

Afdeling Algemene Chemie

RAPPORT 86.68

Pr.nr. 505.6050

Onderwerp: Verslag van het Technicon Nabij
Infrarood Reflectie Spectroscopie
(NIRS) Symposium.
15 april 1986 - Scheveningen.

Projekt: Ontwikkeling methoden van onderzoek voor voedings- en voeder-
middelen met behulp van NIRA.

Bijlagen: 1. Programma NIRS-Symposium
2. RIKILT-voordracht.

R. Frankhuizen en N.G. van der Veen 1986-07-01

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, directie Algemene Zaken, DLO,
Algemene Chemie (3x), sektormappen, De Ruig, Oortwijn.

Afdeling Algemene Chemie

RAPPORT 86.68

Pr.nr. 505.6050

Onderwerp: Verslag van het Technicon Nabij
Infrarood Reflectie Spectroscopie
(NIRS) Symposium.
15 april 1986 - Scheveningen.

Projekt: Ontwikkeling methoden van onderzoek voor voedings- en voeder-
middelen met behulp van NIRA.

Bijlagen: 1. Programma NIRS-Symposium
2. RIKILT-voordracht.

R. Frankhuizen en N.G. van der Veen 1986-07-01

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, directie Algemene Zaken, DLO,
Algemene Chemie (3x), sektormappen, De Ruig, Oortwijn.

1. Inleiding

Technicon Instruments organiseert vanaf de introductie van de nabij-infrarood reflectie spectroscopie (NIRS) regelmatig symposia. Op deze symposia worden door eigen en andere experts en gebruikers van NIRS-apparatuur voordrachten gepresenteerd met betrekking tot de ontwikkeling en toepassing van NIRS bij de produktieverwerking en kwaliteitscontrole van diverse grondstoffen en eindprodukten van onder andere de voeder- en voedingsmiddelenindustrie.

Aan dit nationale NIRS-symposium werd door ca. 350 personen, hoofdzakelijk afkomstig uit Nederland, deelgenomen. 10 deelnemers afkomstig uit zowel het bedrijfsleven als de overheidsinstituten verzorgden een lezing. Deze lezingen werden gehouden in de grote zaal van het Kurhaus te Scheveningen.

Voor het programma van het symposium wordt verwezen naar bijlage 1. Aansluitend op het symposium werden vanaf 16.00 uur enkele demonstraties verzorgd van nieuwe ontwikkelingen op het gebied van hard- en software.

Deelname vond plaats op uitnodiging van Technicon Instruments BV Nederland.

De bijdrage van het RIKILT bestond uit het verzorgen van een lezing, getiteld: "De mogelijkheden van NIR-Spektroscopie voor onderzoek van voedings- en voedermiddelen" (zie bijlage 2).

Samenvatting lezingen:

De voorzitter ing. I. van Heusden, directeur Technicon Nederland, schetste in zijn openingswoord de - ook voor Technicon - verrassend snelle groei van NIRS-apparatuur in Nederland. Circa 160 Technicon apparaten zijn inmiddels in Nederland geplaatst, waarmee Technicon ruim 90% van het totaal aantal geplaatste apparaten in Nederland voor zijn rekening neemt. Een snelle groei van het gebruik van NIRS-apparatuur vindt thans plaats in de chemische- en de farmaceutische industrie.

De heer Van Heusden haalde - voor hij het symposium voor geopend verklaarde - nog aan dat, hoewel alle gebruikers het eens zijn omtrent de besparingen die behaald worden door het gebruik van NIRS, geen van de onderzoekers dit eens uitgewerkt had. Voor een deel kwam het RIKILT hieraan tegemoet in een 's-middags te houden voordracht.

De eerste spreker, drs H. van Lonkhuyzen (IGMB), belichtte het gebruik van NIRS bij de karakterisering van de bakkwaliteiten van tarwe. Hiervoor is het broodvolume een selectie criterium. Via veredeling wordt getracht de bakkwaliteit van tarwe te verbeteren. Vanaf kruisingsexperimenten tot het aanmelden van een nieuw ras zijn ca. 11 jaar gemoed. Vele experimenten lopen dan ook parallel aan elkaar. Hierbij worden slechts geringe hoeveelheden tarwe verkregen, waarvan kleine broden, de vorm hebbend van gangbaar brood, worden gebakken en het broodvolume wordt bepaald. Nagegaan is of uit NIR-spectra van meel bakkwaliteiten zijn af te leiden. NIR-analyse bleek voldoende geschikt om tarwesorten voor kwekersdoeleinden te rangschikken naar bakkwaliteit. Voordeel van deze methode zijn het niet destructieve karakter en de geringe hoeveelheid benodigd monstermateriaal. De bepaling van vocht en eiwit met NIRS gaat erg goed.

