

Afdeling Microscopie.            1980-12-15  
VERSLAG: 80.71                    Pr.nr. 2.315

Project: Onderzoek monsters melkpoeder  
op denaturatie (VIB/PsZ).

Onderwerp: Overzicht van de resultaten  
van het microscopisch onderzoek van een  
groot aantal monsters gedroogde melkpro-  
dukten, die genomen werden in het kader  
van de EEG Verordening nr. 1725/79 en  
een vergelijking hiervan met de resulta-  
ten van het chemisch onderzoek.



Project: Onderzoek monsters melkpoeder op denaturatie (VIB/PsZ).  
Onderwerp: Overzicht van de resultaten van het microscopisch onderzoek van een groot aantal monsters gedroogde melkprodukten, die genomen werden in het kader van de EEG Verordening nr. 1725/79 en een vergelijking hiervan met de resultaten van het chemisch onderzoek.

---

Doel:

Door middel van microscopisch onderzoek nagaan of de in het kader van de Verordening (EEG) nr. 1725/79 genomen monsters voldoen aan deze verordening. Tevens nagaan of de microscopisch vastgestelde afwijkingen door chemisch onderzoek konden worden bevestigd.

Samenvatting:

In een periode van 4 weken werden 318 monsters gedroogde melkprodukten microscopisch onderzocht op identiteit en bijmenging.

Bij 52 monsters werden afwijkingen geconstateerd. Bij 22 monsters werd op grond van de aanwezigheid van lactosekristallen en naaldkristallen de aanwezigheid verondersteld van weipoeder.

Uit het chemisch onderzoek kon dit echter niet bevestigd worden. In 25 (gedenatureerde) monsters werd de aanwezigheid van zetmeel vastgesteld. Dit zetmeel is vermoedelijk afkomstig van de in het luzerne- of grasmeel verwerkte graanafvallen.

Conclusie:

Van 318 monsters gedroogde melkprodukten (magere melkpoeder, gedenatureerde magere melkpoeder, karnemelkpoeder en gedenatureerde karnemelkpoeder) werd bij microscopisch onderzoek van 52 monsters vastgesteld dat ze afwijkend waren.

In die gevallen waarbij verondersteld kon worden dat weipoeder was toegevoegd (o.m. op grond van de aanwezigheid van lactosekristallen en naaldkristallen), werd dit niet door chemisch onderzoek bevestigd. Vermoedelijk waren de gehalten aan weipoeder hierbij te laag om tot chemisch significant afwijkende resultaten te komen.

---

Verantwoordelijk: drs W.J.H.J. de Jong  
Samenstellers : De Jong/Vliege

## 1. Inleiding

In verband met de steunregeling (subsiëring) van magere melkpoeder bij denaturatie of d.m.v. rechtstreekse verwerking in mengvoeders (met name in de kalvervoeding) is per 1 januari 1980 de Verordening EEG 1725(79) van kracht geworden (5.1).

In deze Verordening wordt o.m. aangegeven welke produkten voor bemonstering in aanmerking komen en waarop deze gecontroleerd dienen te worden.

Het betreft:

- A. magere melkpoeders in ongewijzigde staat
- B. in mengsels verwerkte magere melkpoeders, z.g. vetkernen
- C. gedenatureerde magere melkpoeders
- D. mengvoeders

Deze produkten dienen op de volgende onderdelen gecontroleerd te worden:

### A. magere melkpoeder in ongewijzigde staat

- 1.a. gehalte aan water
- b. gehalte aan andere bestanddelen zover de nationale autoriteiten dit verlangen.
- 2. aanwezigheid van vreemde bestanddelen: a. zetmeel, b. gebroken granen, c. luzernemeel of grasmeel, d. niet reukloos gemaakte visolie, e. vismeel, f. gemalen perskoeken of schroot, g. andere stoffen met name weiïoeder.

### B. in een mengsel verwerkt magere melkpoeder (vetkern)

naast de sub A bedoelde analyses dient nog gecontroleerd te worden op:

- 1. gehalte aan magere melkpoeder
- gehalte aan vetten
- 2. andere controles, voor zover verlangd door de nationale autoriteiten.

