

Afd. Algemene Chemie 1983-09-15
RAPPORT 83.65 Pr.nr. 505.6030
Onderwerp: Het toepasbaar maken van NIR
 voor het bepalen van de samen-
 stelling van met gras- en/of
 luzernemeel gedenatureerde
 melkpoeders.

Bijlagen: 7.

Voorgaande verslagen: 82.37, 82.91, 83.31.

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd (2x), direktie VKA, afd. Algemene
Chemie (4x), afd. Normalisatie (Humme), Projektbeheer,
Projektleider.

Projekt: Ontwikkeling methoden van onderzoek voor melk- en zuivel-
produkten met behulp van NIR

Onderwerp: Het toepasbaar maken van NIR voor het bepalen van de samen-
stelling van met gras- en/of luzernemeel gedenatureerde
melkpoeder

Bijlagen: 7.

Voorgaande verslagen: 82.37, dd. 1982-04-23

82.91, dd. 1982-10-07 (zuivelzicht 75 (1983) 210)

83.31, dd. 1983-02-18 (zuivelzicht 75 (1983) 547)

Doel:

Het middels screening van de samenstelling van met gras- en/of luzer-
nemeel gedenatureerde melkpoeders nagaan of deze produkten alleen be-
staan uit de bemonsterde grondstoffen dan wel uit meer of andere
grondstoffen.

Samenvatting:

Het RIKILT controleert in het kader van EEG-regeling 1725/79 o.a. de
identiteit van melkpoeders gedenatureerd met een bepaalde hoeveelheid
gras- en/of luzernemeel. Dit o.a. ter vaststelling of het eindprodukt
alleen bestaat uit de bemonsterde grondstoffen dan wel dat eindprodukt
bestaat uit meer of andere grondstoffen. Dit onderzoek had ten doel de
mogelijkheid na te gaan om enerzijds met behulp van NIR de samenstel-
ling van gedenatureerde melkpoeders te bepalen anderzijds vast te
stellen of het eindprodukt uitsluitend bestaat uit de bemonsterde
grondstoffen.

Voor de calibraties zijn uit ca. 250 ca. 100 monsters magere melk-
poeder zoete, zure en geneutraliseerde karnemelkpoeders alsook de
mengsels van deze geselecteerd op produktieproces, produktiedatum,
land van herkomst en samenstelling.

Hierdoor hebben de calibraties een "universeel" karakter gekregen.

Conclusie:

Gesteld mag worden dat NIR-spectroscopie met voldoende betrouwbaarheid
toegepast kan worden om - middels screening van de samenstelling - na
te gaan of het gedenatureerde eindprodukt alleen bestaat uit de be-
monsterde grondstoffen dan wel of ook nog andere grondstoffen zijn
toegevoegd.

Verantwoordelijk: ir H. Oortwijn *HO*

Medewerkers/Samenstellers: E.A.M. Boers, R. Frankhuizen *FB*

Projectleider: R. Frankhuizen *Y*

Inleiding:

In het kader van EEG-regeling 1725/79 wordt melkpoeder gedenatureerd met een bepaalde hoeveelheid gras- en/of luzernemeel (1). Het RIKILT controleert enerzijds of het denaturatiemiddel aan de gestelde eisen voldoet en of een - afhankelijk van de denaturatie formule - minimale hoeveelheid gras- en/of luzernemeel is toegevoegd aan de te denatureren melkpoeder. Anderzijds controleert het RIKILT of de gedenatureerde melkpoeders alleen bestaan uit de bemonsterde grondstoffen dan wel of ook andere grondstoffen zijn toegevoegd.

Dit onderzoek had ten doel na te gaan of bovengenoemde controle uitgevoerd kon worden met behulp van NIR-spectroscopie.

2. Materiaal en methoden

2.1 Materiaal

Voor de calibraties zijn monsters magere melkpoeder gebruikt uit 8 van de 10 EEG landen (zie figuur 1, verslag 82.91 dd. 1982-10-07) en monsters zoete, zure en geneutraliseerde karnemelkpoeders afkomstig uit de belangrijkste karnemelkpoeder producerende EEG-lidstaten. Ook zijn mengsels van magere melkpoeder en karnemelkpoeder in de calibratie opgenomen. Zowel met productieproces, produktiedatum als met de gehalten aan de verschillende componenten (inclusief het gras- en/of luzernemeelgehalte) is rekening gehouden waardoor de calibraties een "universeel" karakter hebben gekregen.

2.2 Methoden

De gehalten aan vocht werden bepaald volgens de FIL-IDF droogstoofmethode (2).

