

Afdeling SERH

1985-11-27

RAPPORT 85.119

Pr.nr. 505.0720

Onderwerp: Onderzoek van magere melkpoeders en karnemelkpoeders in het midden-infraroodgebied (4000-500 cm^{-1}).

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd, afdeling SERH (4x), bibliotheek (2x), projectleider, projektbeheer, R. Frankhuizen, N.G. van der Veen, circulatie.

Projekt: Ontwikkeling en toepasbaar maken van spectroscopische analysemethoden.

Onderwerp: Onderzoek van magere melkpoeders en karnemelkpoeders in het midden-infraroodgebied ($4000-500 \text{ cm}^{-1}$).

Doel:

Nagaan in hoeverre het mogelijk is relevante informatie te halen uit de infraroodspectra van magere melkpoeders en karnemelkpoeders.

Samenvatting:

Van 10 magere melkpoeders en 10 karnemelkpoeders zijn infraroodspectra opgenomen met zowel de DRIFT (diffuse reflectietechniek) al met de macro-KBr techniek.

Van de onderzochte monsters waren de gehalten bekend voor wat betreft vet, vocht, eiwit, as, lactose en melkzuur.

Conclusie:

De infraroodspectra van de magere melkpoeders vertonen nauwelijks herkenbare verschillen. De spectra van de karnemelkpoeders onderling, hebben kleine variaties. Dit geldt zowel voor de spectra opgenomen met de DRIFT als met de macro-KBr techniek.

Met behulp van de software is het wel mogelijk verschil-spectra te maken. Interpretatie hiervan is vooralsnog niet mogelijk gebleken.

Verantwoordelijk: dr W.G. de Ruig
Medewerker/samensteller: J.M. Weseman
Projektleider: J.M. Weseman

ER
Jy.

Inhoud

1. Inleiding
2. Toegepaste opname-technieken
 - 2.1 DRIFT (diffuse-reflectie)
 - 2.2 Macro-KBr
3. Data-handling
 - 3.1 DRIFT
 - 3.2 Macro-KBr
 - 3.3 Opmerking DRIFT (Kubelka-Munk)
4. Gegevens over de samenstelling van de diverse magere melkpoeders en karnemelkpoeders
5. Spectra Infrarood-onderzoek
6. Verschil spectra karnemelkpoeders
 - 6.1 Keuze van de spectra
 - 6.2 Resultaat
7. Conclusie
8. Literatuur

1. Inleiding

Met behulp van de infraroodspectrofotometer IFS-85 zijn spectra opgenomen van magere melkpoeders en karnemelkpoeders.

Dit gebeurde zowel met de Diffuse Reflectietechniek als met de macro-KBr techniek.

Op nat-chemische wijze en met behulp van de Infra Analyzer-400 waren de gehalten bepaald van: vet, vocht, eiwit, as, lactose en melkzuur (zie verslag 84.60).

Doel van dit onderzoek is nagaan of aanvullende kwalitatieve relevante informatie uit de spectra gehaald zou kunnen worden naast de gegevens die al waren verkregen uit de gehalten (chemometrie).

Van de verkregen IR-spectra is een bibliotheek aangelegd.

2. Toegepaste opname-technieken

2.1 Diffuse Reflectie (Harrick unit)

Van een fijngewreven mengsel van 2 mg melkpoeder met 200 mg KBr is een monstercupje gevuld dat bij de unit komt. Met een spatel is het monsteroppervlak gladgestreken. Voor het verkrijgen van een single-beam spectrum zijn 100 interferogrammen (+ 1,5 minuten) gecoardeerd waarna deze in het single-beam spectrum zijn omgezet.

De resolutie was 2 (RES=2).

Als blanco referentie is fijngewreven KBr gebruikt, dat onder dezelfde meetomstandigheden is opgenomen.

2.2 Macro-KBr

Van een ander gedeelte van het fijngewreven mengsel (zie 2.1) is een KBr-tabletje geperst (100 mg in KBr die \varnothing 13 mm). De opname-condities zijn nagenoeg dezelfde als bij de Diffuse Reflectie met uitzondering van het aantal interferogrammen dat opgenomen is (32 in plaats van 100).

3. Data-handling

In de tijd dat de diffuse reflectiespectra waren opgenomen hadden we minder kennis voor wat betreft de softwareprocedure en spectrums subtraction. Inmiddels is meer inzicht verkregen.

In de verkregen spectra hebben we weer hinder van de waterdamp die de spectra negatief beïnvloedt. Met spectrumsabstraction wordt hiervoor gecorrigeerd, zodat waterdamp niet meer in de "double-beam" spectra is te herkennen.

3.1 Data-handling Diffuse-Reflectiespectra

- De "single-beam" spectra van de melkpoeders zijn vergeleken met het "single-beam" spectrum van de referentie KBr-poeder. Dit is gebeurd met het commando: PLT, parameter PLF=TR.
- De "double-beam" transmissie spectra (filenamen MEL 22001 t/m MEL 22020) zijn vervolgens met ART, parameter AFN=LG omgezet in absorptie spectra.
- De absorptie spectra zijn gecorrigeerd voor de waterdamp met SAA.
- De gecorrigeerde "double-beam" absorptie spectra zijn met BLI, parameter BLT=1 basislijn gecorrigeerd (correctie voor de helling in het spectrum). Deze spectra zijn de files MEL 42001 t/m MEL 42020.

3.2 Data-handling macro-KBr spectra

- De "single-beam" spectra van de melkpoeders zijn vergeleken met de "single-beam" spectra van de referentie KBr. Dit is gedaan met PLT, parameter PLF=TR.
- De "double-beam" transmissie spectra (MEL 82001 t/m MEL 82020) zijn vervolgens met ART, parameter AFN=LG vertaald in absorptie spectra.
- De absorptie spectra behoeven niet gecorrigeerd voor de waterdamp, ze zijn wel basislijn gecorrigeerd, met BLI parameter BLT=1. Deze spectra hebben de namen MEL 92001 t/m MEL 92020.

3.3 Opmerking data-handling (Diffuse-Reflectie)

Er is eerst overwogen de "double-beam" transmissie spectra te corrigeren voor de Kubelka Munk (met ART parameter KM), doch dat leverde problemen op, omdat veel spectra hun hoogste punt boven de 100% transmissielijn hebben. Bij één spectrum waar dat niet het geval was is zowel met Kubelka-Munk als met de normale procedure het absorptie spectrum gemaakt. Dit leverde voor de Kubelka-Munk geen duidelijker resultaat op.

4. Gegevens over de samenstelling van de diverse magere melkpoeders en karnemelkpoeders

In de tabellen 1 en 2 staan de kwantitatieve gegevens, bepaald met nat-chemische methoden en bepaald met de Infra Alyzer-400. Tevens is de tabel voorzien van de spectrum-namen:

MEL 2 * : "double-beam" Transmissie spectra, Diffuse-Reflectie

MEL 4 * : "double-beam" Absorptie spectra, Diffuse-Reflectie

MEL 8 * : "double-beam" Transmissie spectra, Macro-KBr

MEL 9 * : "double-beam" Absorptie spectra, Macro-KBr

* 2001 t/m 2010 = magere melkpoeders

* 2011 t/m 2020 = karnemelkpoeders

(* = 4 karaktertekens)

Tabel 1 Analyseresultaten vergelijkend onderzoek Infra Alyzer-400 en referentiemethoden van 10 monsters magere melkpoeder

File-naam	RIKILT nummer	% Vet		% Vocht		% Eiwit		% As		% Lactose		% Melkzuur	
		ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA
MEL.001	50543	1,07	1,08	5,00	5,20	36,12	36,75	8,16	7,99	47,8	47,6	0,06	-
MEL.002	51215	0,79	0,75	4,20	4,20	36,66	37,03	7,96	7,84	49,2	49,3	0,05	-
MEL.003	30819	1,07	1,06	4,10	4,02	36,88	36,80	8,31	8,01	49,9	48,6	0,02	-
MEL.004	20387	0,68	0,67	3,76	3,78	34,25	34,02	8,10	8,03	52,0	53,5	<0,01	-
MEL.005	13947	0,72	0,79	4,04	3,91	33,54	33,45	8,05	8,09	52,4	51,8	0,02	-
MEL.006	14094	1,20	1,09	4,26	4,24	33,03	32,92	7,97	8,10	52,0	51,9	0,01	-
MEL.007	13846	0,74	0,68	3,06	2,95	37,85	37,83	8,06	7,98	49,1	49,5	<0,01	-
MEL.008	54349	1,31	1,25	4,21	4,32	40,55	40,41	7,74	8,14	44,8	45,2	0,13	-
MEL.009	12427/30	0,92	0,89	4,07	4,13	39,67	39,36	8,13	7,95	46,8	47,0	0,03	-
MEL.010	11011	0,78	0,84	4,58	4,56	39,40	38,98	8,21	7,95	46,4	46,5	0,03	-

Tabel 2 Analyseresultaten vergelijkend onderzoek Infra Alyzer-400 en referentiemethoden van 10 monsters karnemelkpoeder

File-naam	RIKILT nummer	% Vet		% Vocht		% Eiwit		% As		% Lactose		% Melkzuur	
		ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA	ref.	IA
MEL.011	51757	9,70	10,10	4,22	4,19	31,79	32,15	7,20	7,13	42,7	41,6	3,57	3,79
MEL.012	51758	6,41	6,42	4,00	3,78	34,52	34,37	7,68	7,43	40,3	40,5	5,84	6,99
MEL.013	52218	7,09	7,20	3,38	3,35	32,39	32,48	10,25	10,62	39,7	40,4	5,68	6,02
MEL.014	14182	6,30	6,76	4,22	4,35	32,49	32,14	7,24	7,65	48,2	48,0	0,05	0,13
MEL.015	13350	5,84	5,82	4,19	4,32	30,43	29,77	9,04	9,82	46,6	46,2	3,14	3,72
MEL.016	13354	9,40	10,37	4,28	4,42	31,14	30,72	6,98	6,90	46,8	47,9	0,18	0,08
MEL.017	13225	5,71	6,16	4,07	4,15	32,68	32,53	8,61	8,82	45,2	45,2	2,29	2,36
MEL.018	54915	6,86	7,02	3,93	3,87	34,32	34,60	7,70	7,82	39,0	38,4	7,51	8,08
MEL.019	35693	5,81	5,61	3,22	3,19	32,80	33,37	7,84	7,90	41,6	41,8	6,36	6,31
MEL.020	39910	3,69	3,47	4,60	4,49	32,67	32,78	9,26	9,41	45,0	45,0	4,08	3,76

5. Spectra Infraroodonderzoek

Zowel de transmissie als de basislijn gecorrigeerde absorptie spectra zijn op de volgende bladzijden weergegeven (6 t/m 15).