### C. gedenatureerde magere melkpoeders

naast de sub A bedoelde analyses dient tevens controle plaats te vinden op het denaturatiemiddel:

- 1. percentage
- 2. korrelverdeling (controle vóór de bijmenging).

D. mengvoeders

- gehalten aan
- a. magere melkpoeder
  - b. zetmeel
  - c. vetten
  - d. gras- of luzernemeel

Wat betreft de controle op gehalten aan andere bestanddelen voor zover de nationale autoriteiten dit verlangen geldt in Nederland ten aanzien van deze produkten de "Beschikking denaturatie- en verwerkingssteun magere melkpoeder 1980" van het Produktschap voor Zuivel (5.2).

In de bijlage bij deze beschikking worden nog een zevental vereisten genoemd waaraan het magere melkpoeder dient te voldoen. Er dient derhalve nog gecontroleerd te worden op:

- a. een goede bacteriologische kwaliteit
- b. aanwezigheid van weipoeder of zetmeel
- c. melkeiwitgehalte op de vetvrije droge stof
- d. het vochtgehalte
- e. verontreinigingen (ten hoogste 3 gram per kg)
- f. verschroeide deeltjes (ten hoogste 3 gram per kg).

Het RIKILT heeft een groot aantal monsters gedroogde melkprodukten onderzocht ter controle op de naleving van de Verordening 1725/79 en de Beschikking Denaturatie- en Verwerkingssteun 1980.

Het onderzoek kan gesplitst worden in een microscopisch onderzoek op de aanwezigheid van bijmenging, de identiteit en de zuiverheid van de produkten en een chemisch onderzoek op identiteit en zuiverheid van de produkten alsmede op het voldoen aan de in de Verordening en de Beschikking genoemde toegestane gehalten.

Om te kunnen nagaan of de resultaten van beide onderzoeksmethoden op elkaar aansluiten werden van een aantal monsters de analyse-resultaten van het microscopisch en chemisch onderzoek vergeleken. De monsters die genoemd worden onder C - gedenatureerde magere melkpoeders - kwamen voor dit vergelijkend onderzoek het meest in aanmerking. Het betrof hier magere melkpoeders of karnemelkpoeder die zowel voor als na denaturatie met 2,5% luzernemeel (of grasmeel) op bovengenoemde aspecten gecontroleerd werden.



Het microscopisch onderzoek vond als volgt plaats. Eerst werd nagegaan of het produkt bestond uit magere melkpoeder (mmp) of karnemelkpoeder (kmp). Vervolgens werd nagegaan of microscopisch waarneembare bestanddelen, zoals die in de Verordening en Beschikking genoemd worden, aanwezig zijn. Wat betreft het weipoeder (h) is het niet zonder meer mogelijk om dit microscopisch vast te stellen. Een goede indicatie is echter de aanwezigheid van z.g. "Tomahawk"-vormige lactosekristallen (5.3) en de aanwezigheid van z.g. naaldkristallen (5.4).

Wanneer deze beide kristalvormen gevonden worden is de aanwezigheid van weipoeder zeer waarschijnlijk. Tevens werd nagegaan of de microscopisch vastgestelde afwijkingen ook door chemisch onderzoek bevestigd werden.

## 2. Methoden van onderzoek

### 2.1 Monsters

In een periode van 4 weken (38e t/m 40e week 1980) werden de volgende monsters onderzocht:

- a) 156 monsters magere melkpoeder (gesproeidroogd)
- b) 32 monsters magere melkpoeder (op walsen gedroogd)
- c) 32 monsters karnemelkpoeder ( gesproeidroogd)
- d) 98 monsters gedenatureerde magere melkpoeder (deels op walsen gedroogd, deels gesproeidroogd).

Microscopisch vond onderzoek plaats op identiteit en bijmenging van bovengenoemde produkten.

Tevens werden de monsters chemisch onderzocht door de afdeling Melk en Melkprodukten van het RIKILT.

### 2.2 Het microscopisch onderzoek

Van bovengenoemde monsters werden preparaten gemaakt volgens de bij het RIKILT gebruikelijke methoden (5.3, 5.4, 5.5).

- Een waterpreparaat voor het vaststellen van de verontreinigingen.
- Een xylolpreparaat voor de vaststelling van de identiteit van het gedroogde melkprodukt (mmp, kmp, vetkern enz.).

