

Afdeling Algemene Chemie 1985-09-05
RAPPORT 85.79 Pr.nr. 505.6050
Onderwerp: Monstervoorbereiding en meting
 van monsters vlees met behulp
 van NIR
Voorgaand verslag: 85.66 dd. 1985-08-05

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, direktie VKA, coördinator
 vlees en vleesprodukten, afdeling Algemene Chemie (4x),
 Bibliotheek (2x), Projektbeheer, Projektleider
 (Frankhuizen), circulatie.

RAPPORT 85.79

Pr.nr. 505.6050

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

Onderwerp: Monstervoorbereiding en meting van monsters vlees met
behulp van NIR.

Voorgaand verslag: 85.66 dd. 1985-08-05.

Doel:


Het vastleggen van de monstervoorbereiding en de meting van monsters vlees voor onderzoek met behulp van nabij infrarood reflectie- spectroscopie (NIR);

Samenvatting:


Nagegaan is of de monstervoorbereiding van vlees en de manier van pakken van monsters vlees in de monsterhouder van het NIR-apparaat invloed hebben op de reproduceerbaarheid van de resultaten verkregen bij NIR-metingen. Daartoe is een groot aantal metingen verricht aan zowel rauw als gevriesdroogd mager rund- en varkensvlees. De metingen zijn uitgevoerd in een open en een gesloten monstercup. Gebruik is gemaakt van het oorspronkelijk NIR-spektrum, alsmede van de 1e en 2e afgeleide hiervan.

Conclusies:

De monstervoorbereiding, de deeltjesgrootte, de homogeniteit en de temperatuur van het monster, alsmede de manier van pakken van het monster in de monstercup hebben invloed op de reproduceerbaarheid van NIR-metingen van monsters vlees. Door de monstervoorbereiding te standaardiseren (monsters malen, op kamertemperatuur houden) en de vlees- monsters in drievoud te meten in een open monstercup worden bevredigende meetresultaten verkregen.

Verantwoordelijk: drs N.G. van der Veen 

Medewerkers/Samenstellers: R. Frankhuizen, T.E. Oostenbrink
drs N.G. van der Veen

Projectleider: R. Frankhuizen 

1. Inleiding

Zowel uit eigen ervaring als uit literatuuronderzoek is gebleken dat de monstervoorbereiding van vlees en de manier van pakken van de monsterhouder van een NIR-apparaat met vlees invloed hebben op de reproduceerbaarheid van de metingen met behulp van NIR (1,2). Ook de temperatuur, de deeltjesgrootte en de homogeniteit van de monsters beïnvloeden de resultaten (3). Het is derhalve van groot belang de monstervoorbereiding en de meetomstandigheden vast te leggen. Hiertoe is enig experimenteel onderzoek verricht.

2. Uitgangsmateriaal

Uitgegaan is van tenminste 200 g vers rauw mager rund- en varkensvlees dat gekoeld is bij ca. 8°C.

Het vlees is in stukjes van ca. 4 cm² gesneden alvorens het met behulp van een Robot-coupe (Ru) molen gemalen werd (ca. 30 sec bij lage snelheid (1500 t) en ca. 60 sec bij hoge snelheid (3000 t)). Een deel van de monsters is hierna gevriesdroogd, waarna de helft is gemalen met een Peppinkmolen over een 1 mm zeef.

3. Metingen

Van elk monster rauw vlees, gevriesdroogd vlees en gevriesdroogd, gemalen vlees werd 10 maal een NIR-spektrum opgenomen met een Infra Alyzer-500 (IA-500), waarbij telkens opnieuw de monstercup gepakt (gevuld) werd. Rauw vlees werd zowel in een open als een gesloten monstercup gemeten. Naast het oorspronkelijke spektrum ($\log 1/R$ als functie van de golflengte; R = reflectie) werd ook het 1e- en 2e-afgeleide spektrum opgenomen.

4. Resultaten en discussie

De resultaten voor rund- en varkensvlees zijn respectievelijk vermeld in de tabellen 1 en 2. In deze tabellen is de maximale spreiding (spreidingsbreedte) opgenomen, gebaseerd op 10 metingen en uitgedrukt als procenten van de maximale absorptierange. De standaarddeviatie S_c ten gevolge van het vullen van de cup is gelijk aan de spreidingsbreedte $\times 0,325$ (4).

Figuur 1A geeft het NIR-spektrum van rauw rundvlees, gemeten in een gesloten cup.

Figuur 1B geeft de spreiding rond het gemiddelde van 10 metingen.

Uit figuur 1B is af te lezen dat de maximale spreiding 300 millilog absorptie-eenheden bedraagt. Uit figuur 1A blijkt de maximale absorptierange 2300 millilog absorptie-eenheden te zijn. Hieruit volgt een maximale spreiding van $300/2300 \times 100 = 13,0\%$ voor rauw rundvlees, gemeten in een gesloten cup (tabel 1).