De magere melkpoeder-spectra zijn ogenschijnlijk weinig onderling verschillend. Bij de karnemelkpoeders is dit wel het geval. Op de linker bladzijde zijn de Diffuse-reflectie spectra weergegeven, op de rechter bladzijde de macro-KBr spectra.

Er zijn duidelijke verschillen tussen de transmissie spectra van Diffuse-reflectie en die van macro-KBr. Dit is echter minder het geval tussen de basislijn-gecorrigeerde absorptie spectra.

6. Verschil spectra karnemelkpoeders

6.1 Keuze van de spectra

Van enkele absorptie spectra van karnemelkpoeders is nog weer een verschil-spectrum geproduceerd met SAA commando, om duidelijk te maken dat twee vrijwel identieke spectra van dezelfde soort poeders nog een "goed" verschil spectrum oplevert (blz. 16 en 17).

<u>Macro-KBr spectra</u>	<u>Verschil in gehalte aan</u>
MEL 41011 en MEL 42020 → MEL 43011	vet
MEL 42013 en MEL 42018 → MEL 43013	as
MEL 42014 en MEL 42013 → MEL 43014	lactose
MEL 42018 en MEL 42016 → MEL 43018	melkzuur
MEL 42019 en MEL 42014 → MEL 43019	melkzuur

Diffuse-reflectie spectra

MEL 92011 en MEL 92020 → MEL 93011	vet
MEL 92013 en MEL 92018 → MEL 93013	as
MEL 92014 en MEL 92013 → MEL 92014	lactose
MEL 92018 en MEL 92016 → MEL 93018	melkzuur
MEL 92019 en MEL 92014 → MEL 93019	melkzur

6.2 Resultaat

De verkregen spectra, na spectrum subtraction zijn met de huidige kennis niet te interpreteren. In de onderzochte monsters variëren meer parameters, zodat in het verschil-spectrum de variatie in de gehele samenstelling is te zien.

Bij de normale spectrum subtraction procedure wordt meestal naar één verbinding gezocht. Bovendien kan met de hand het "automatisch verkregen resultaat" beïnvloed kan worden.

7. Conclusie

De spectra van de magere melkpoeders vertonen op het oog onderling weinig verschillen. De spectra van de karnemelkpoeders vertonen een kleine variatie, afhankelijk van de chemische samenstelling.

Op dit moment valt nog weinig informatie te halen uit de verkregen spectra.

Te zijner tijd zou met chemometrie of met afgeleide spectroscopie meer onderzoek kunnen worden gedaan.

Mocht blijken dat de software procedure, voor het verkrijgen van de spectra, niet helemaal juist is geweest, dan kan alsnog het een en ander worden gecorrigeerd. De ruwe data blijven bewaard.

8. Literatuur

8.1 Frankhuizen R.: Intern rapport 84.60.

Interne niveaucontrole Infra Alyzer-400.

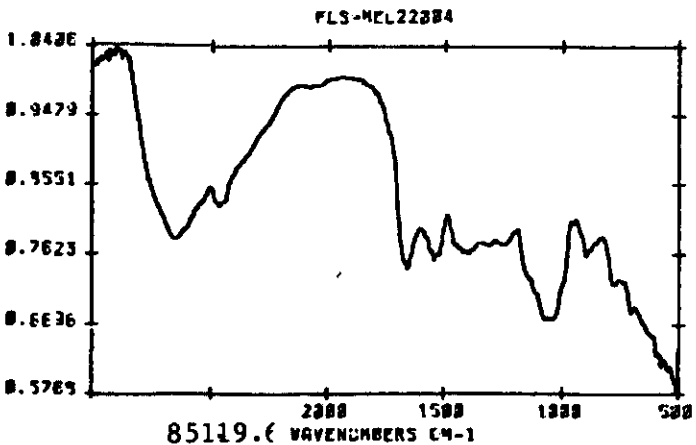
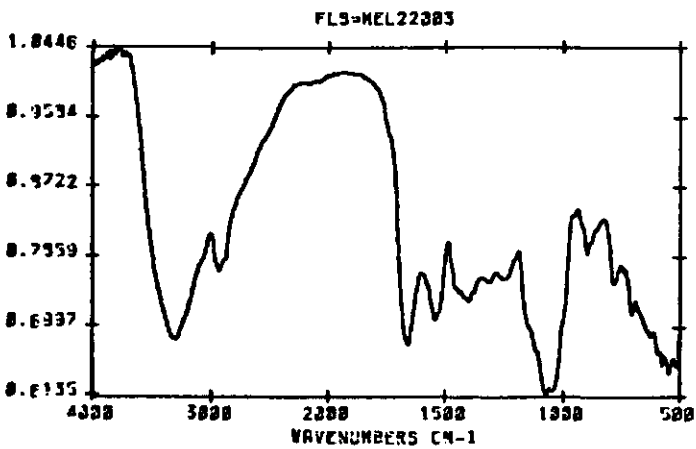
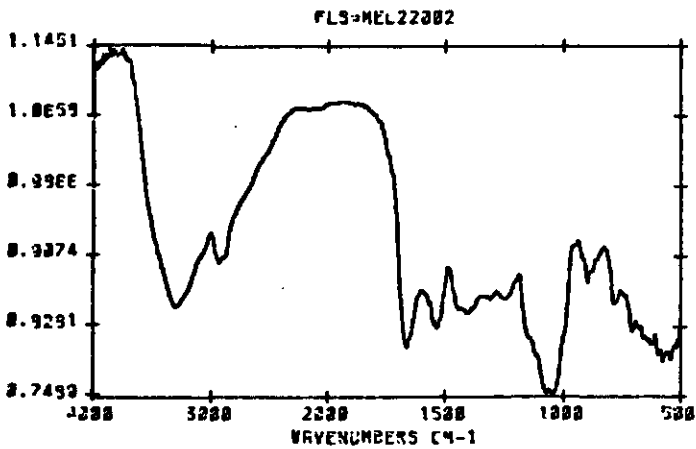
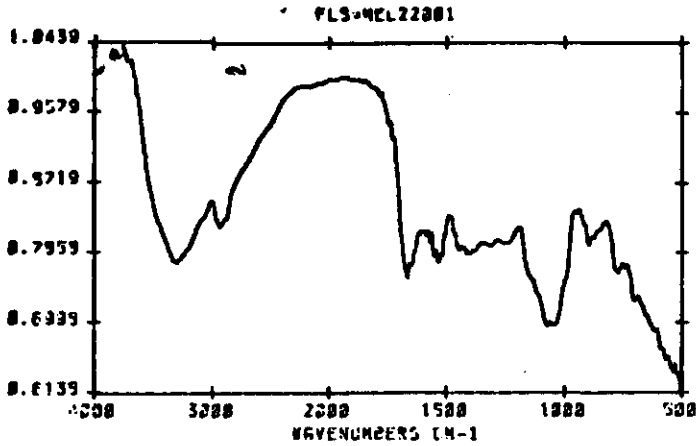
8.2 De Ruig W.G., Weseman J.M.: Rapport 85.120.

Het gebruik van de Diffuse-Reflectie-Infrarood-Techniek (DRIFT) in het midden-infraroodgebied (4000-500 cm^{-1}).

8.3 De Ruig W.G., Weseman J.M.: Rapport 85.83.

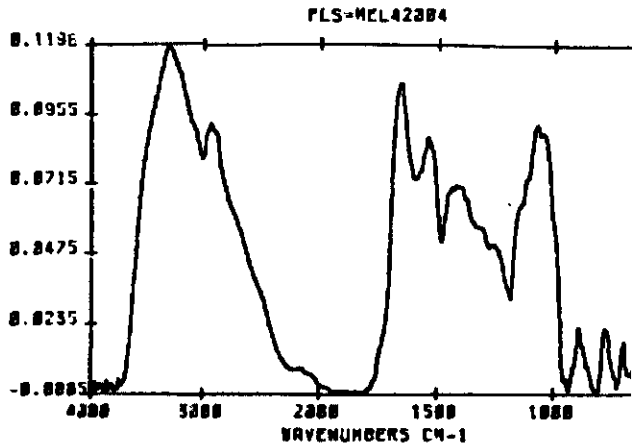
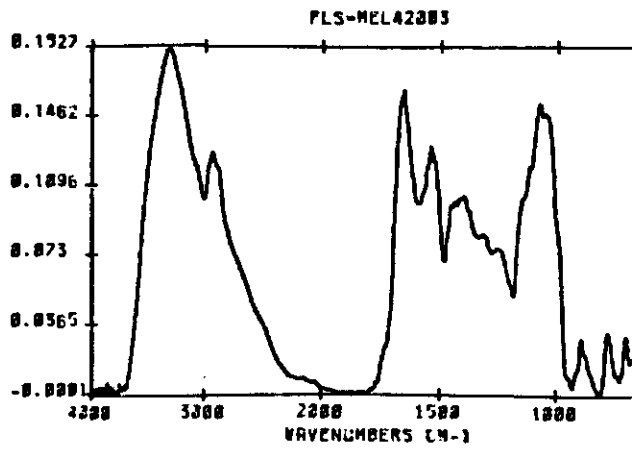
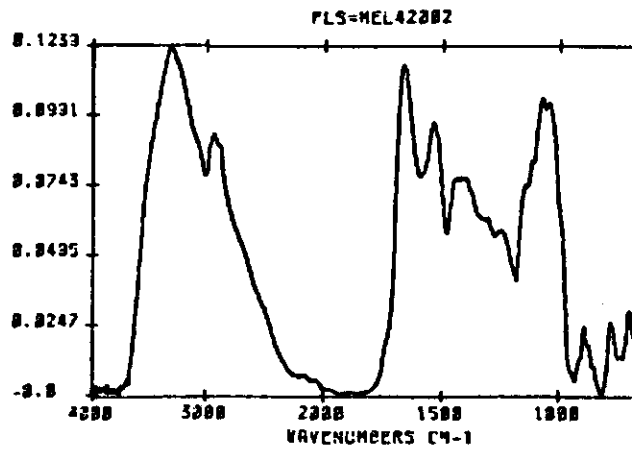
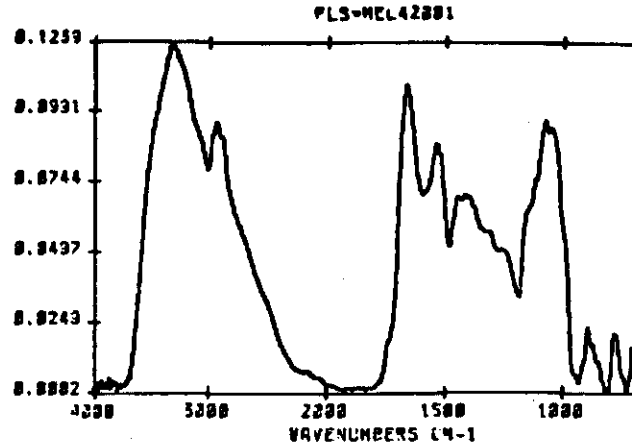
Handleiding voor de Infrarood-Spectrofotometer IFS-85.