Eiwit (totaal stikstof x 6,38) werd bepaald volgens de Kjeldahl methode (3) met behulp van het kjeltec systeem (Tecator AB, Zweden). Zowel de lactosegehalten als de melkzuurgehalten werden enzymatisch bepaald met behulp van een Auto Analyzer systeem (4,5). De vetgehalten werden bepaald volgens de methode Röse-Gottlieb (vetextractie na alkalische ontsluiting) (6), en de asgehalten door middel van droge verassing bij 500°C (7).

De gras- en/of luzernemeelgehalten van de door ons bereide monsters zijn volgens schema door wegen ingesteld.

Alle monsters werden voor analyse intensief gehomogeniseerd. De bepalingen werden in duplo uitgevoerd en de gemiddelden van de gevonden waarden werden in de computer gebracht als een "As is" basis.

2.3 Apparatuur

De NIR apparatuur bestond uit een Technicon Infra Alyzer 400 (IA-400) met 19 filters, gekoppeld aan een Hewlett Packard 85 (32 K Bytes) programmeerbare calculator.

3. Resultaten en discussie

Gelet op de aard van het produkt (veelal een heterogene verdeling van het gras-/luzernemeel welke ook nog al eens verontreinigingen bevatten) zijn de resultaten verrassend goed te noemen.

Tabel 1 Calibratie gegevens van de Infra Alyzer betreffende gedenateerde melkpoeder

	Infra Alyzer-400					
	Vocht	Eiwit	Lactose	Melkzuur	Vet	As
N	100	92	73	58	49	112
R ²	0,97	0,98	0,96	0,99	0,99	0,86
S(v)	0,11	0,34	0,62	0,10	0,19	0,18
# filters	7	7	11	12	6	9
Laagste t-test	11,1	5,6	3,6	3,2	6,9	2,1
Hoogste t-test	61,7	25,4	12,3	16,4	19,0	13,9
Range	2,8-6,3	27,1-40,1	36,8-49,0	0,1-4,2	0,6-7,5	6,6-9,5

Zowel de multiple correlatiecoëfficiënten als de standaardafwijkingen van de verschillen zijn - gelet op de aard van het produkt - acceptabel (tabel 1 en bijlagen 1 t/m 6).

Het komt regelmatig voor dat de samenstelling van het gedenateerde produkt afwijkt van die van de grondstof.

Dit kan twee oorzaken hebben, te weten:

- Het gebruikte denaturatiemiddel veroorzaakt deze afwijking (dit kan zowel door de kwaliteit als door de kwantiteit).
- Het eindprodukt bestaat niet of niet alleen uit de grondstof + denaturatiemiddel.

Door de grondstof zelf te denatureren met het bijgeleverde denaturatiemiddel, met een percentage gras en/of luzernemeel welke met behulp van de calibratie voor de bepaling van het gras en/of luzernemeelgehalte is vastgesteld (zie verslag 83.66, dd. 1983-09-15) kan eenvoudig en snel vastgesteld worden of de afwijking veroorzaakt wordt door het denaturatiemiddel dan wel dat het eindprodukt niet of niet alleen bestaat uit de grondstof + denaturatiemiddel.

In bijlage 7 is de globale samenstelling van grasmael en luzernemeel vermeld als ook de invloed van het gras- en/of luzernemeel op de samenstelling van melkpoeders.

4. Conclusie

NIR spectroscopie kan met voldoende betrouwbaarheid toegepast worden voor het screenen van de samenstelling van monsters melkpoeder gedena-
tureerd met gras- en/of luzernemeel. De methode blijkt vooral bij het opsporen van toevoegingen aan het produkt - zoals bijvoorbeeld weipoeder - dan wel bij het gebruik van andere grondstoffen dan de bemonsterde, waardevol te zijn.

Referenties

1. Verordening (EEG) Nr. 1725/79 van de Commissie, 26 juli 1979, met betrekking tot de uitvoeringsbepalingen inzake de toekenning van steun voor tot mengvoeder verwerkte ondermelk en voor magere melkpoeder bestemd voor kalvervoeding. Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen, nr. L 199/1.
2. International Dairy Federation: Determination of the water content of dried milk, FIL-IDF 26:1964.
3. Determination of the protein content of milk by the Kjeldahl method. Reference method with HgO as catalyst NEN 3198, UDC:637.127.6 november 1961.
4. Technicon International Division, Lactose in milk- and wheypowders (enzymatic) industrial method AAI NL Sept. 1977.
5. Technicon International Division, D- and L-lactate in milk- and wheypowders (enzymatic) industrial method AAI NL Sept. 1977.
6. Gravimetric determination of the fat content of milk, cream, concentrated milks and milkpowder by the Röse-Gottlieb method. NEN 3197 UDC:637.127.6, november 1961.
7. International Dairy Federation: Determination the ash content of processed cheese products, FIL-IDF 27:1964.