Figuur 2A geeft het 1e-afgeleide spektrum en figuur 3A het 2e-afgeleide spektrum. Figuur 2B geeft de spreiding rond het gemiddelde van 10 1e-afgeleide metingen en figuur 3B die voor de 2e-afgeleide metingen.

Figuur 4A laat een NIR-spektrum van gemalen en gevriesdroogd rundvlees zien en figuur 4B de spreiding in de metingen ten opzichte van het gemiddelde van 10 metingen.

Figuur 5 geeft NIR spektra te zien van rauw rundvlees (a) en rauw varkensvlees (b), gemeten in een gesloten cup. Figuur 6 laat de spektra zien voor gemalen en gevriesdroogd rundvlees (a) en varkensvlees (b), gemeten in een gesloten cup. De spektra voor rund- en varkensvlees vertonen grote overeenkomst.

Ten gevolge van het vriesdrogen nemen de reflektiewaarden toe ($\log 1/R$ wordt kleiner) en worden de spektra gedetailleerder.

Uit de tabellen is te zien dat de spreiding in de metingen van de gevriesdroogde monsters aanzienlijk beter is dan die voor de rauwe monsters. Enerzijds is het oppervlak van het gevriesdroogde produkt, waaraan de NIR-meting uitgevoerd wordt, homogener dan dat van het rauwe produkt, anderzijds kan, in verband met het geringe volume van de monstercup (ca. 10 ml) de hoeveelheid gevriesdroogd vlees representatiever voor het monster zijn dan de hoeveelheid rauw vlees.

Rauw vlees geeft bij meting in een open cup aanzienlijk betere resultaten dan bij meting in een gesloten cup. Een oorzaak hiervan is, dat ten gevolge van het sluiten van de cup het monster uitgesmeerd wordt tegen het venster van de cup. Het oppervlak waaraan gemeten wordt is derhalve inhomogener.

In het algemeen is de spreiding in de metingen voor gevriesdroogd vlees kleiner dan voor gevriesdroogd en daarna over 1 mm zeef gemalen vlees. Enerzijds ontstond er een fraktionering van het vlees, anderzijds bevatte het gemalen deel langwerpige deeltjes.

Voor rauw vlees zijn de resultaten verkregen met het 1e- en 2e-afgeleide spektrum beduidend slechter dan die verkregen met het oorspronkelijk spektrum ($\log I/R$ vs λ). Voor gevriesdroogd vlees ontlopen de resultaten elkaar nauwelijks.

Voor de bepaling van de samenstelling van vlees levert het gevriesdroogde produkt de meest reproduceerbare resultaten op. Toch gaat de voorkeur uit naar metingen aan het rauwe produkt, omdat vriesdrogen enerzijds tijdrovend is en anderzijds een aantal karakteristieken van het vlees verloren doet gaan zoals de structuur, de kleur, de pH enz. Deze karakteristieken kunnen belangrijk zijn bij produktherkenning. Uit eerder onderzoek (5) is gebleken dat NIR gebruikt kan worden voor de bepaling van vocht, vet en eiwit in gehakt, waarbij het rauwe produkt in drievoud werd gemeten in een open monstercup.

Voor produktherkenning kunnen afgeleide spektra meer specifieke informatie geven dan oorspronkelijke spektra. Immers, kleine veranderingen in het oorspronkelijke spektrum zijn soms nauwelijks te zien, maar worden geaccentueerd in afgeleide spektra.

De temperatuur van het monster dient voor de meting konstant gehouden te worden, met name als er gebruik gemaakt dient te worden van afgeleide spektra. Het niet konstant houden van de temperatuur veroorzaakt verschuivingen in het spektrum (met name van de waterpiek) en daardoor onjuiste resultaten. Geadviseerd wordt hiervoor de kamertemperatuur ($21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) te kiezen. Uit praktische overwegingen dienen de metingen, in verband met inhomogeniteiten, in drievoud (dat wil zeggen telkens opnieuw de monstercup vullen) uitgevoerd te worden. De standaardafwijking van het gemiddelde van 3 metingen bedraagt dan $1/3 \text{ Sc}$. Voor rauw rundvlees, gemeten in een open cup, resulteert dit in $1/3 (0.325 \times 3.5) = 0.7\%$, hetgeen acceptabel is. Voor varkensvlees wordt dan 0.8% gevonden.

Conclusies:

De monstervoorbereiding, de deeltjesgrootte, de homogeniteit en de temperatuur van het monster, alsmede de manier van pakken van het monster in de monstercup hebben invloed op de reproduceerbaarheid van NIR-metingen van monsters vlees.

Door de monstervoorbereiding te standaardiseren (monsters malen, op kamertemperatuur houden) en de vleesmonsters in drievoud te meten in een open monstercup worden bevredigende meetresultaten verkregen.