Diffuse-reflectie
Transmissie spectra



85119.6

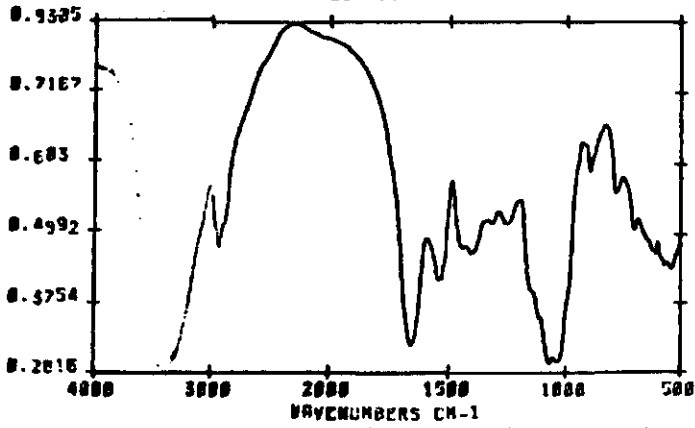
Diffuse-reflectie Absorptie
spectra, na basislijncorrectie



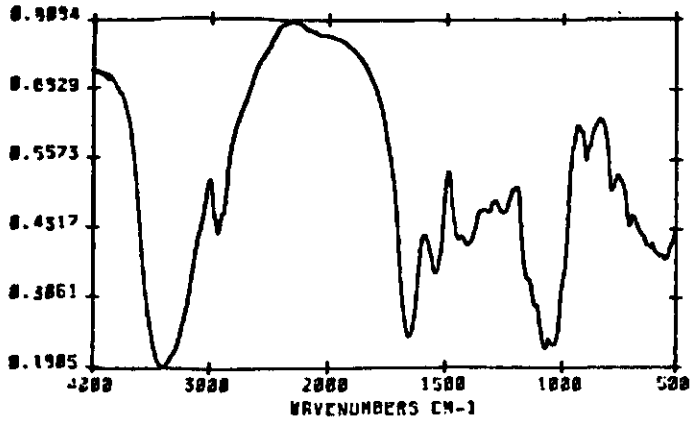
Macro-KBr

Transmissie spectra

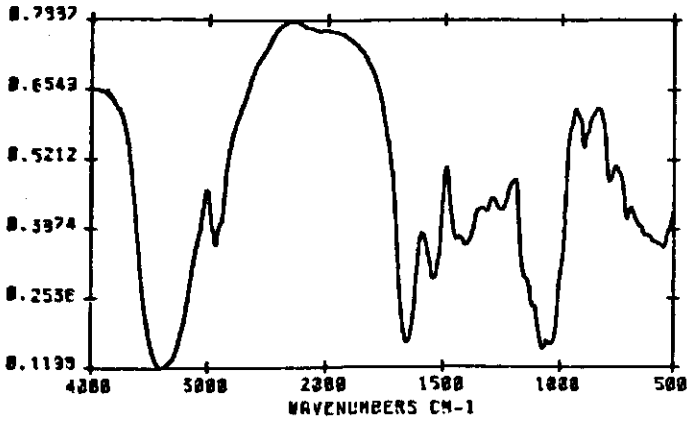
PLS-MEL92801



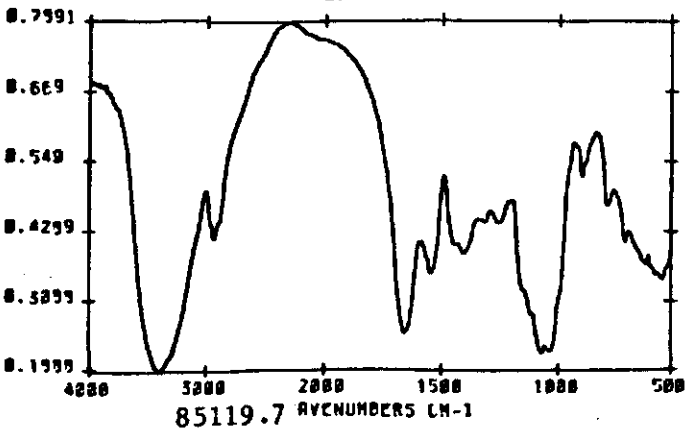
PLS-MEL92802



PLS-MEL92803



PLS-MEL92804

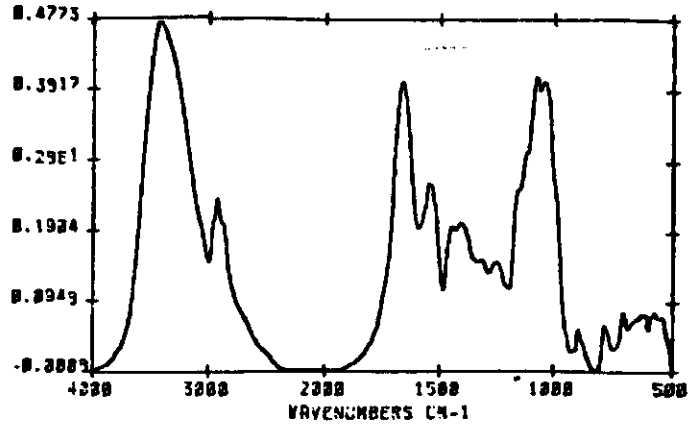


85119.7 AVENUMBERS CM-1

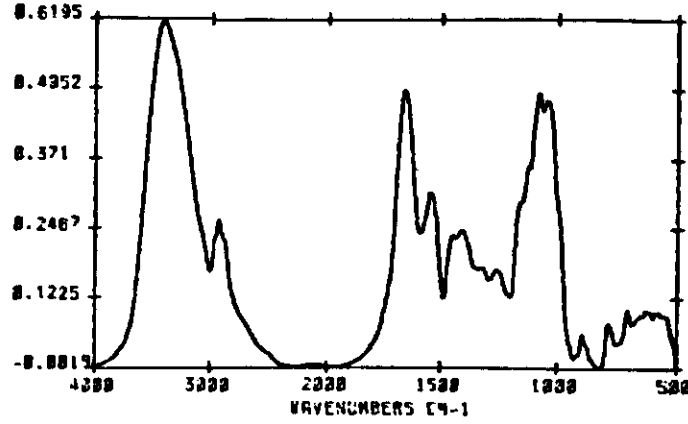
Macro-KBr Absorptie

spectra, na basislijncorrectie

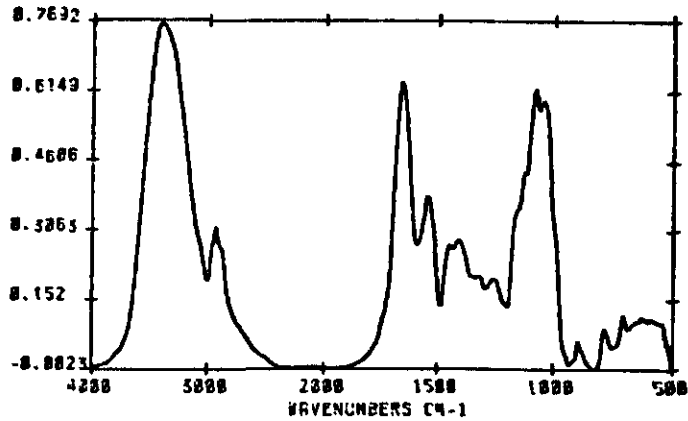
PLS-MEL92801



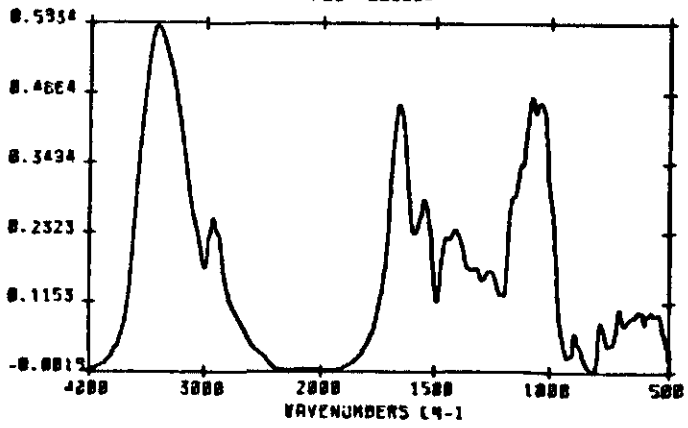
PLS-MEL92802



PLS-MEL92803

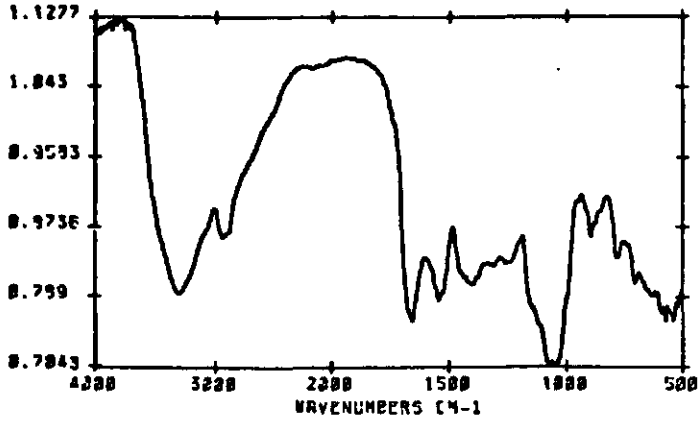