Bijlage 1

Constituent: VOCHT(%)

Filter Selection

7 9 11 12 14 15 18

7 Regression Variables and
199 Records included

GED. MMP-KMP. VOCHT(%)

TAPE #42286

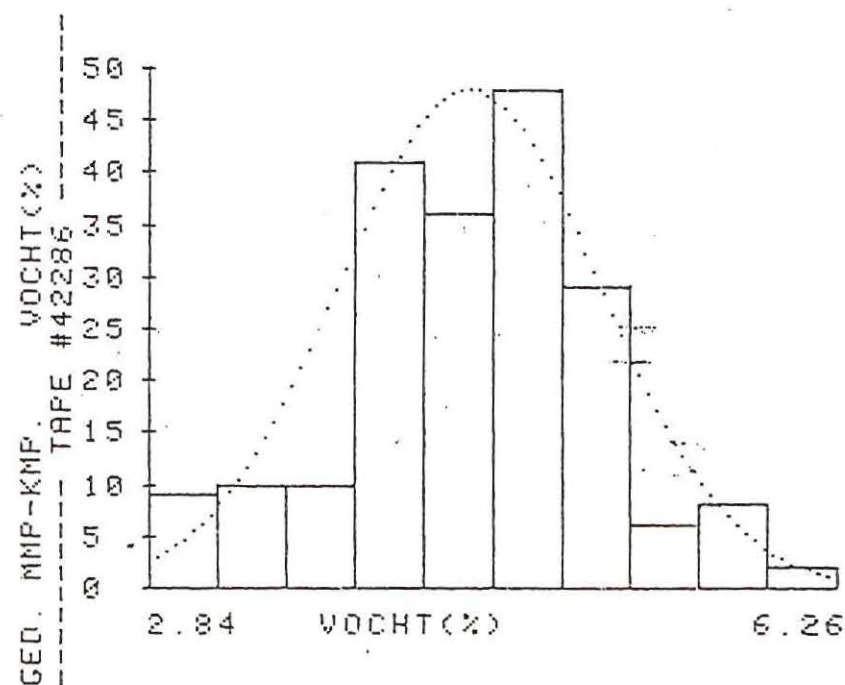
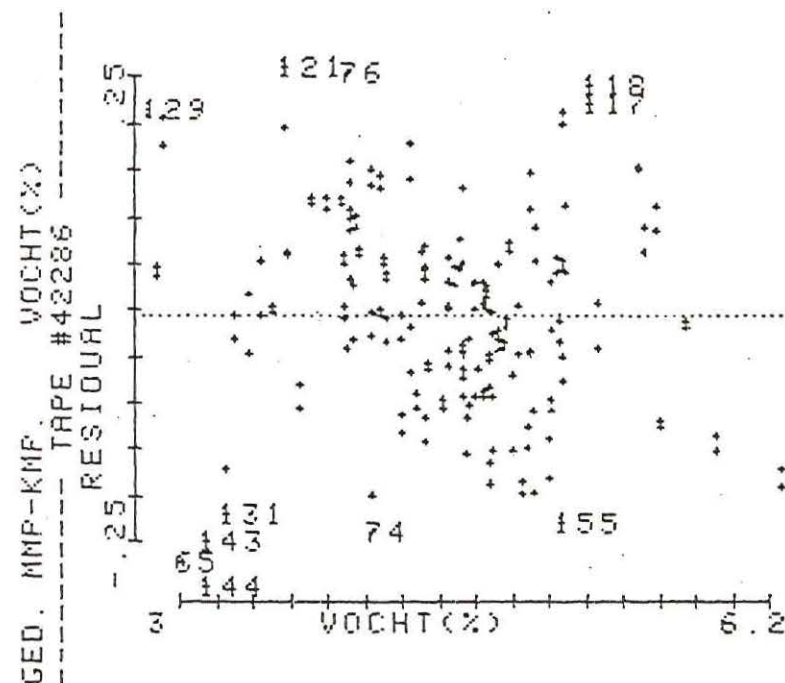
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	4.577	79.36
FILTER F07	-116.270	24.60
FILTER F09	189.500	18.03
FILTER F11	64.984	61.70
FILTER F12	236.500	13.66
FILTER F14	-118.450	16.45
FILTER F15	-493.960	12.64
FILTER F18	244.050	11.11

RESIDUAL STD. DEV. 0.1083

CORRELATION COEFF. 0.9863

REGRESSION F-RATIO 974.6641

INDEX SYSTEM ERROR 6.3540



Bijlage 2

Constituent: EIWIT(%)