Literatuur

1. R. Frankhuizen, mw T.E. Oostenbrink en N.G. van der Veen
Literatuuronderzoek naar de bepaling van de samenstelling van vlees met behulp van Nabij Infrarood Reflectiespectroscopie.
RIKILT-rapport 85.66, 1985.
2. I. Ben Gera and K.H. Norris
Direct spectrophotometric determination of fat and moisture in meat products
J. Food Sci. 33 (1968) 64-67.
3. W.G. Krugel, R.A. Field, M.L. Riley, H.D. Radloff and K.M. Horton
Near infrared reflectance determination of fat, protein and moisture in fresh meat
J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64 (1981) 692-700.
4. NEN 1047, blad 3.4
Berekening van de standaardafwijking uit de spreidingsbreedte.
December 1967.
5. R. Frankhuizen en N.G. van der Veen
Bepaling van de samenstelling van gehakt met behulp van nabij infrarood reflectiespectroscopie (NIR).
Voedingsmiddelentechnologie (in druk).

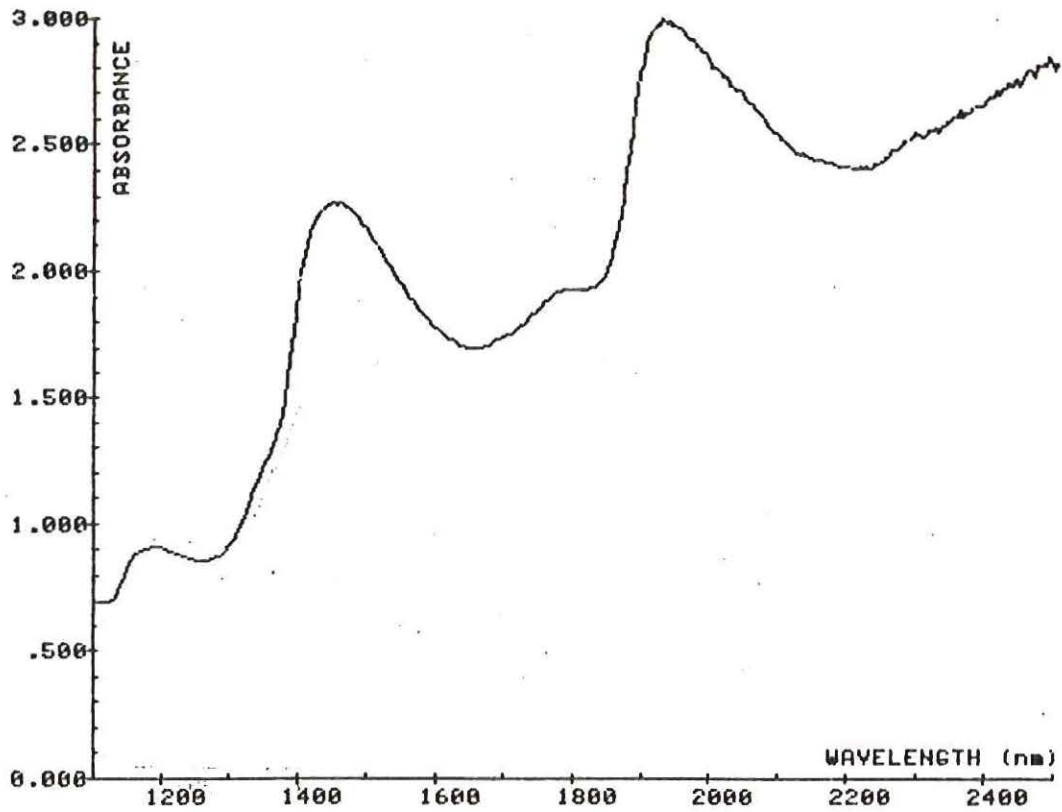
Tabel 1 Maximale spreiding (in millilog absorbance) van 10 metingen uitgedrukt in procenten van de maximale absorptie range voor rundvlees

Data	rauw open cup	rauw gesloten cup	gevriesdroogd gesloten cup	gevriesdroogd gemalen (1 mm) gesloten cup
log 1/R	$\frac{45}{1300} \times 100\% = 3,5\%$	$\frac{300}{2300} \times 100\% = 13,0\%$	$\frac{8}{700} \times 100\% = 1,1\%$	$\frac{13}{800} \times 100\% = 1,6\%$
1e afgeleide	$\frac{22}{230} \times 100\% = 9,6\%$	$\frac{100}{370} \times 100\% = 27,0\%$	$\frac{2}{140} \times 100\% = 1,4\%$	$\frac{3}{140} \times 100\% = 2,1\%$
2e afgeleide	$\frac{30}{350} \times 100\% = 8,6\%$	$\frac{140}{780} \times 100\% = 17,9\%$	$\frac{3}{290} \times 100\% = 1,0\%$	$\frac{5}{260} \times 100\% = 1,9\%$