PLS-MEL92804

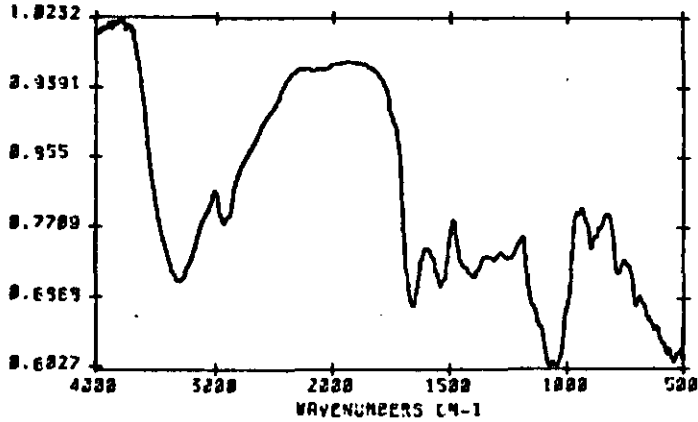


Diffuse-reflectie
Transmissie spectra

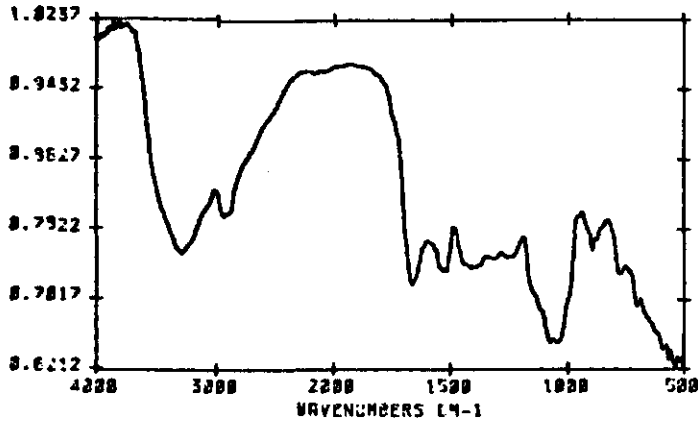
FLS-MEL22885



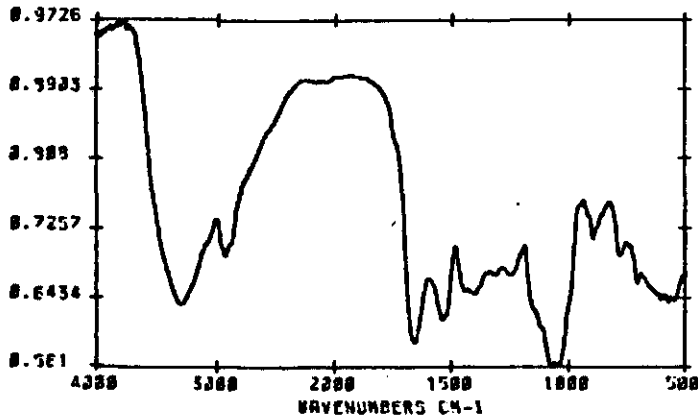
FLS-MEL22886



FLS-MEL22887

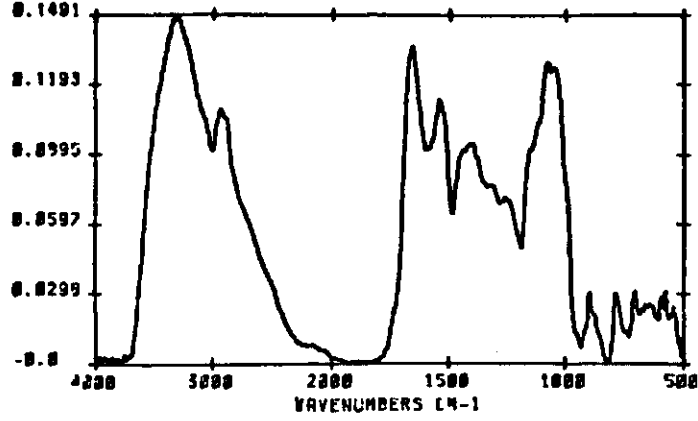


FLS-MEL22889

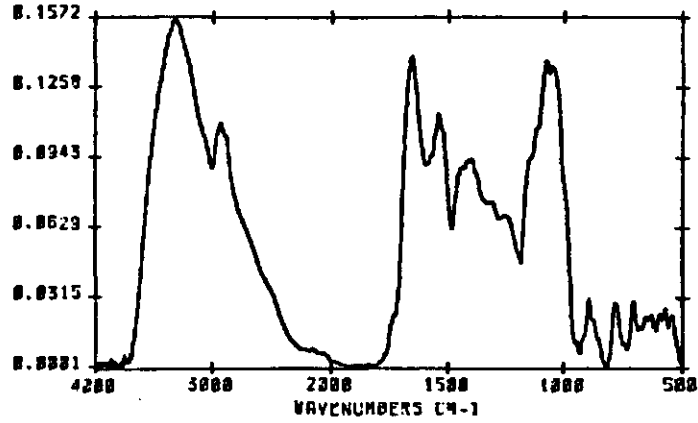


Diffuse-reflectie Absorptie
spectra, na basislijncorrectie

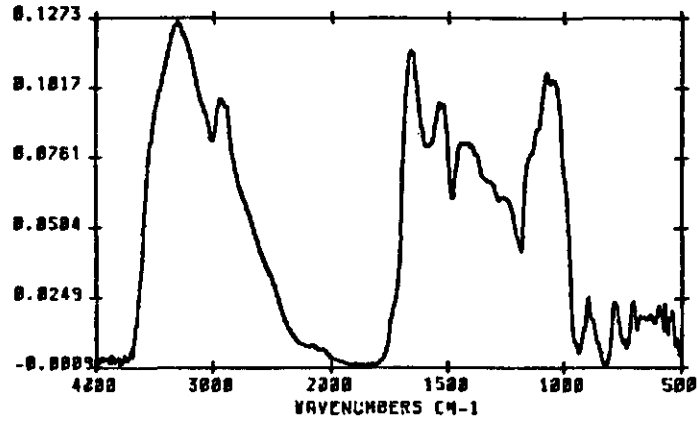
FLS-MEL42885



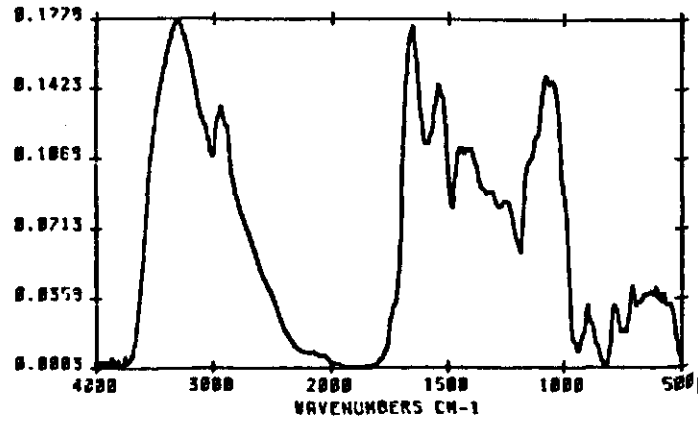
FLS-MEL42886



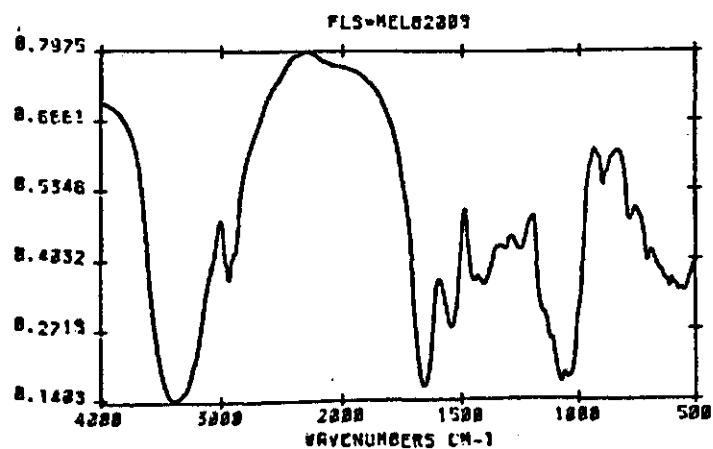
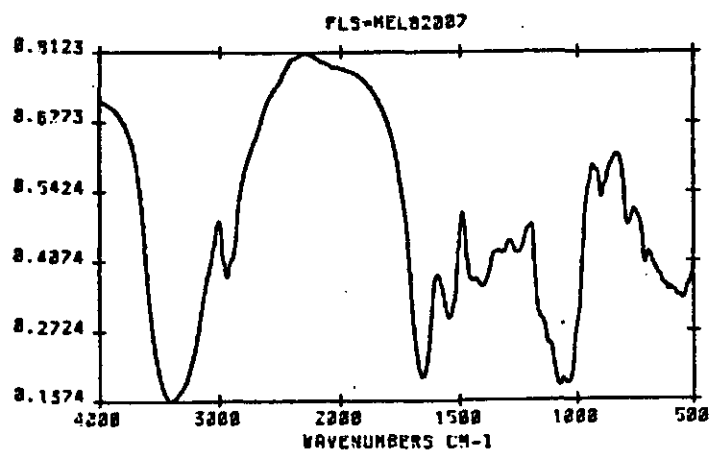
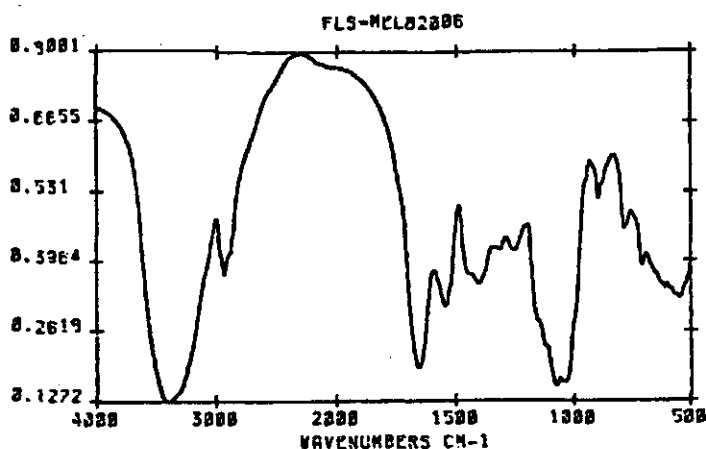
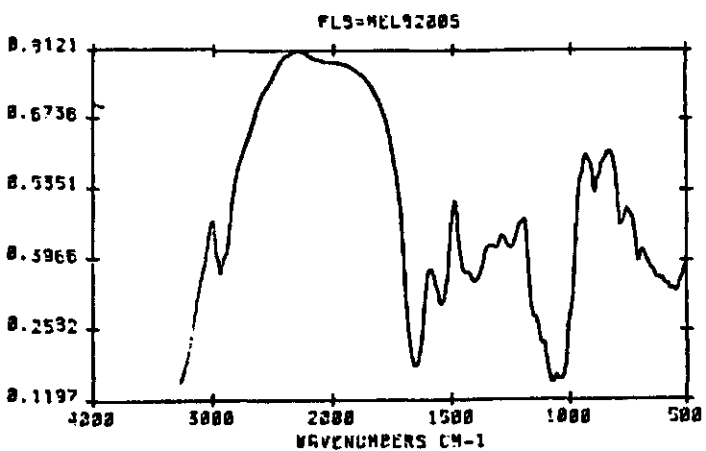
FLS-MEL42887