Ir A. Waayenberg (Schouten Giessen B.V.) sprak over de "Toepassing van de Infra-Alyzer voor diervoedergrondstoffen". De lezing ging grotendeels over de structuur van zijn bedrijf en maar zijdelings over het gebruik van NIRS. Grondstoffen konden goed, maar mengvoeders moeilijker op samenstelling gescreend worden met NIRS. Wetenschappelijk was deze lezing niet van belang.

De heer Th. van Kilsdonk lichtte het gebruik van NIRS toe bij de Haas Chocoladefabrieken. NIRS wordt hier al enige jaren met veel succes toegepast in de kwaliteitscontrole en de verwerkbaarheid van met name grondstoffen. Van belang bij de bereiding is met name de verandering van de eiwit/lactoseverhouding van melkpoeder door de jaargetijden heen.

De heer A. Boon en de heer W.G. Verschoor spraken beiden over NIRS als hulpmiddel bij de procesbewaking en -sturing in de zuivelindustrie. De heer Boon werkt met een Milcoscan en een IA-400. Hij meldde dat gelecithineerde en geagglomereerde poeders nog problemen geven met NIRS. De heer Verschoor heeft de beschikking over vier IA-400. Hij toonde aan dat met behulp van het auto-controle-programma niet alleen een constanter eindproduct verkregen wordt maar ook een verantwoorde "Statistische Qualiteits Controle (SQC)" wordt uitgevoerd.

De heer Diepenhorst liet zien dat NIRS ook voor controle van fungiciden op hoofdbestanddelen goed in te zetten is. Met name ging het om de waterbepaling, waarvoor 8 filters nodig waren. Gehalten tot 1,5% kwamen voor.

De heer Franssen van Meester Wijhe BV behandelde, na een (te) lange reclame-achtige inleiding omtrent de organisatie van zijn bedrijf en de verschillende produkten die geproduceerd worden (omzet 15×10^6 kg/jaar), onder andere de monstervoorbereiding. Met name de analyse van afvalprodukten als zwoerd en vet levert problemen op door de inhomogeniteit van deze produkten. Ook de bepaling van de samenstelling van hele hammen geeft problemen. Het eerst genoemde probleem is onder-
vangen door van deze produkten het vetgehalte te meten via röntgenstraling. Hoewel niet erg nauwkeurig, geeft dit een redelijk werkbaar resultaat. Laatstgenoemd probleem is opgelost door op een vaste plek in de ham een klein stukje vlees te verwijderen en hiervan de samenstelling met behulp van NIRS te meten. Door goed gestandaardiseerd te werken zijn de resultaten bevredigend.

Zeer goede resultaten worden geboekt bij de controle van eindprodukten als rook- en leverworst etc. op vocht, vet en eiwit.

Het verhaal van de heer Lezenne Coulander (KvW, Den Haag) vertoonde veel overeenkomst met de ervaringen en het gebruik van NIRS op het RIKILT. Met NIRS wordt gescreend op overschrijding van de Warenwet-eisen. Daartoe is de grens voor meting met NIR aangescherpt, dat wil zeggen, als de WW-eis b.v. 35% is, dan worden met NIRS gevonden resultaten vanaf 34% met referentiemethoden bevestigd.

Bij de controle van gehakt met NIRS behoeft 90% van de monsters geen verder onderzoek. Bij de controle van halfvolle en volle melk bleek de methode niet nauwkeurig genoeg. In feite wordt dit veroorzaakt doordat de zuivelfabrikanten het vetgehalte in melk zeer nauwkeurig kunnen instellen waardoor na screening met NIRS ca. 90% van de monsters voor heronderzoek in aanmerking komt. Uiteraard geen zinvolle zaak.

Bruikbare resultaten zijn verkregen voor de bepaling van het alcoholgehalte in alcoholische dranken. Bij de Keuringsdiensten wordt een grote variatie aan produkten en relatief kleine monsteraantallen per produkt onderzocht. Ondanks deze bezwaren zijn al vijf Keuringsdiensten uitgerust met NIRS-apparatuur.

De RIKILT-lezing behandelde naast zaken als welke produkten voor NIRS-analyse in aanmerking komen en welke componenten met welke nauwkeurigheid hierin te bepalen zijn, de besparing aan mankracht en chemicaliën gebruik door het inzetten van NIRS op een middelgroot controlelaboratorium.

Een vergelijking tussen de NIRS-techniek en het gebruik van klassieke methoden toont aan dat de investering van NIRS-apparatuur binnen een paar jaar is terugverdiend (zie bijlage 2).

De heer Y. Mulard (NIRS Manager Technicon International Division) ging tot slot in op de laatste ontwikkelingen in NIRS.

Deze liggen hoofdzakelijk op het gebied van software. Het Product Identification Discriminant Analysis Software Programma is een programma waarmee enerzijds verschillende produkten van elkaar onderscheiden kunnen worden en anderzijds nagegaan kan worden of individuele monsters terecht met een bepaalde ijklijn berekend zijn.