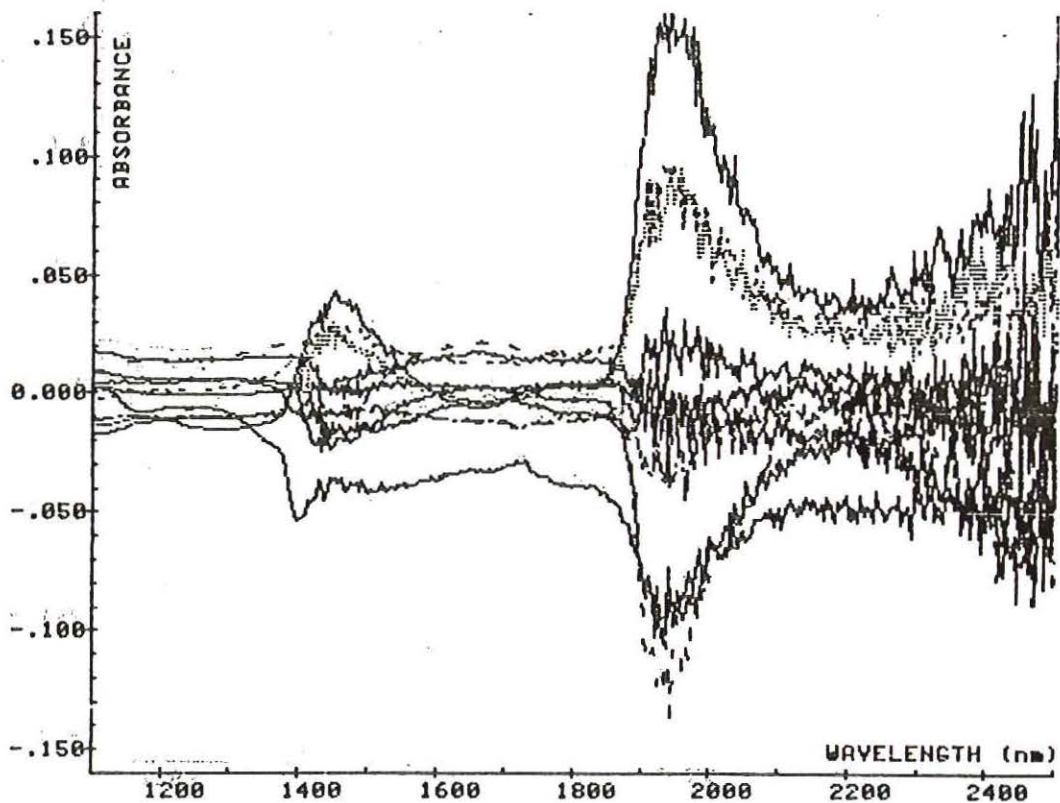
Tabel 2 Maximale spreiding (in millilog absorbance) van 10 metingen uitgedrukt in procenten van de maximale absorptie range voor varkensvlees

Data	rauw open cup	rauw gesloten cup	gevriesdroogd gesloten cup	gevriesdroogd genalen (1 mm) gesloten cup
log 1/R	$\frac{60}{1400} \times 100\% = 4,3\%$	$\frac{300}{2300} \times 100\% = 13,0\%$	$\frac{15}{800} \times 100\% = 1,9\%$	$\frac{23}{800} \times 100\% = 2,9\%$
1e afgeleide	$\frac{30}{180} \times 100\% = 16,7\%$	$\frac{110}{370} \times 100\% = 29,7\%$	$\frac{3}{150} \times 100\% = 2,0\%$	$\frac{3}{150} \times 100\% = 2,0\%$
2e afgeleide	$\frac{40}{300} \times 100\% = 13,3\%$	$\frac{140}{750} \times 100\% = 18,7\%$	$\frac{6}{300} \times 100\% = 2,0\%$	$\frac{5}{280} \times 100\% = 1,8\%$

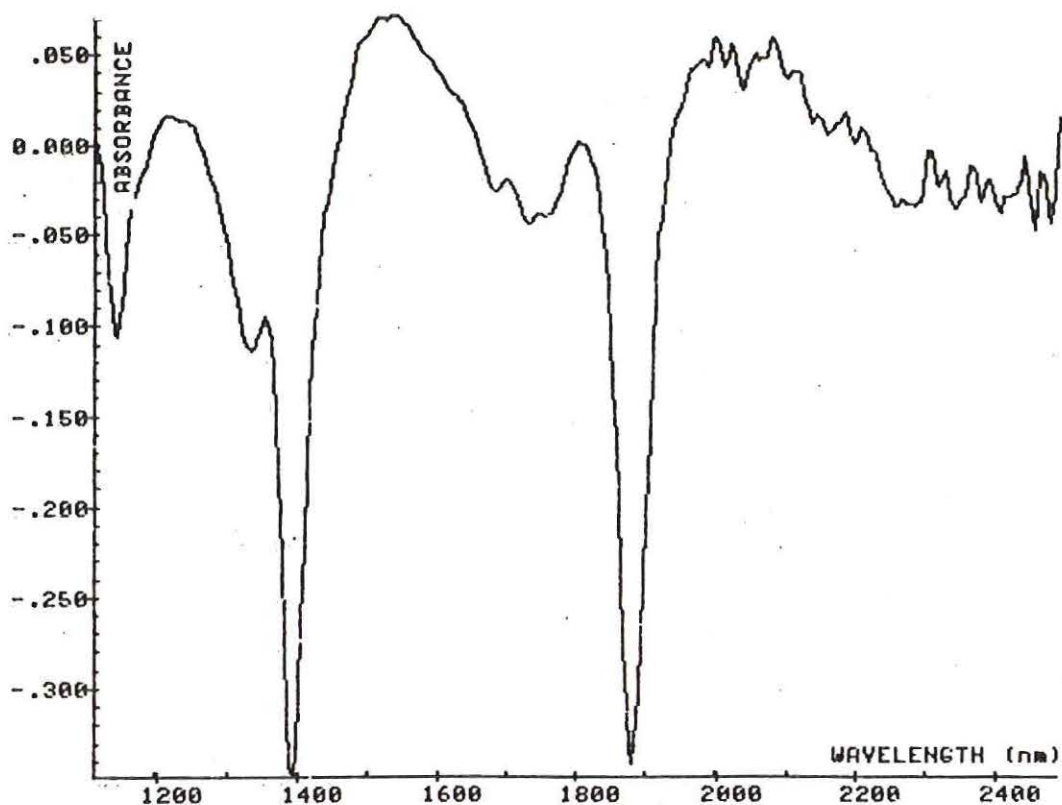
Figuur 1A: NIR-spektrum van rauw rundvlees, gemeten in een gesloten cup.