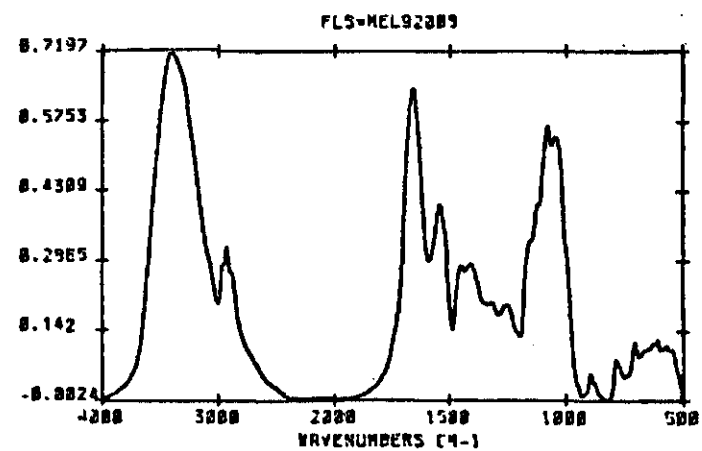
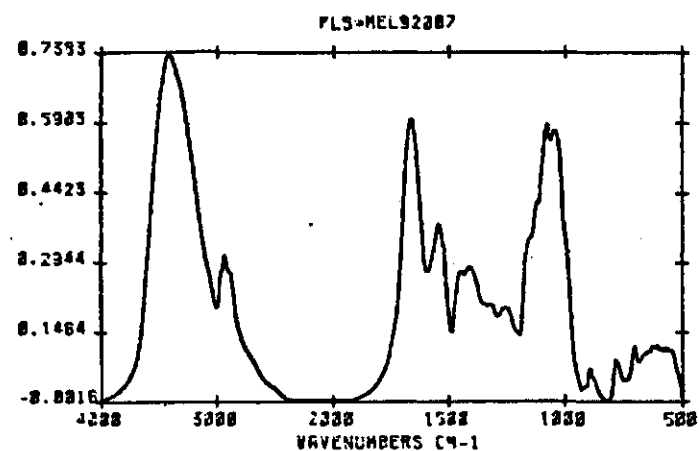
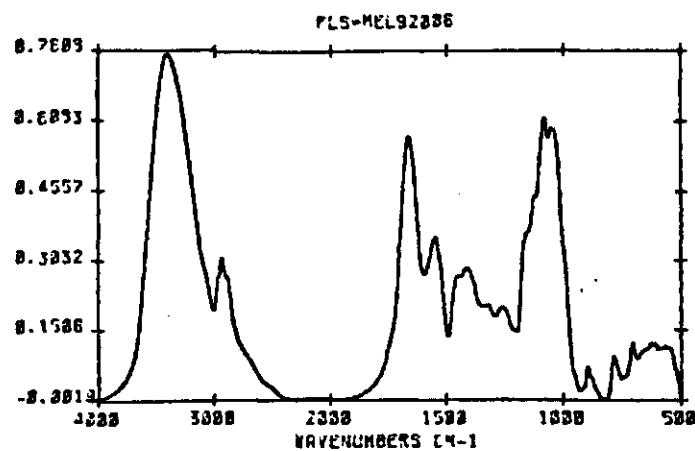
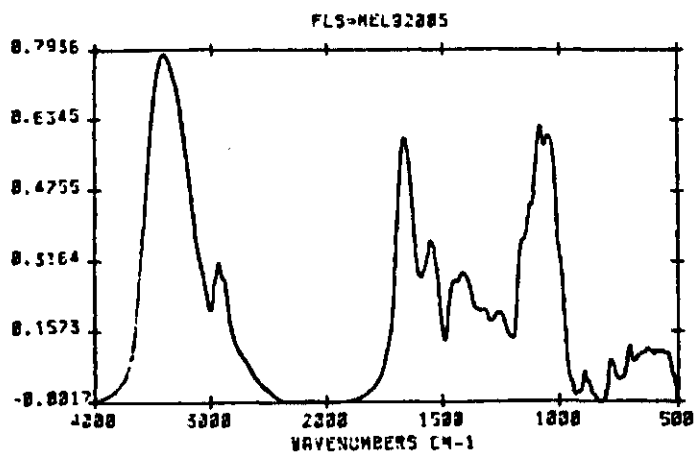
FLS-MEL42889