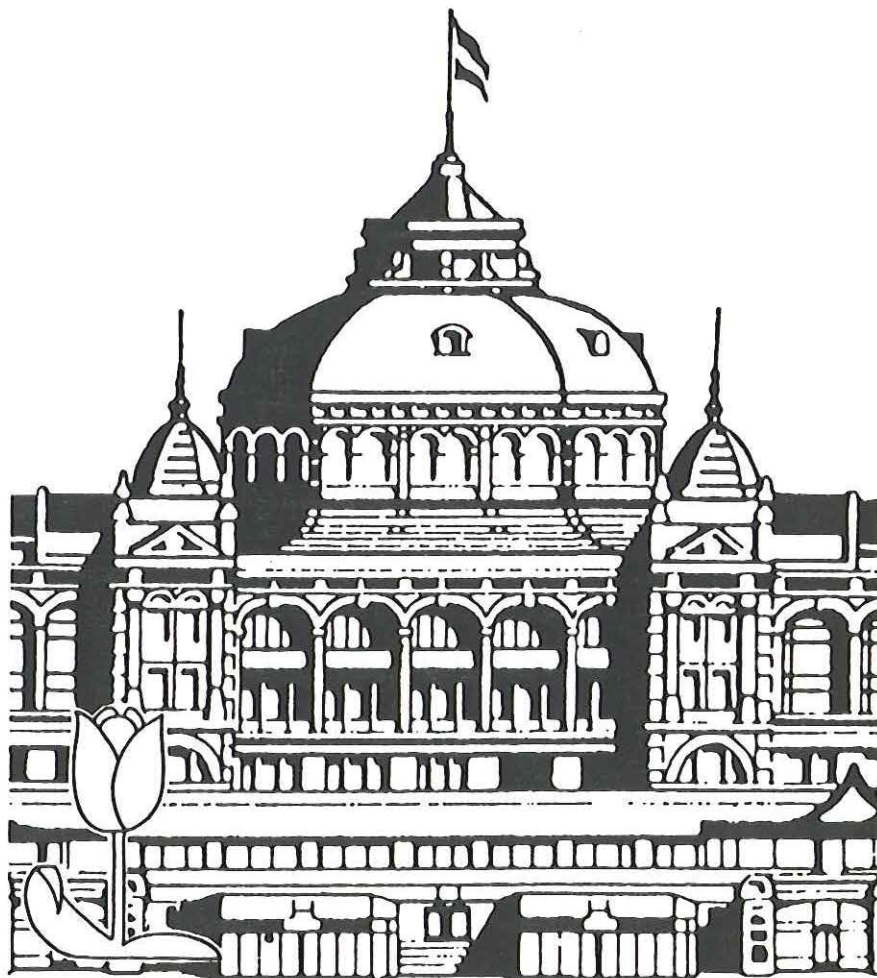
Picks is een programma waarmee het aantal monsters van de calibratieset sterk gereduceerd kan worden. Tevens werd Infra Net geïntroduceerd. Dit is een netwerk waarbij verschillende Infra Alyzers (verspreid over grote afstand) met elkaar verbonden worden en aangesloten worden op één centrale-computer. Het grote voordeel van dit systeem is dat centraal alle controles uitgevoerd kunnen worden en dat decentraal niet meer gelet hoeft te worden op de keuze van de ijklijn waarmee een monster uitgerekend moet worden. Dit gebeurt in de centraal geplaatste computer. Als laatste kan vermeld worden dat naast de HP-minicomputers nu ook standaard gebruik gemaakt kan worden van IBM-computers, waardoor de diversiteit in het gebruik van met name statistische programma's sterk is toegenomen.

Samenvatting

Samenvattend kan gesteld worden dat het symposium, ondanks het feit dat enkele lezingen wetenschappelijk van weinig belang waren, heel wat praktische informatie heeft opgeleverd.

Omdat het in Nederland ontbreekt aan een coördinerende en/of begeleidende commissie/werkgroep op het gebied van NIRS, moet gesteld worden dat een bijeenkomst als deze, gebruikers in staat stelt op een informele manier ervaringen en mogelijkheden betreffende toepassing van NIRS uit te wisselen en daardoor een bijdrage levert aan een meer algemene acceptatie van NIRS als snelle analysetechniek voor onder andere voedings- en voedermiddelen.

PROGRAMMA
TECHNICON NIRS SYMPOSIUM



15 APRIL 1986 - SCHEVENINGEN

10.00 uur Opening
Ing. J. van Heusden, Directeur Technicon Nederland

10.10-10.30 uur Drs. H. van Lonkhuyzen,
Instituut voor Graan, Meel en Brood
"Karakterisering van de bakkwaliteiten van tarwe
met behulp van NIRS"

10.30-10.50 uur Ir. A. Waayenberg,
Schouten Giessen B.V.
"Toepassing van de InfraAlyzer voor diervoedergrondstoffen"

10.50-11.10 uur Dhr. Th. van Kilsdonk,
Mars Chocoladefabrieken B.V.
"De analyse van chocolade en de monstervoorbehandeling"