Filter Selection

5 6 7 9 15 17 20

7 Regression Variables and
183 Records included

GED. MMP-KMP. EIWIT(%)
----- TAPE #42286 -----

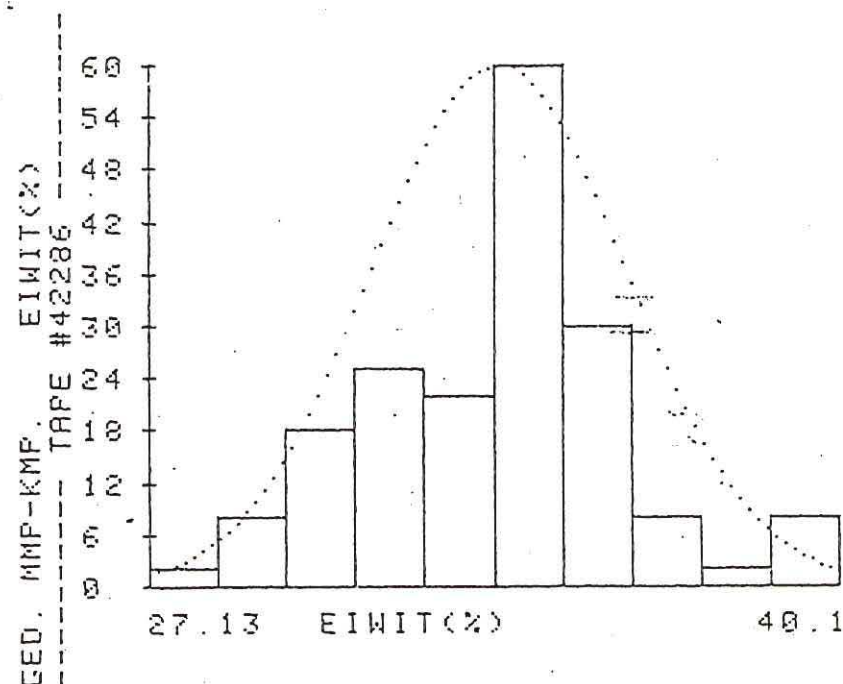
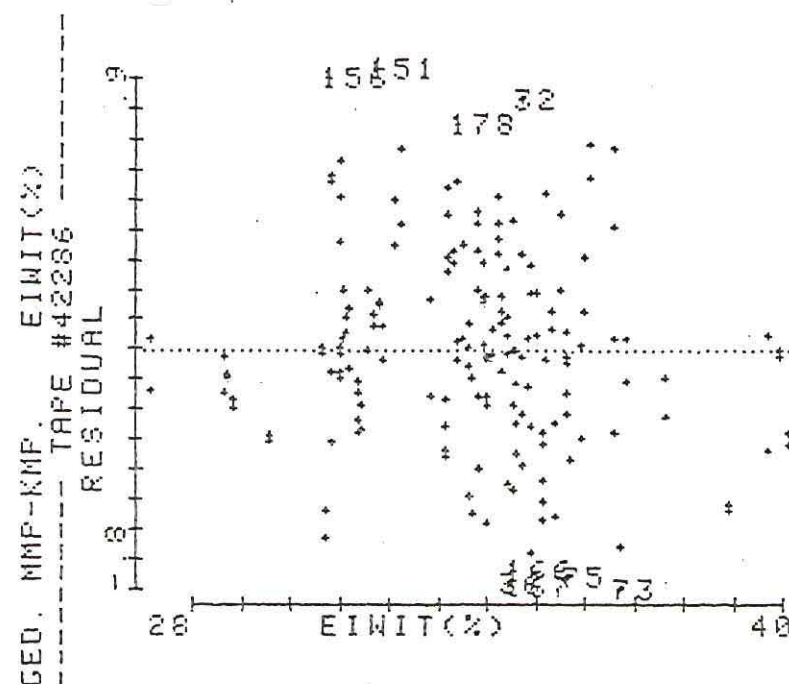
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	34.886	169.13
FILTER F05	-87.832	5.98
FILTER F06	-366.140	7.65
FILTER F07	881.360	19.90
FILTER F09	-335.130	25.40
FILTER F15	-954.580	10.56
FILTER F17	664.680	9.47
FILTER F20	169.990	5.61

RESIDUAL STD. DEV. 0.3437

CORRELATION COEFF. 0.9897

REGRESSION F-RATIO 1194.4603

INDEX SYSTEM ERROR -27.6520



Bijlage 3

Constituent: LACTOSE(%)

Filter Selection

2 4 6 7 9 10 13 15
16 18 20

11 Regression Variables and
145 Records included

GED. MMP-KMP. LACTOSE(%)