Macro-KBr
Transmissie spectra

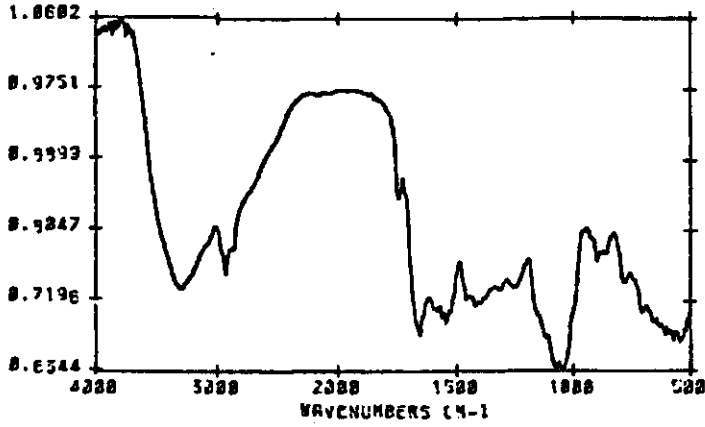


Macro-KBr Absorptie
spectra, na basislijncorrectie

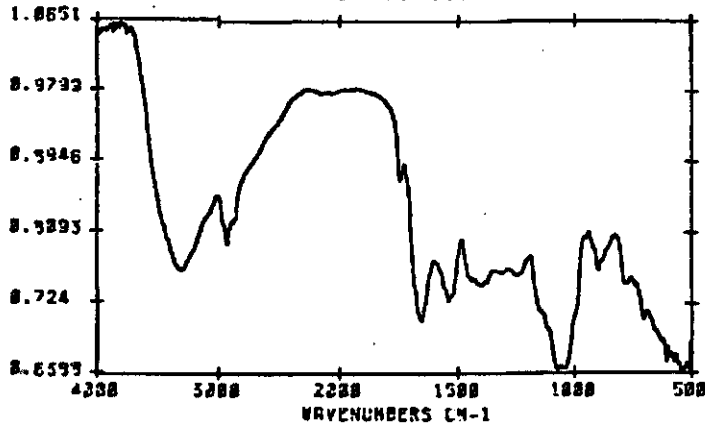


Diffuse-reflectie
Transmissie spectra

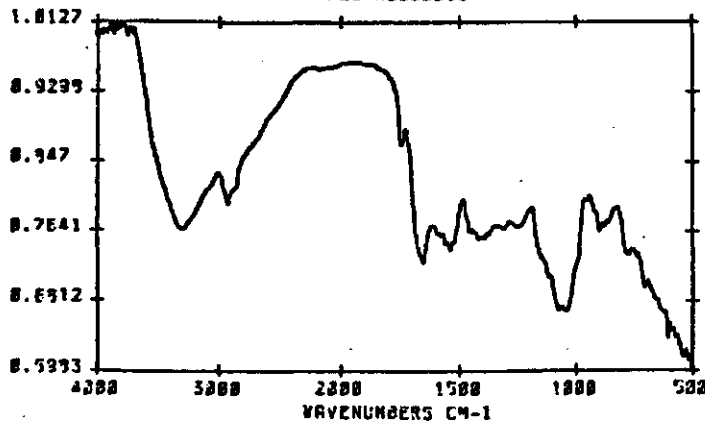
FLS-MEL22213



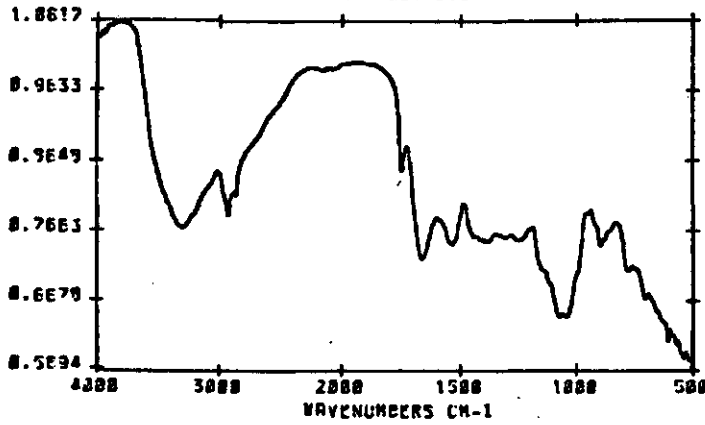
FLS-MEL22214



FLS-MEL22215

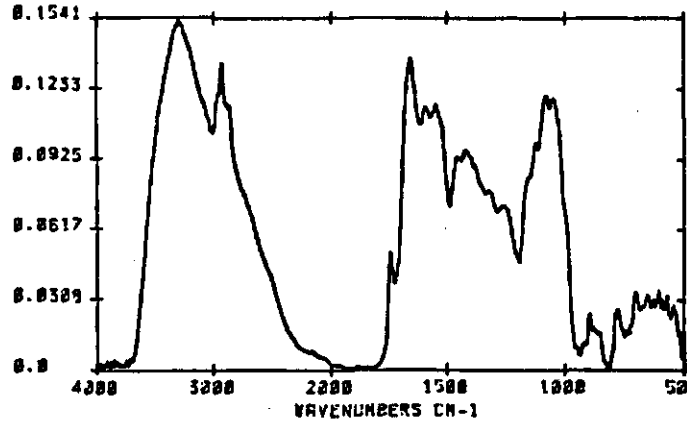


FLS-MEL22218

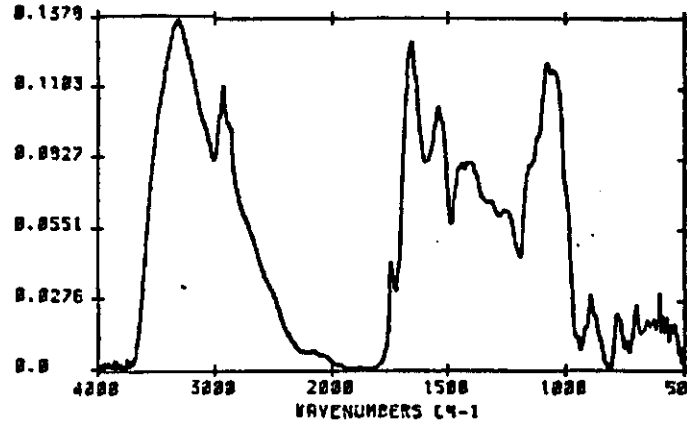


Diffuse-reflectie Absorptie
spectra, na basislijncorrectie

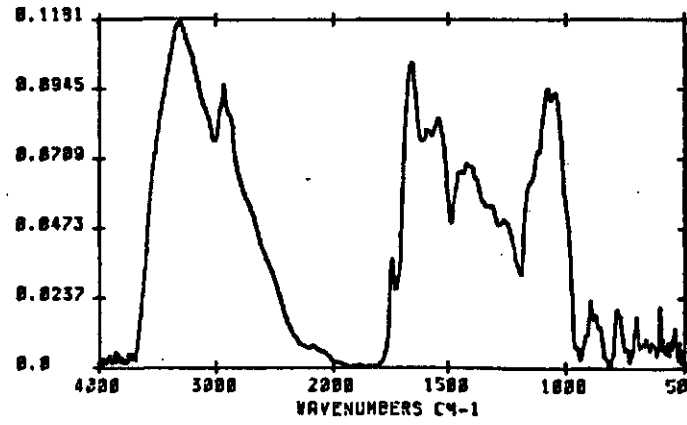
FLS-MEL42213



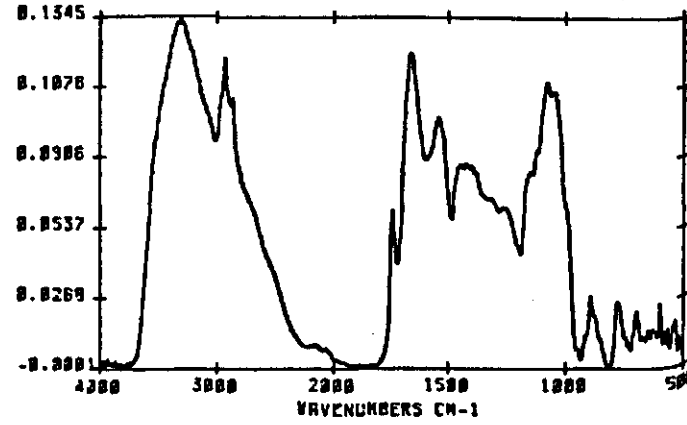
FLS-MEL42214



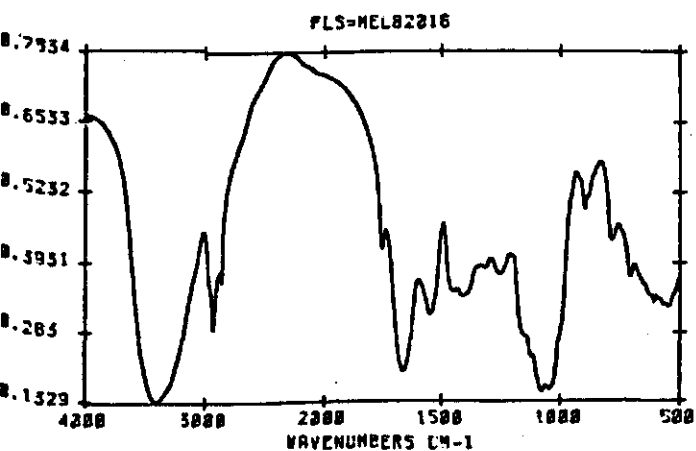
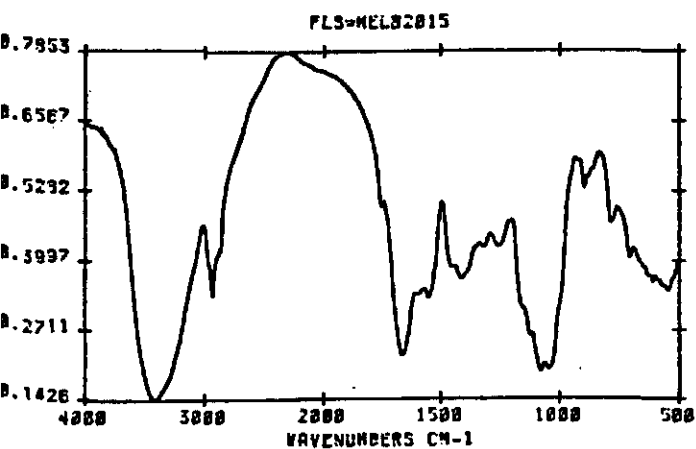
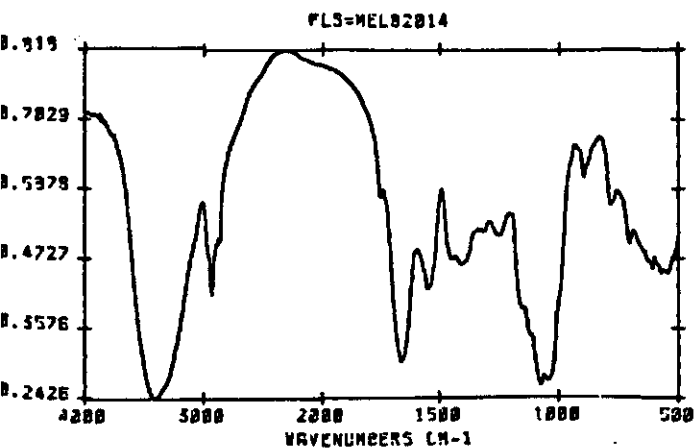
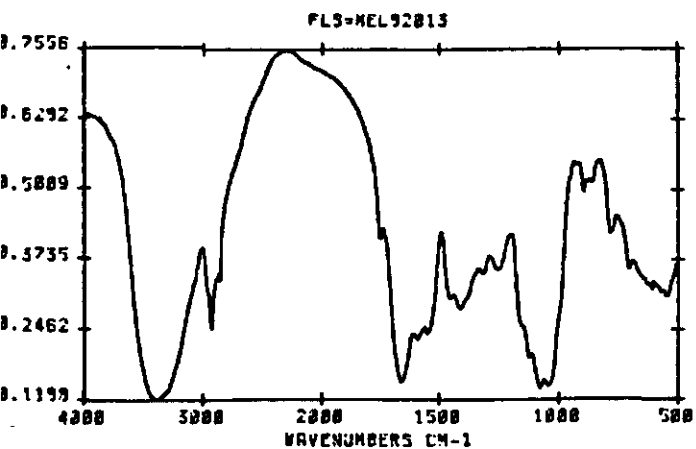
FLS-MEL42215