11.10-11.40 uur Pauze

11.40-12.00 uur Dhr. A. Boom,
Fa. Van Heel
"NIRS techniek als procesbewaking en sturing
bij melkpoederproductie"

12.00-12.20 uur Dhr. W.G. Verschoor,
Nestlé Regionaal Laboratorium
"Het autokontrolprogramma toegepast in de zuivelindustrie"

12.20-13.50 uur Lunch

13.50-14.10 uur Dhr. P.C. Diepenhorst,
Pennwalt Holland B.V.
"Het gebruik van NIRS bij de produktie van fungiciden"

14.10-14.30 uur Dhr. H.M. Franssen,
Meester Wijhe, B.V.
"Ervaringen met de InfraAlyzer bij de produktie van vleeswaren"

14.30-14.50 uur Dhr. P.A. de Lezenne Coulander,
Rijkskeuringsdienst van Waren, Den Haag
"Het gebruik van NIRS bij levensmiddelenkontrolle"

14.50-15.20 uur Pauze

15.20-15.40 uur Dhr. R. Frankhuizen,
Rijkskwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)
"De mogelijkheden van NIR-Spektroskopie voor onderzoek van
voedings- en voedermiddelen"

15.40-16.00 uur Y. Mulard
Nirs Product Manager,
Technicon International Division
"De nieuwste en toekomstige ontwikkelingen in NIRS"
(Deze lezing wordt in het Engels gegeven)

16.00- uur Demonstraties + enkele "kleine geneugten"

± 18.00 uur Einde Symposium

Belangrijke taken van het RIKILT zijn het ontwikkelen en verbeteren van onderzoeksmethoden voor het bepalen van relevant geachte kwaliteitskenmerken van voedings- en voedermiddelen. Daarnaast worden grote aantallen monsters onderzocht op gehalten aan samenstellende bestanddelen. In dat kader bestaat de behoefte om met een minimum aan monstervoorbereiding snel en nauwkeurig de samenstelling van produkten of met name hoofdcomponenten te kunnen analyseren.

Door de komst van een nabij-infrarood reflectie instrument in 1980 werd hierin op het RIKILT voorzien.

Door monsters aan te stralen met nabij-infraroodstraling en gebruik te maken van de informatie die de diffuus gereflecteerde straling bevat worden thans met succes vele monsters gescreend op componenten met gehalten vanaf ca. 1%. Per monster is hiervoor slechts ca. 1 minuut nodig, terwijl monstervoorbereiding vrijwel overbodig is geworden.

Er zal een vergelijking gemaakt worden tussen onderzoek met NIRS en chemische methoden o.a. voor wat betreft de analysetijd en chemicaliegebruik.

Insgeaan zal worden op de soorten produkten en componenten die voor NIR- ()ting in aanmerking komen. Tenslotte zullen aspecten als grootte van de calibratieset, niveaucontrole en nauwkeurigheid van de methode aan de orde komen.

1 INLEIDING

Vanaf het begin van de zestiger jaren werd de behoefte aan snellere informatie omtrent de samenstellingen van grondstoffen en eindprodukten, afkomstig van de agrarische sector, steeds groter, omdat met deze informatie een betere kwaliteitsbeheersing en een optimale besturing van productieprocessen kan worden gerealiseerd. Automatisering van analysemethoden werd ter hand genomen.

Thans werken chromatografen automatisch. Ook auto-analyzers worden veelvuldig ingezet voor seriematig onderzoek. Al deze apparaten moeten echter de te meten component(en) in oplossing aangeboden krijgen en daarvoor is vaak een arbeidsintensieve monstervoorbewerking nodig. Dit is niet nodig indien monsters worden aangestraald met nabij-infraroodstraling en gebruik gemaakt wordt van de diffuus gereflecteerde straling. Deze straling bevat informatie omtrent de structuur en de aard van de aanwezige componenten terwijl de intensiteit hiervan gerelateerd is aan de kwantitatieve samenstelling van een produkt.

Vanaf 1980, nadat de microprocessortechniek voldoende ontwikkeld was, vond de NIRS-techniek in Nederland haar weg naar bedrijfslaboratoria en onderzoeksinstituten. Ook het RIKILT schafte in dat jaar een NIRS-instrument aan, te weten een Infra Alyzer-400 (IA-400). Dit is een instrument, uitgerust met 19 filters (golflengten) en een HP-85 programmeerbare calculator.

Begin 1984 werd een IA-500 aangeschaft, een instrument uitgerust met een monochromator gekoppeld aan een HP-1000 minicomputer. Met beide instrumenten onderzoekt het RIKILT melk- en zuivelprodukten, vlees en veevoeders en andere land en tuinbouwprodukten of samenstelling. De analyse hiervan duurt ca. 1 minuut per monster. Dit onderzoek vindt plaats om te komen tot snellere en goedkopere analyse methoden in het kader van directe overheidscontrole op basis van verordeningen, waarin criteria voor kwaliteitseisen zijn gesteld. Ook wordt nagesaan in hoeverre fysische parameters, zoals de meligheid van erwten, de vezeligheid van asperges, bepaald kunnen worden. Het is mede daarom dat een researchapparaat als de IA-500 werd aangeschaft.

