebensmittelqualifizierung – neben der orientierenden Methode der Norm – nur die modifizierte Schiedsmethode der Untersuchung mit einer entsprechenden Verlässlichkeit verwendet werden kann.

COMPARATIVE INVESTIGATIONS CONCERNING THE DETERMINATION OF THE FAT-FREE DRY MATTER CONTENT OF BUTTER

E. Szabó and A. Csák

The results obtained by the authors during the testing of two methods prescribed by the standard MSZ – KGST 1734 – 79: Determination of the fat-free dry matter content of butter, and during the testing of the modified decisive method of investigation are described.

The testing of the three methods in the network of the food control stations proved that in the practice of food qualification – besides the orientative method of the standard – only the modified decisive method of investigation can be applied at an appropriate reliability.

A szerkesztő bizottsághoz a következő dolgozatok érkeztek:

Válas Györgyné és Tekes Lajosné: Növényi eredetű élelmiszerek rost anyagának összetevői.

Csapó János, Csapó Jánosné és Terlakyné Balla Éva: A tejfehérje biológiai értékének változása a laktáció folyamán eltérő genotípusú szarvasmarháknl.

Kerekes László: A cukor mikrobiológiai minőségének alakulása.