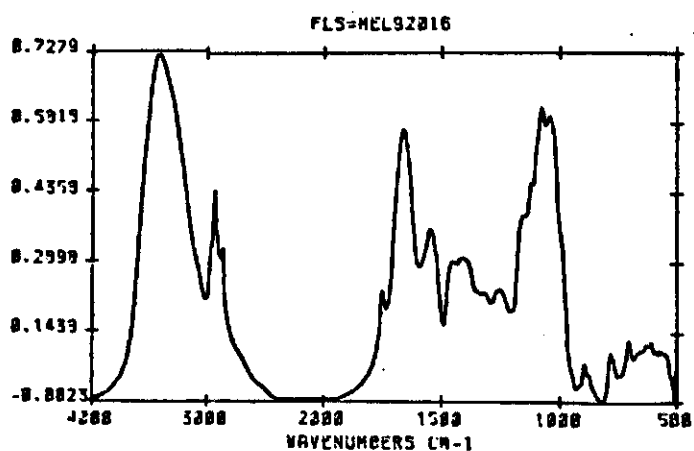
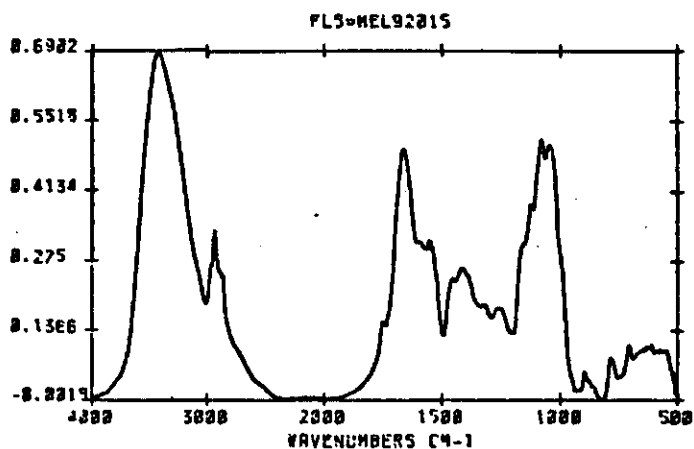
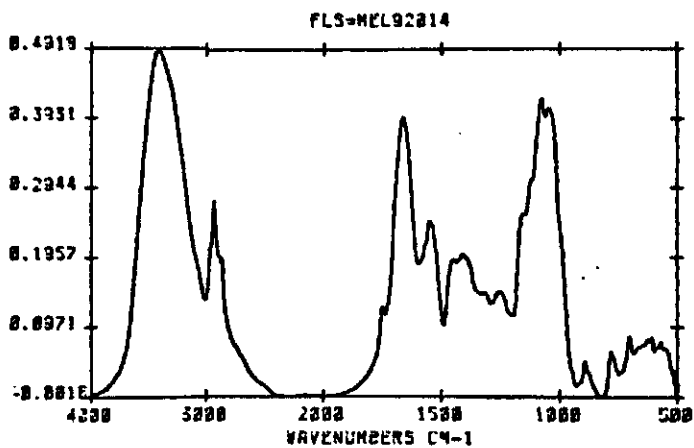
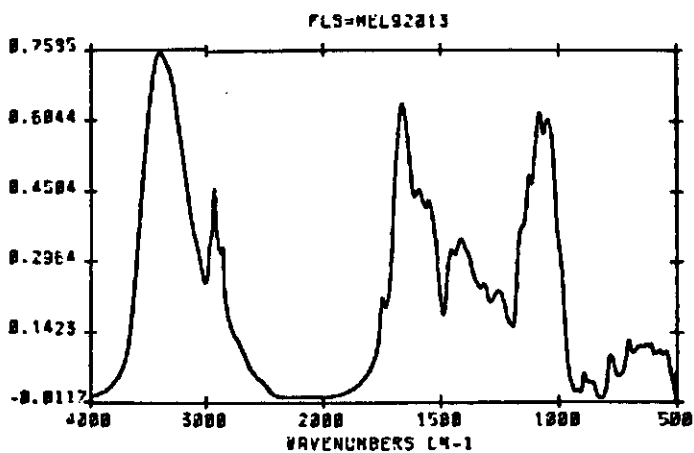
FLS-MEL42216



Macro-KBr
Transmissie spectra

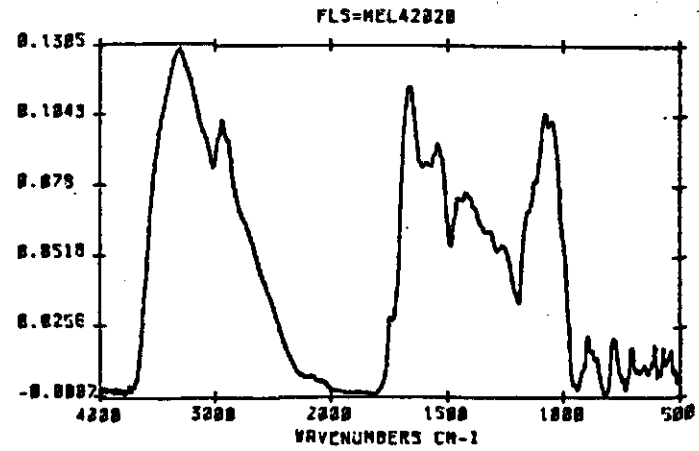
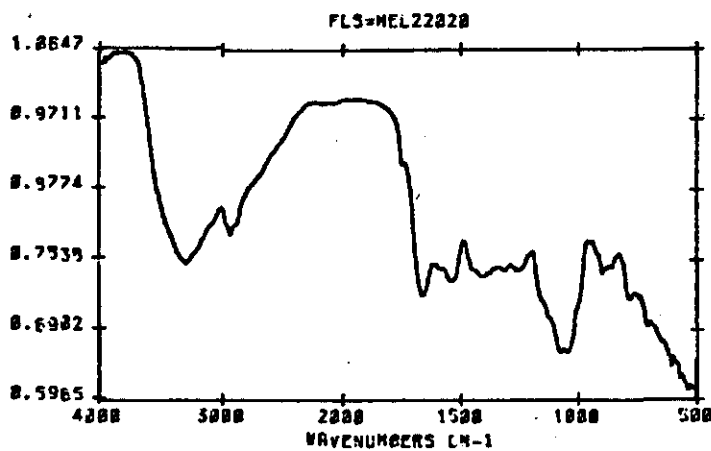
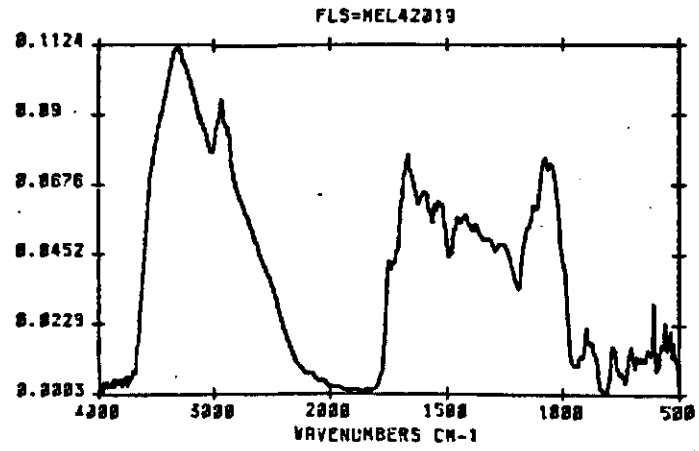
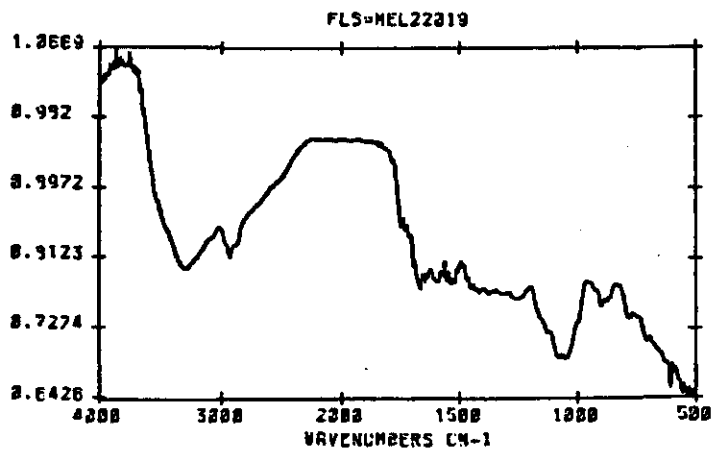
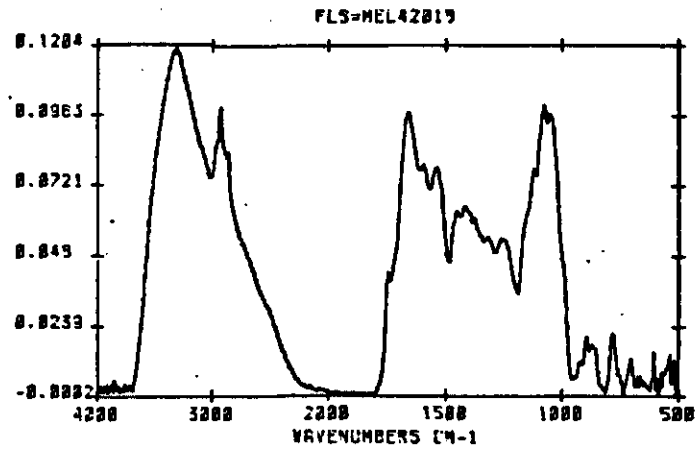
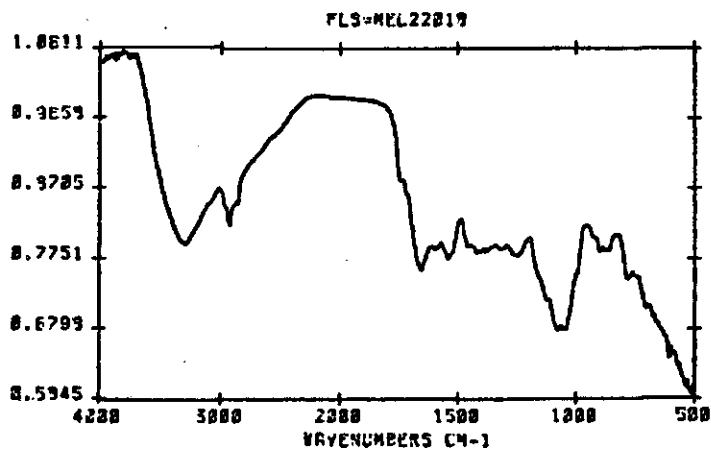
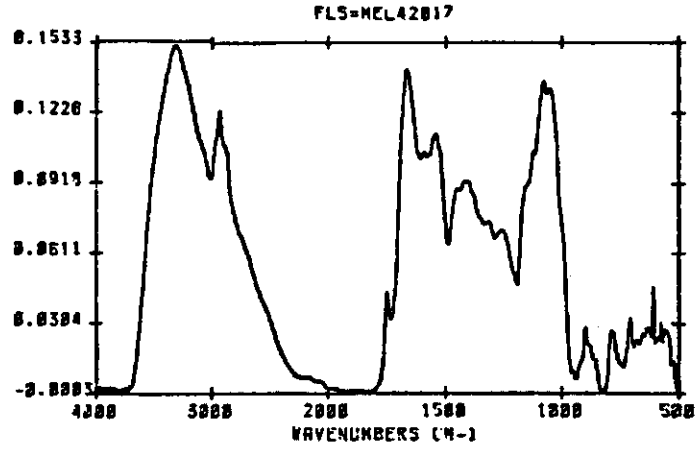
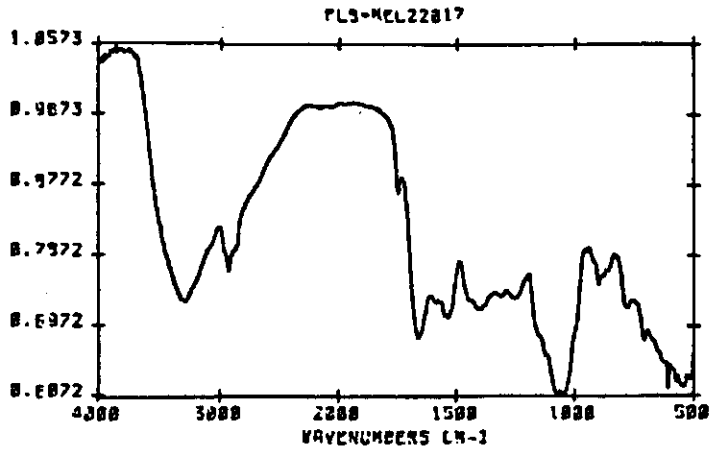