2 ANALYSETIJD EN CHEMICALIENGEBRUIK NIRS VERSUS CHEMISCHE ANALYSEMETHODEN

Een van de redenen van het succes van NIRS is de snelheid van analyseren zonder gebruik van chemicalien. Uiteraard een onderwerp dat door alle NIRS fabrikanten gebruikt wordt in hun streven de markt te veroveren. Maar kloppen deze beweringen ook? En wat betekenen zij in de praktijk? Daar het RIKILT al een 5-tal jaren ervaring heeft met NIRS kunnen wij dit aan de praktijk toetsen. Als voorbeeld hiervoor nemen we het eiwit onderzoek van melkpoeders. Dit omdat melkpoeders (in vrij grote aantallen) al sinds 1981 m.b.v NIRS of het RIKILT gescreend worden op samenstelling. We hebben op een rijtje gezet wat de bepaling van eiwit in melkpoeder in de periode 1981 t/m 1985 gekost zou hebben aan mankracht en chemicaliengebruik indien we de analyses m.b.v de klassieke Kjeldahl stikstofbepaling uitgevoerd zouden hebben. In schema 1 is het chemicalien gebruik en de tijdsduur in minuten per Kjeldahl analyse weergegeven.

Schema 1: arbeidsduur en chemicaliengebruik per eiwitbepaling in melkpoeder (methode macro Kjeldahl).

| tijdsduur | chemicaliengebruik |
|------------|--|
| 15 minuten | 0.7gr kwikoxide/kaliumsulfaat 30 ml zwavelzuur 96% 110ml natronloos 38% 50 ml boorzuur 4 % 20 ml zoutzuur 0.1N |

Op het eerste gezicht zijn dit seen grote getallen.

In de periode 1981 t/m 1985 zijn m.b.v NIRS of het RIKILT ca. 40.000 monsters o.a op eiwit gehalteonderzocht. Wat dit aan mandagen en chemicaliengebruik had gekost indien we deze component met behulp van de macro Kjeldahl methode hadden bepaald is weergegeven in schema 2.

Schema 2: arbeidsduur en chemicaliengebruik voor 40.000 eiwitbepalingen in melkpoeder m.b.v de macro Kjeldahlmethode.

| tijdsduur | chemicaliengebruik |
|---------------|---|
| 1250 mandagen | 533 potten kwikoxide/kaliumsulfaat 1200 l zwavelzuur 1672 ks natronloos 80 ks boorzuur 3 l zoutzuur |

Indien we rekening houden met het feit dat i.v.m niveaucontrole en i.v.m bevestiging van niet aan de norm voldoen van analyseresultaten 10% van alle NIRS-analyses herhaald zijn met de Kjeldahl-methode komen we tot de volgende vergelijking:

Schema 3: Kostenvergelijking NIRS versus Kjeldahl voor 40.000 eiwit analyses

| NIRS | KJELDAHL |
|---|-----------------------------|
| mandagen: 168 | mandagen: 1250 |
| chemicaliengebruik: nihil | chemicaliengebruik: f28.000 |
| verschil: 1082 mandagen | chemicaliengebruik: f28.000 |
| 1082 mandagen = ca. 4 manjaar = ca.f160.000 | |
| f160.000 + f28.000 = f188.000 | |

Het verschil is nu indrukwekkend.

Uitgedrukt in geld kan gesteld worden dat de aanschaffkosten van de IA-400 met microcomputer te weten f90.000 in 2,5 jaar tijd terugverdiend is alleen al door de eiwitbepaling van melkpoeders met dit instrument uit te voeren. Eerlijkheidshalve dient vermeld te worden dat dit verschil ongeveer 2 maal zo klein wordt indien de micro Kjeldahl m.b.v. Kjeltec apparatuur uitgevoerd wordt. Aan de andere kant is eiwit maar een van de 5 componenten die wij met NIRS in melkpoeder analyseren. Daar waar het gaat om bepalingen als lactose, vet en melkzuur kunnen we een vergelijkbaar rekensommetje maken als voor de bepaling van eiwit. De 'winst' uitgedrukt in tijdsduur en chemicaliën gebruik over de periode '81 t/m '85 kunnen we voor dit 'ene' produkt dan stellen op ca. 10 manjaren en f60.000 aan chemicaliën gebruik. Deze 'winst' wordt natuurlijk groter indien meerderen produkten of samenstellingen geanalyseerd worden met hetzelfde instrument. Niet in de berekening opgenomen zijn de bezuinigingen op aanschaf en spoelen van glaswerk, afvoer van biologisch gevaarlijke stoffen, terwijl er tevens een reductie optreedt van de water- en luchtverontreiniging veroorzaakt door de klassieke bepalingmethoden.