----- TAPE #42286 -----

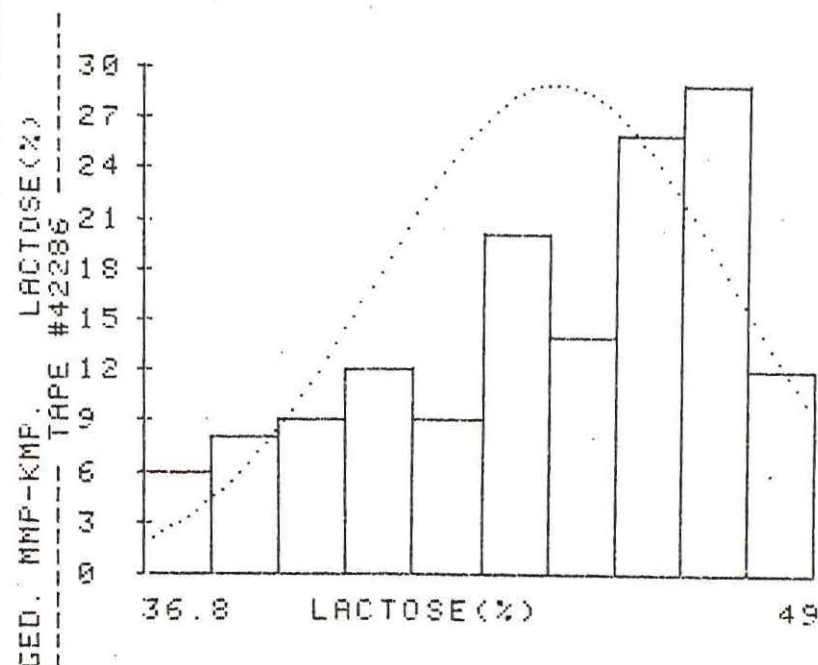
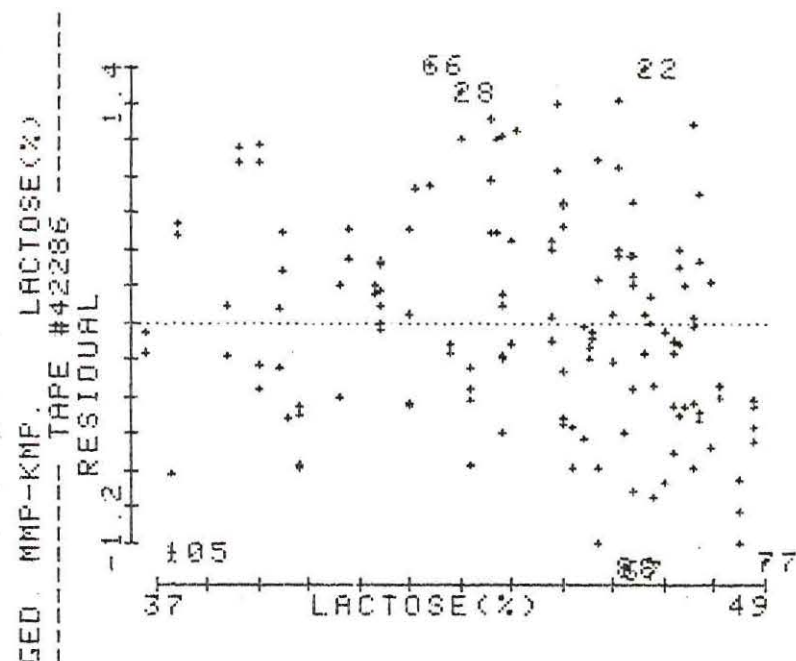
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	45.804	70.76
FILTER F02	265.440	3.93
FILTER F04	-455.240	10.48
FILTER F06	-840.110	7.09
FILTER F07	1204.500	5.32
FILTER F09	627.030	12.26
FILTER F10	-877.290	4.93
FILTER F13	-3074.800	8.47
FILTER F15	5632.300	11.76
FILTER F16	-27.133	3.59
FILTER F18	-2123.200	10.03
FILTER F20	-374.520	4.31

RESIDUAL STD. DEV. 0.6210

CORRELATION COEFF. 0.9809

REGRESSION F-RATIO 307.5774

INDEX SYSTEM ERROR -43.0230



Bijlage 4

Constituent: MELKZUUR(%)

Filter Selection

2 3 4 6 8 10 11 13
15 17 19 20

GED MMP-KMP. MELKZUUR(%)