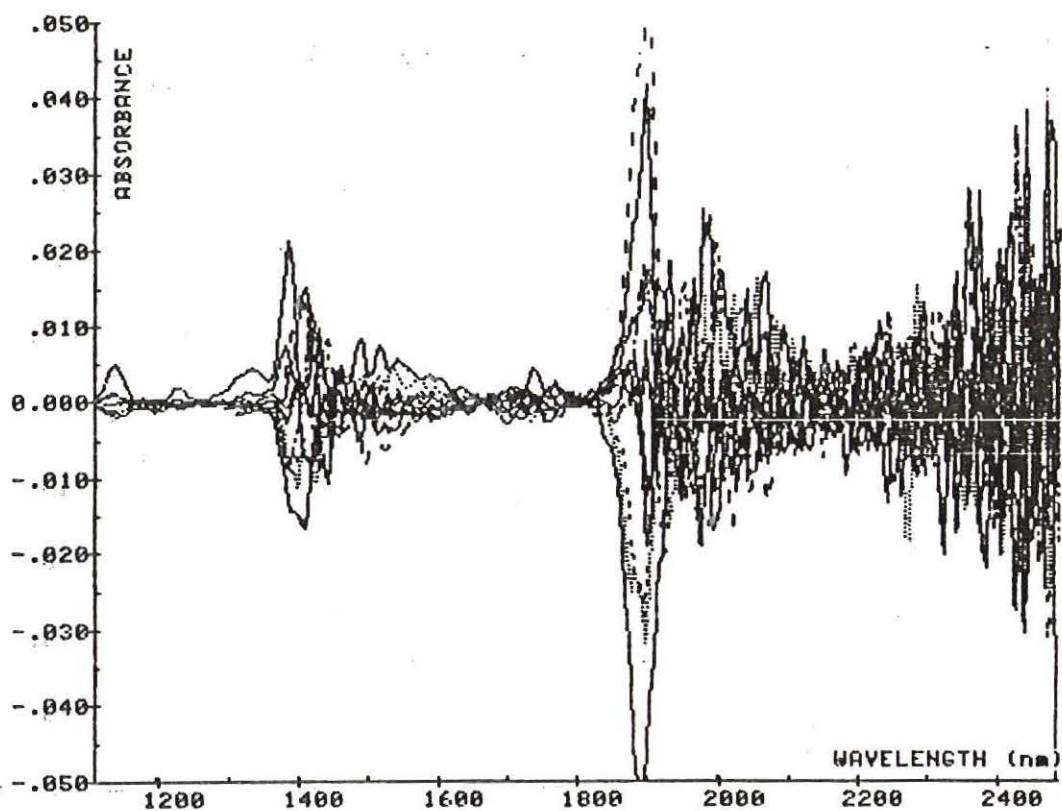
Figuur 1B: Spreiding in de NIR-meting bij 10 maal opnieuw pakken van de monstercup met rauw rundvlees. Meting in gesloten cup.