Conclusie 1 : de belofte van NIRS-fabrikanten dat analyses met NIRS snel, eenvoudig met nauwelijks of geen monstervoorbehandeling en zonder gebruik van chemicaliën uitgevoerd kunnen worden, wordt in de praktijk volledig bevestigd.

3 MOGELIJKHEDEN VAN NIRS-ONDERZOEK

Bij de komst van de IA-400 op het RIKILT werd gestart met een oriënterend onderzoek naar de mogelijkheden om met behulp van NIRS de samenstelling van magere melkpoeders vast te stellen. Hieruit bleek dat de betrouwbaarheid van de analyseresultaten grotendeels afhangt van de opbouw en de grootte van de calibratieset, alsmede van de nauwkeurigheid van de gehalten, bepaald volgens referentiemethoden. Ook produktiedatum (seizoensinvloeden) en herkomst beïnvloeden de resultaten. Uiteindelijk lukte het een 'universeel' calibratie te berekenen die met voldoende betrouwbaarheid kan worden toegepast voor het screenen van monsters magere melkpoeder of vocht, vet, eiwit, lactose en as. Met succes wordt thans o.a. karnemelkpoeder gescreend op genoemde componenten en op melkzuur, kaas en gehakt of vocht, vet en eiwit, veevoeders of ruwe celstof en toast of vocht en vet, aardappelen of vocht etc.

Met opzet is gesproken over screenen met NIRS, vanwege het feit dat produkten veelal worden onderzocht op basis van geldende regelgevingen met daaraan gekoppelde sancties (zoals boetes) bij afwijkingen. Volgt uit NIRS onderzoek dat een monster niet aan de gestelde eisen voldoet, dan vindt heronderzoek plaats met (inter)nationaal aanvaarde referentiemethoden.

Evenwel m.b.v. van een vloeistofmeetcel al dan niet uitgerust met een homogenisator vloeibare produkten als melk, olie, (alcoholhoudende)dranken etc. goed met behulp van NIRS op hoofdcomponenten geanalyseerd kunnen worden, list de kracht van NIRS volgens ons toch bij het analyseren van vaste produkten. Immers juist deze produkten dienen voor de klassieke bepalingmethoden een vaak arbeidsintensieve monstervoorbereiding te ondergaan. Dit is niet of nauwelijks nodig bij het gebruik van NIRS. Los daarvan moet gesteld worden dat water niet de meest ideale component is voor NIRS-metingen. In grote hoeveelheden aanwezig, is de absorptie dermate groot dat enerzijds de lineariteit van de ijklijn verloren kan gaan terwijl anderzijds de absorptie door water de absorptie van andere componenten geheel dan wel gedeeltelijk overstemt, waardoor deze componenten niet of met een minder grote nauwkeurigheid bepaald kunnen worden. Dit speelt met name een rol bij produkten als erwten, aardappelen, tomaten, asperges etc. die van nature erg waterrijk zijn.

Globaal zijn de monsters in drie groepen in te delen, te weten:

- vast b.v. - granen
 - zuivelprodukten
 - veevoeders
- pasta's - vetten
 - vleesprodukten
 - voedingsmiddelen
- vloeibaar - zuivelprodukten
 - olien
 - dranken

Hierin kunnen ondermeer de volgende parameters kwantitatief bepaald worden:

- vocht
- vet
- eiwit
- div. suikers
- zetmeel
- ruw vezel
- alcohol
- melkzuur
- etc. etc.

Voorwaarde is wel dat deze hoofdcomponenten in voldoende mate aanwezig zijn (> ca. 1%) en dat er voldoende spreiding in samenstellingen van de monsters is (range > ca. 20 X lab.standaardfout).

Voor wat betreft het meten van nevencomponenten als zout, aminozuren, lipiden, peptiden en parameters als lisine, A.I.S, N.D.F, A.D.F, en pH kan gezegd worden dat de nauwkeurigheid van deze bepalingen in nog grotere mate afhangt van het niveau, de nauwkeurigheid van de referentiemethode en de range. Ook het feit dat een aantal van deze parameters empirisch vastgestelde grootheden zijn, kan van invloed zijn op het al dan niet kunnen bepalen van deze parameters met NIRS. De kans van slagen met scannende apparatuur is aanzienlijk groter dan die met vaste filter apparatuur.

In schema 6 en 7 zijn een aantal onderzoeksresultaten weergegeven betreffende hoofd en nevencomponenten in verschillende produkten.

(conclusie 2 :- Het is mogelijk voor vaste produkten ijklijnen te berekenen waarmee de hoofdcomponenten kwantitatief bepaald kunnen worden.

- Voor vloeibare en pasta's is de nauwkeurigheid in de regel wat minder met, name in vergelijking met de nauwkeurigheid van de lab.referentiemethode.