----- TAPE #42286 -----

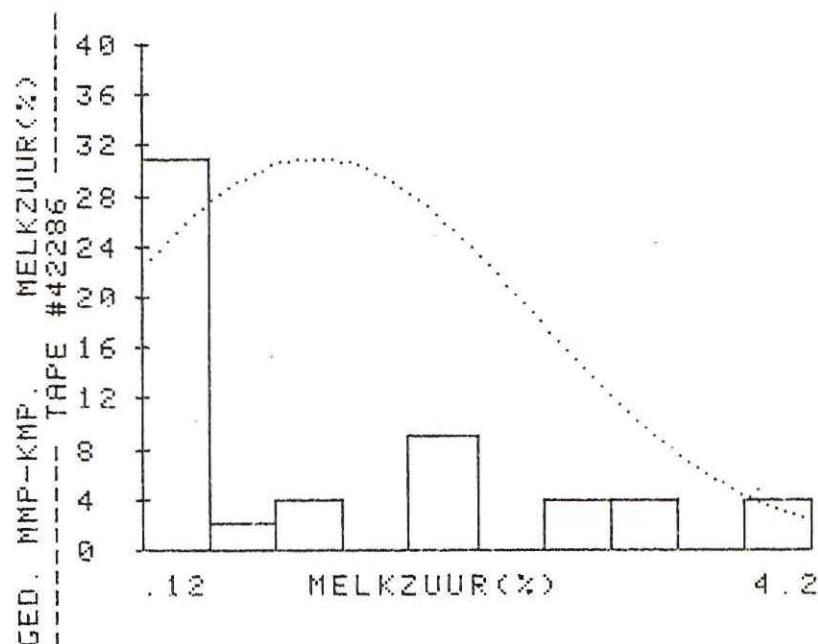
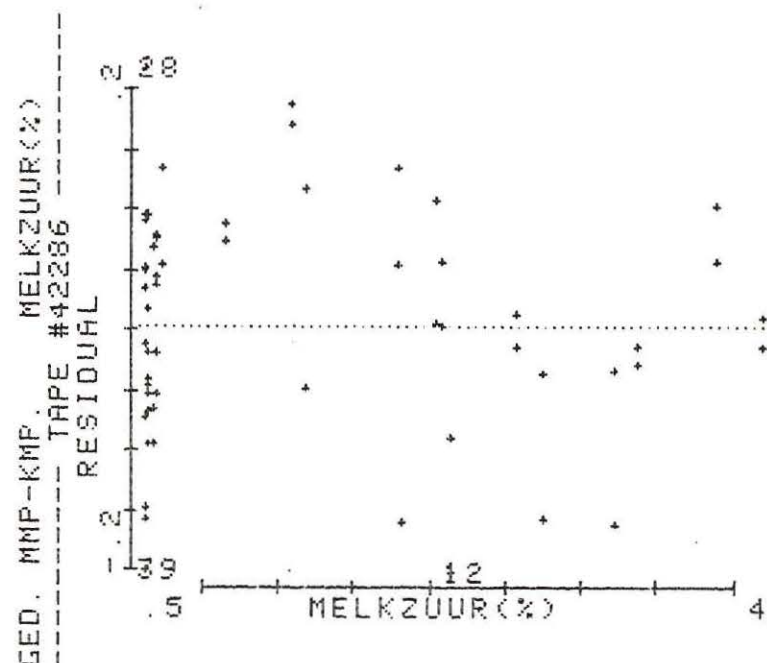
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	0.068	0.16
FILTER F02	389.870	5.38
FILTER F03	-814.460	10.78
FILTER F04	537.710	16.44
FILTER F06	-194.520	5.61
FILTER F08	1031.600	4.13
FILTER F10	-978.490	4.25
FILTER F11	37.272	7.35
FILTER F13	-1162.500	5.54
FILTER F15	1745.500	6.84
FILTER F17	-893.790	7.48
FILTER F19	-30.489	3.19
FILTER F20	322.930	5.05

RESIDUAL STD. DEV. 0.0963

CORRELATION COEFF. 0.9973

REGRESSION F-RATIO 700.3618

INDEX SYSTEM ERROR -9.3670



Bijlage 5

Constituent: VET (%)('R-G')