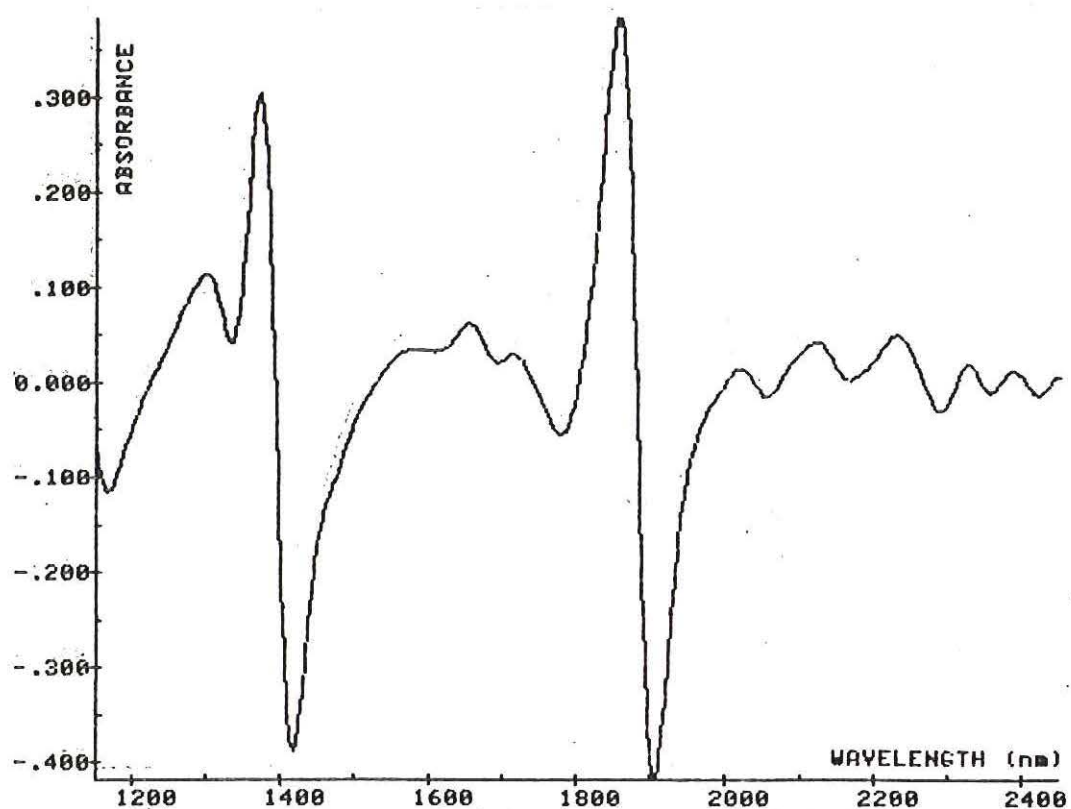
Figuur 2A: 1e Afgeleide NIR-spektrum van rauw rundvlees, gemeten in een gesloten cup.



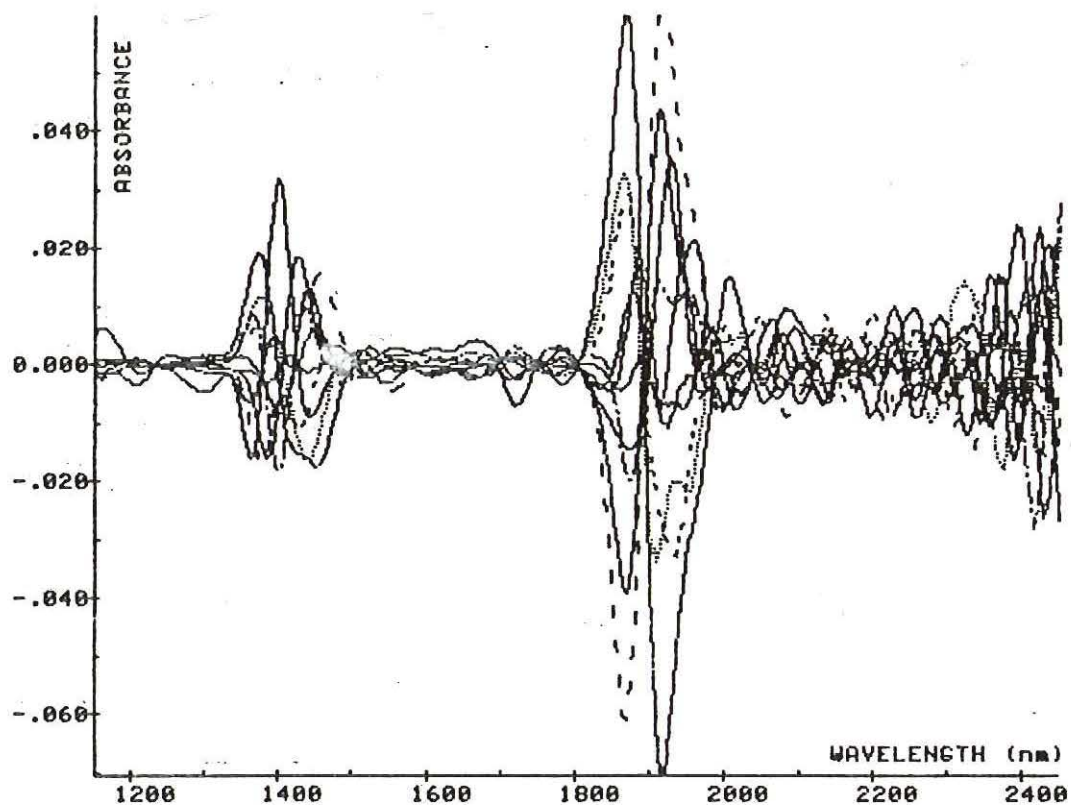
Figuur 2B: Spreiding in de 1e -afgeleide meting bij 10 maal opnieuw pakken van de monstercup met rauw rundvlees. Meting in gesloten cup.