-De nauwkeurigheid voor nevencomponenten als zout en empirisch vastgestelde parameters als lisine, A.I.S, N.D.F en pH is bij gebruik van vaste filterapparatuur vaak onvoldoende voor kwantitatief gebruik. Bij gebruik van scannende NIRS-apparatuur behoort kwantitatief gebruik tot de mogelijkheden.

4 GROOTTE VAN DE CALIBRATIESET EN NIVEAUCONTROLE

Bij de ijkings van de apparatuur is het belangrijk een set monsters te kiezen die representatief is voor alle te onderzoeken monsters.

De gemiddelde grootte van een calibratieset hangt natuurlijk af van een groot aantal zaken zoals bijv.: zijn er seizoensinvloeden te verwachten, betreft het grondstoffen danwel eindprodukten etc.

Gesteld kan echter worden dat minimaal zo'n 50 monsters nodig zijn voor een robuuste ijklijn, terwijl dit aantal voor produkten die wat meer variatie vertonen zo'n 200 zal bedragen. Omdat diffuse reflectie wordt gemeten moet rekening gehouden worden met de invloed van het monsteroppervlak. Voor een groot deel wordt deze invloed uitgeschakeld door relatieve reflecties te meten, d.w.z. gemeten wordt ten opzichte van een zelf-lengte waarbij nauwelijks of geen absorptie verschillen optreden in relatie tot de te meten component.

Bij de keuze van een representatieve monsterset moet gelet worden op de chemische samenstelling en de fysische structuur. Dit betekent dat de monsterset monsters van diverse herkomst en productieprocessen moet bevatten. Van groot belang is het standaardiseren van de monstervoorbehandeling en de meetprocedure zoals:

- malen om een constante deeltjes grootte te verkrijgen.

- () -constant houden van de monstertemperatuur.

- bij vloeibare zuivelprodukten en andere vet bevattende vloeibare produkten gebruik maken van een homogenisator en een sethermostatiseerde vloeistofmeetcel.

- bij metingen in een gesloten monstercup gebruik maken van een strooi-lichtfactor i.v.m. diffuus sereflecteerd licht op het venster.

- afhankelijk van de gewenste nauwkeurigheid meerdere malen meten en eventueel de spectra op ruis corrigeren.

Indien rekening gehouden is met genoemde punten, wordt na berekening van de ijklijn deze eerst getest voordat hij in gebruik wordt genomen. Dit gebeurt aan de hand van een twintigtal representatieve monsters. Bij een robuuste ijklijn mogen er geen significante verschillen optreden tussen de analyse-resultaten bepaald m.b.v. NIRS en bepaald m.b.v. de referentiemethoden, terwijl de berekende standaardafwijking van de verschillen berekend voor de testset die van de calibratieset moet benaderen. Na in gebruikname van de ijklijn blijft het noodzakelijk het niveau i.v.m. eventuele afwijkingen in het optisch gedeelte van het apparaat dan wel veranderingen van chemische en/of fysische aard van de monsters te controleren. Deze niveaucontrole dient enige malen per jaar uitgevoerd te worden m.b.v. een 10 tal onbekende monsters.

5 EINDCONCLUSIE

Samengevat kan gesteld worden dat NIRS met voldoende betrouwbaarheid toegepast kan worden voor het screenen van de samenstelling van agrarische producten of hoofdcomponenten (vet, vocht, eiwit, lactose, zetmeel, etc.).

Voor nevencomponenten zoals zout en parameters als pH, A.I.S, N.D.F zijn eveneens kwantitatieve toepassingen mogelijk, zij het met een wat minder goede betrouwbaarheid. De herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid van de techniek zijn bijzonder goed te noemen terwijl de storingsgevoeligheid van de apparatuur zeer klein is.

Wij verwachten dan ook dat NIRS een steeds belangrijker wordende plaats in het onderzoek zal innemen, zowel op het laboratorium alsook in productiebedrijven voor sturing van processen en kwaliteitsbewaking van producten.

()

<P0><E>

()

Schema B:

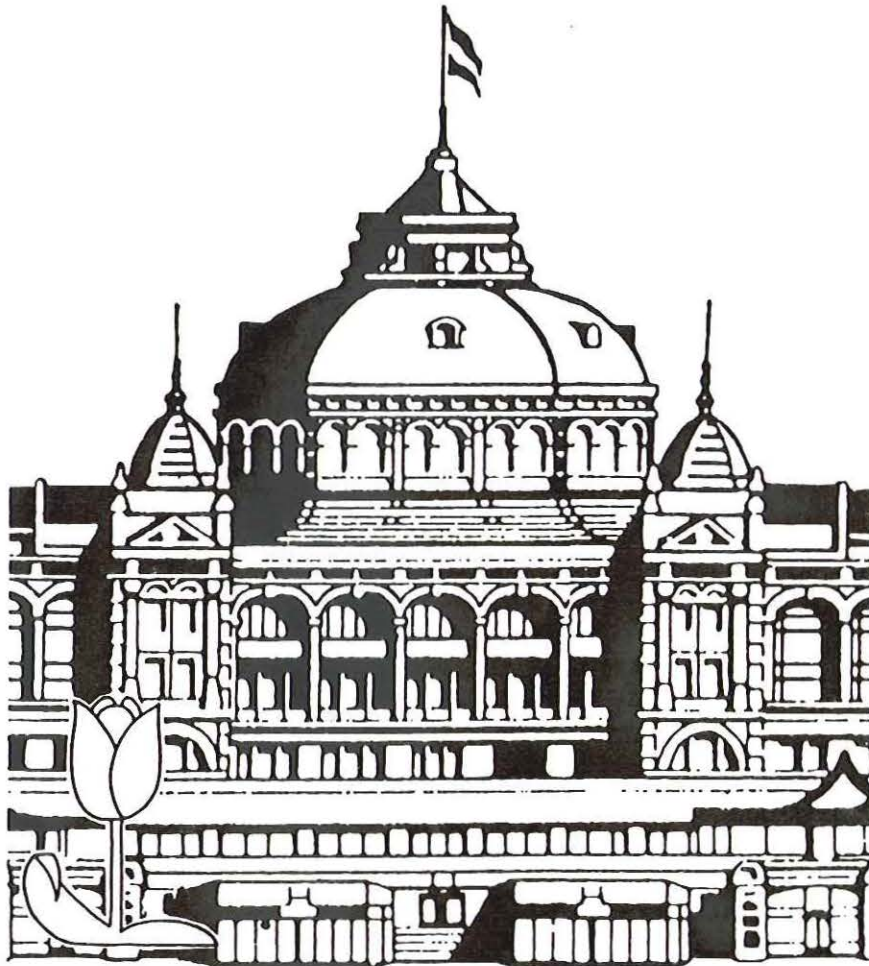
| | | | |
|-------------|----|--------------------|---------------------|
| LACTATE | IN | BUTTER MILK POWDER | 0.21% (0.0-9.0) |
| PH | IN | CHEESE | 0.08% (5.1-5.7) |
| STARCH | IN | GRAIN | 1.2% (10.6-65.5) |
| SACCHAROSE | IN | POTATOES | 0.12% (0.1-1.1) |
| CRUDE FIBRE | IN | ASPARAGUS | 1.2% (5.4-18.2) |
| LIGNINE | IN | ASPARAGUS | 0.33% (0.7-4.3) |
| CRUDE FIBRE | IN | MIXED FEED | 0.3% (4.7-11.6) |
| SALT | IN | CHEESE | 0.2% (1.7-3.5) |

Schema 7:

RESULTS, OBTAINED IN OUR LABORATORY
SEP-VALUES (STANDARD ERROR OF PREDICTION) AND RANGE

| | % | % | % | % | % |
|--------------------|-------------------|-------------------|---------------------|---------------------|-------------------|
| | MOISTURE | FAT | PROTEIN | LACTOSE | ASH |
| SKIM MILK POWDER | 0.08 (2.9-5.8) | 0.09 (0.8-2.8) | 0.20 (32.9-41.2) | 0.44 (42.6-51.6) | 0.11 (7.7-8.3) |
| BUTTER MILK POWDER | 0.10 (2.7-6.3) | 0.13 (3.3-11) | 0.21 (28.9-34.6) | 0.37 (37.0-47.6) | 0.23 (6.9-10) |
| PROCESSED CHEESE | 0.21 (47 -51) | 0.23 (20 -23) | 0.35 (20.0-24.0) | | |
| GOUDSE CHEESE | 0.24 (31 -42) | 0.24 (26 -34) | 0.23 (23.3-27.9) | | |
| EDAMMER CHEESE | 0.23 (37 -46) | 0.22 (23 -26) | 0.28 (24.8-29.6) | | |
| CASEINATE | 0.15 (3.2-8.9) | 0.10 (0.5-1.2) | 0.40 (85.9-92.9) | | 0.25 (0.3-4.9) |
| MEAT | 1.1 (42 -69) | 1.1 (4.2-45) | 0.7 (12.1-21.7) | | |
| TOAST | 0.27 (2.2-8.5) | 0.57 (1.5-17) | | | |

PROGRAMMA
TECHNICON NIRS SYMPOSIUM



15 APRIL 1986 - SCHEVENINGEN

Afdeling Algemene Chemie

RAPPORT 86.68

Pr.nr. 505.6050

Projekt: Ontwikkeling methoden van onderzoek voor voedings- en voeder-
middelen met behulp van NIRA.

Onderwerp: Verslag van het Technicon Nabij Infrarood Reflectie
Spectroscopie (NIRS) Symposium.
15 april 1986 Scheveningen.

Bijlagen: 1. Programma NIRS-Symposium.
2. RIKILT-voordracht.

R. Frankhuizen en N.G. van der Veen 1986-07-01

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, directie Algemene Zaken, DLO,
Algemene Chemie (3x), sektormappen, De Ruig, Oortwijn.