Filter Selection

2 3 4 17 18 19

6 Regression Variables and
98 Records included

Ged.MMP/KMP VET VET (%)('R-G')
----- TAPE #42286 -----

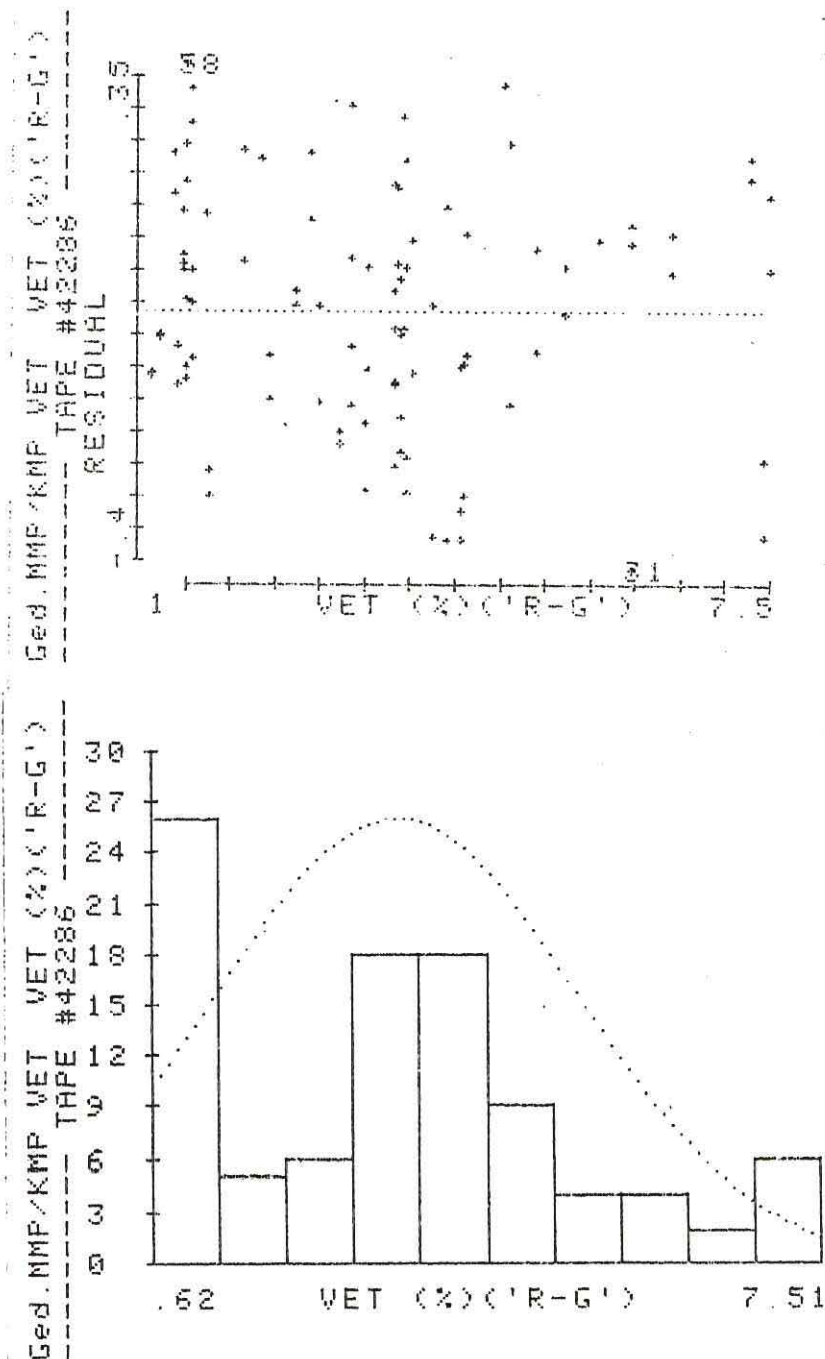
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	2.075	9.48
FILTER F02	-667.430	18.87
FILTER F03	280.610	8.80
FILTER F04	421.470	11.82
FILTER F17	-1303.200	19.03
FILTER F18	1186.200	16.50
FILTER F19	81.966	6.88

RESIDUAL STD. DEV. 0.1864

CORRELATION COEFF. 0.9849

REGRESSION F-RATIO 1469.5624

INDEX SYSTEM ERROR -0.3840



Bijlage 6

Constituent: AS(%)