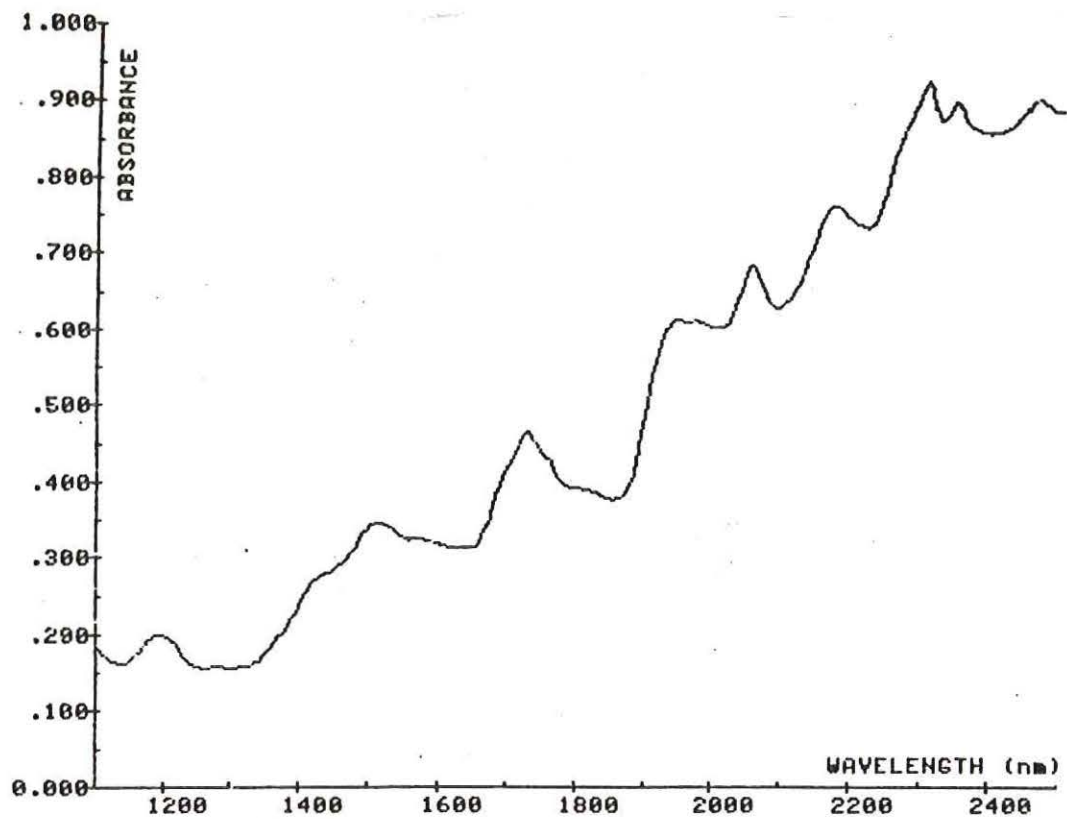
Figuur 3A: 2e Afgeleide NIR-spektrum van rauw rundvlees, gemeten in een gesloten cup.



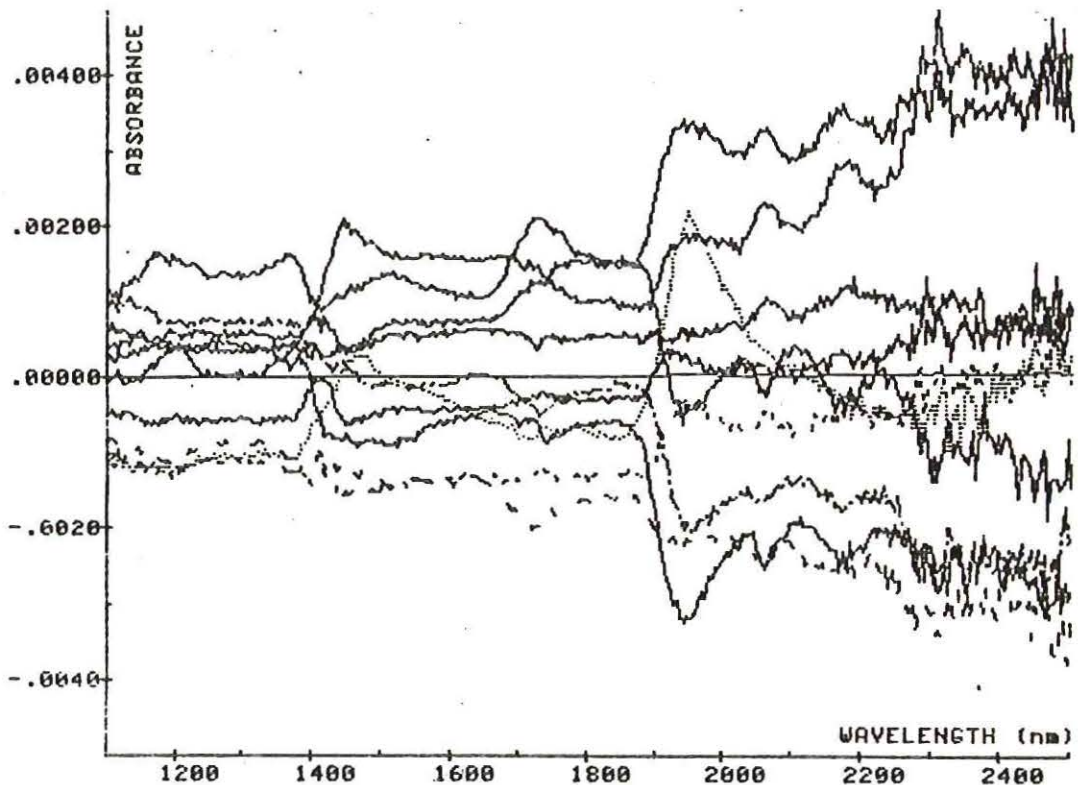
Figuur 3B: Spreiding in de 2e -afgeleide meting bij 10 maal opnieuw pakken van de monstercup met rauw rundvlees. Meting in gesloten cup.