Macro-KBr Absorptie
spectra, na basislijncorrectie



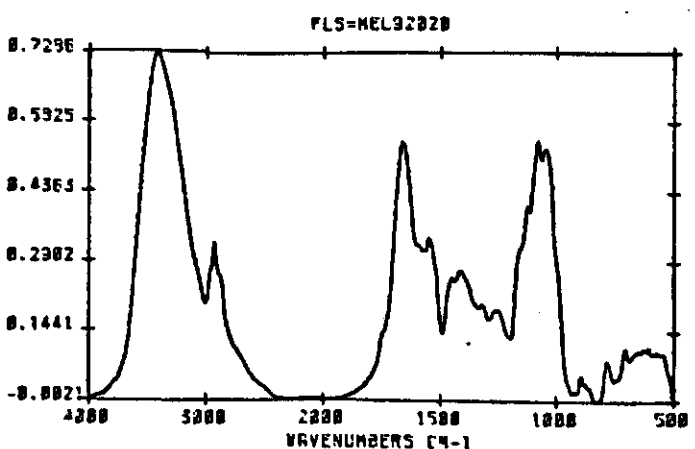
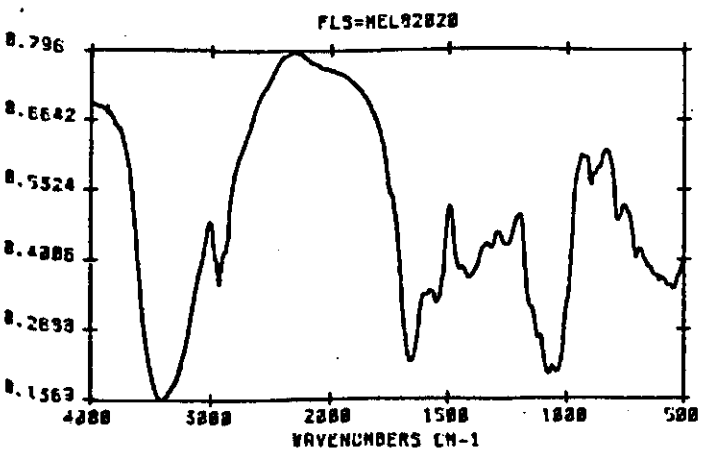
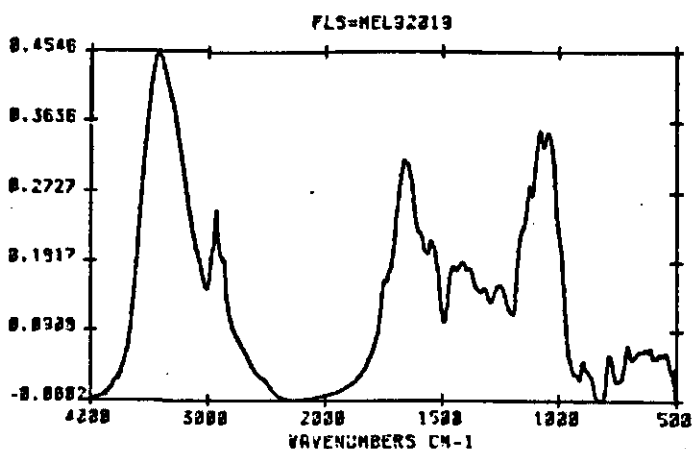
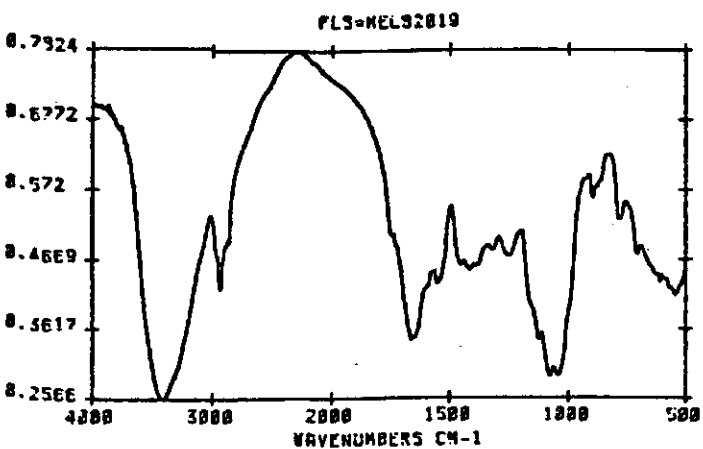
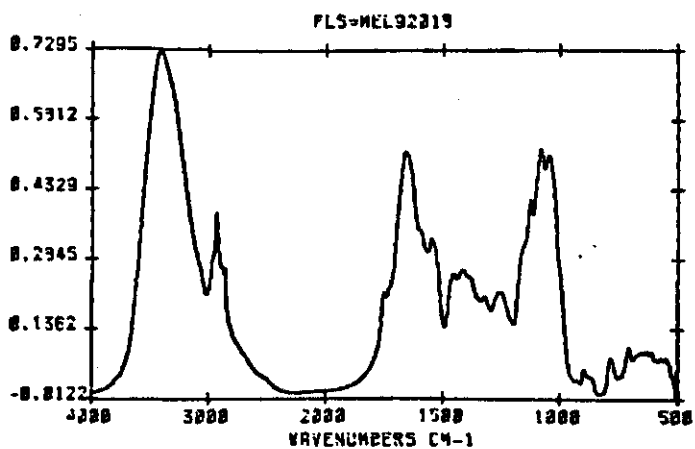
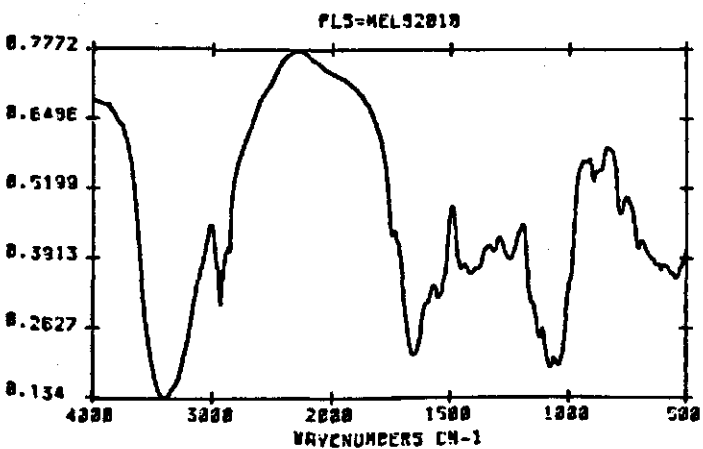
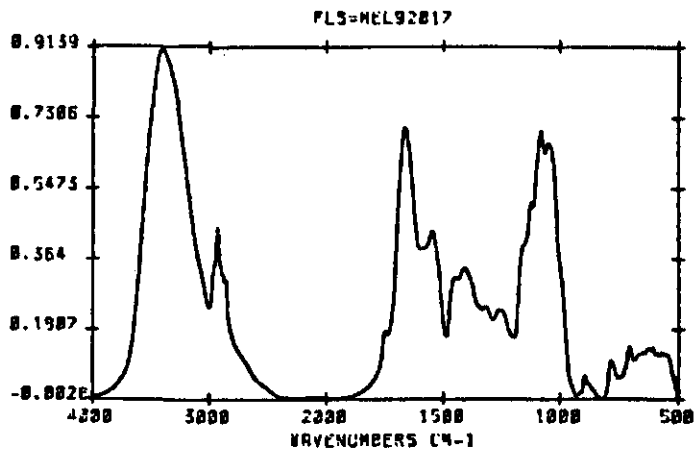
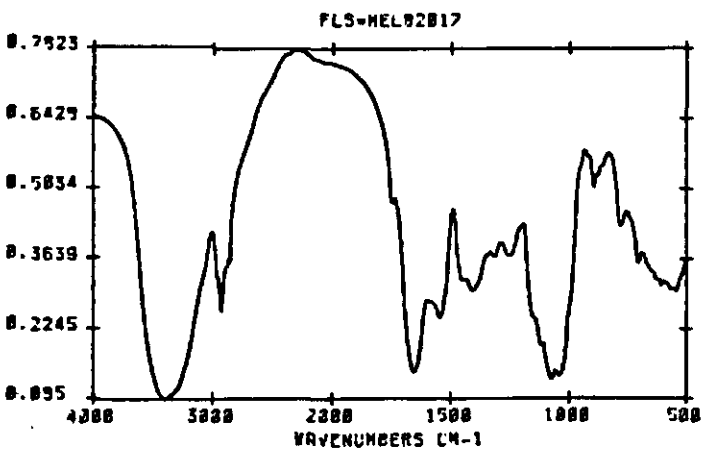
Diffuse-reflectie
Transmissie spectra

Diffuse-reflectie Absorptie
spectra, na basislijncorrectie



Macro-KBr
Transmissie spectra

Macro-KBr Absorptie
spectra, na basislijncorrectie



Spectra verkregen na spectrum subtraction, uitgaande van gecorrigeerde absorptie spectra

MEL 9 * : Macro-KBr

MEL 4 * : Diffuse-Reflectie