Filter Selection

3 4 5 7 12 13 14 18
20

9 Regression Variables and
223 Records included

GED. MMP-KMF. AS(%)
----- TAPE #42286 -----

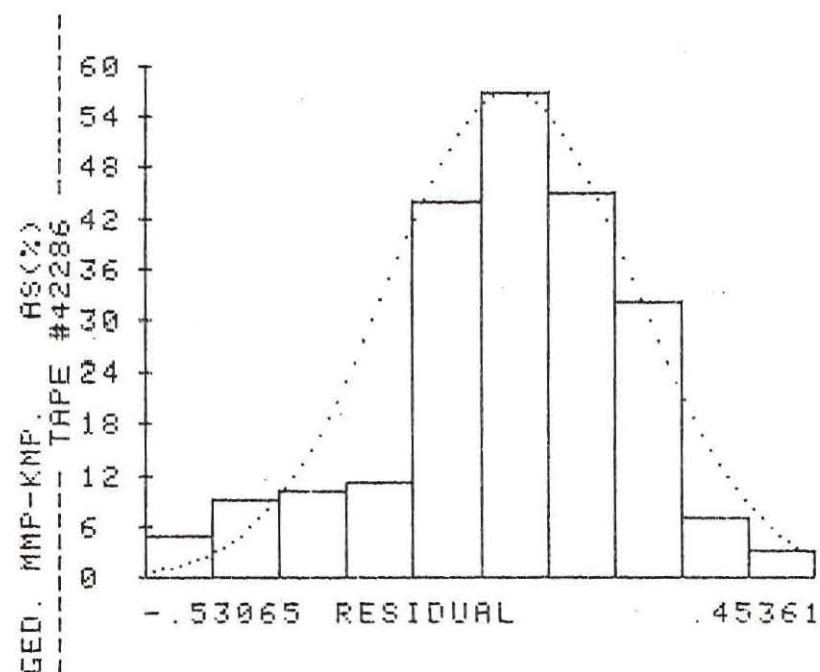
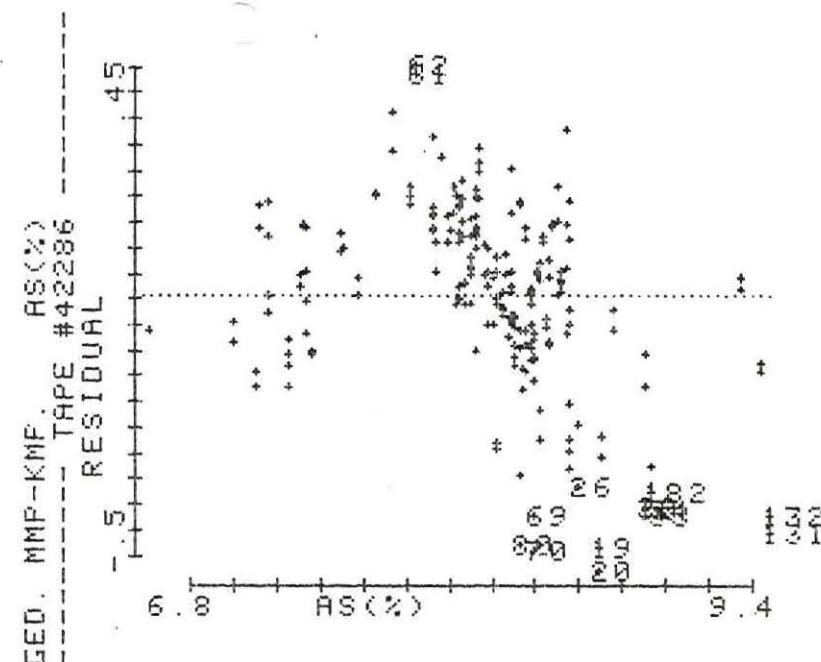
COEFFICIENT	VALUE	T-TEST
BIAS F00	8.690	46.05
FILTER F03	-239.260	13.87
FILTER F04	111.480	7.32
FILTER F05	216.900	9.30
FILTER F07	-99.134	7.45
FILTER F12	-303.310	4.21
FILTER F13	520.750	5.95
FILTER F14	-19.681	4.90
FILTER F18	-140.610	9.39
FILTER F20	-43.465	2.05

RESIDUAL STD. DEV. 0.1798

CORRELATION COEFF. 0.9299

REGRESSION F-RATIO 151.1676

INDEX SYSTEM ERROR 3.6700



Bijlage 7 Globale samenstelling van gras- en luzernemeel.

Tabel 1. Globale samenstelling van grasmael.

bestanddeel	gemiddeld	uiterste waarden
	%	%
Vocht	10,4	7,0 - 13,0
As	10,6	7,3 - 12,9
Ruw eiwit	15,9	8,0 - 21,3
Vet	4,0	2,9 - 4,3
Ruwe celstof	21,7	13,8 - 30,8
Overige koolhy-	36,8	35,4 - 39,4
draten		

Tabel 2. Globale samenstelling van luzernemeel.

bestanddeel	gemiddeld	uiterste waarden
	%	%
Vocht	10,3	5,2 - 13,0
As	10,7	8,2 - 15,0
Ruw eiwit	17,7	10,1 - 22,9
Vet	2,5	1,0 - 3,3
Ruwe celstof	23,5	15,3 - 35,9
Overige koolhy-	36,2	34,1 - 37,1
draten		

Invloed van het gras/luzernemeel op de samenstelling van melkpoeders:

Water toename van 0 à 1%

Melkzuur afname van 0 à 0,5%

Lactose afname van 1 à 3%

Vet toename van 0 à 0,1%

Eiwit afname van 0,1 à 1,0%

As toename van 0 à 0,5%