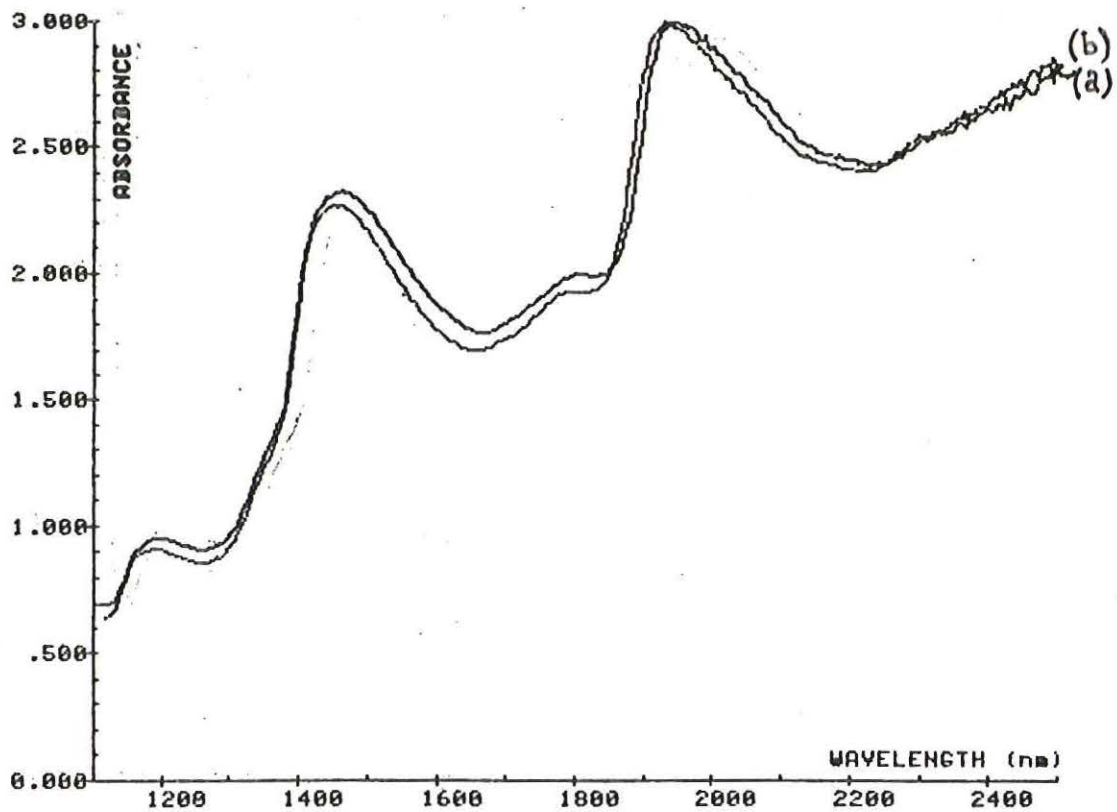
Figuur 4A: NIR-spektrum van gemalen en gevriesdroogd rundvlees, gemeten in een gesloten cup.



Figuur 4B: Spreiding in de NIR-meting bij 10 maal opnieuw pakken van de monstercup met gemalen en gevriesdroogd rundvlees. Meting in gesloten cup.



Figuur 5: NIR-spektra van rauw rundvlees (a) en rauw varkensvlees (b), gemeten in een gesloten cup.



Figuur 6: NIR-spektra van gemalen, gevriesdroogd rundvlees (a) en varkensvlees (b), gemeten in een gesloten cup.