Met hetzelfde preparaat kan m.b.v. gepolariseerd licht de aanwezigheid van "Tomahawk"-vormige lactosekristallen worden vastgesteld.

- Een lugolpreparaat voor de vaststelling van de aanwezigheid van zetmeel.
- Een dimethylsulfoxydepreparaat (DMSO-preparaat) voor het vaststellen van aanwezigheid van naaldkristallen (in gepolariseerd licht).
- Een sudan IV-preparaat voor het aantonen van vet (vnl. in kmp's en vetkernen).

Het onderzoek werd uitgevoerd met een microscoop (vergroting 160x en 400x) met een inrichting voor gepolariseerd licht en doorvallend licht en een stereomicroscoop (vergroting 16x).

### 2.3 Het chemisch onderzoek

Chemisch onderzoek werd uitgevoerd door de afdeling Melk en Melkprodukten van het RIKILT volgens de in de Verordening EEG nr. 1725/79 voorgeschreven methoden.

Ondermeer werden bepaald: het ruw eiwitgehalte, het peptidengehalte, het vetgehalte, het vochtgehalte en het asgehalte. Berekend werd het eiwitgehalte in de vetvrije droge stof.

### 3. Resultaten en Discussie

Resultaten van het onderzoek worden in twee tabellen weergegeven.

Tabel I. Het aantal monsters dat door microscopisch onderzoek als afwijkend werd gbeoordeeld.

Aantal te onderzoeken monsters	Produkt	Afwijkingen	Aantal
156	magere melkpoeder (gesproeidroogd)	lactosekristallen zetmeel* kristalnaalden	26 1 16
32	magere melkpoeder (op walsen gedr.)	lactosekristallen kristalnaalden	1 1
32	karnemelkpoeder (gesproeidroogd)	geen afwijkingen	-
98	gedenatureerde magere melkpoeder	zetmeel lactosekristallen kristalnaalden	25 7 5



\* Bij microscopisch onderzoek bleek dat het hier een kunstmelkvoeder betrof terwijl het monster als magere melkpoeder was aangegeven. Waarschijnlijk is hier sprake van een administratieve fout.

In 318 monsters werden 82 afwijkingen geconstateerd. Het betrof echter maar 54 monsters. Er kunnen n.l. meerdere afwijkingen in een monster voorkomen b.v. zowel lactosekristallen als naaldkristallen.

Tabel II. De monsters die microscopisch als afwijkend werden beoordeeld met de daarbij behorende chemische gehalten. Tevens de op het analyseverslag vermelde conclusie. Z= zetmeel, L= lactosekristallen, N= naaldkristallen.

Monster nummer	Microscopisch onderzoek			Chemisch onderzoek						Conclusie op verslag
	Z	L	N	Eiwit	Eiwit	Vet	Vocht	As	Peptide	
a) <u>Magere melkpoeders (gesproeidroogd)</u>										
27078	-	+	-	36,4	38,4	0,8	4,3	7,7	5	voldoet
27081	-	+	+	34,9	36,7	0,8	4,8	8,1	5	"
27397	-	+	+	35,1	37,2	0,8	4,8	8,0	4	"
27551	-	+	+	35,6	37,9	1,0	<u>5,1</u>	8,1	2	"
27552	-	+	-	36,0	38,1	1,1	4,4	7,7	4	"
27639	-	+	-	35,8	38,0	0,9	4,9	8,0	4	"
27788	-	+	+	34,1	36,3	1,2	4,9	7,9	0	"
27792	+	+	+	34,0	36,9	3,1	4,7	8,2	7	" niet
27849	-	+	-	33,6	35,9	1,1	5,0	8,0	4	"
28002	-	+	-	35,5	37,2	0,7	3,7	8,1	4	"
28078	-	+	+	37,2	39,5	0,9	4,3	8,0	4	"
28080	-	+	+	35,8	37,7	0,9	4,1	8,1	7	"
28241	-	+	+	35,8	37,6	0,8	3,9	8,0	4	"
28520	-	+	+	36,7	38,6	0,9	3,9	8,2	4	"
28630	-	+	-	37,3	39,5	1,0	4,6	7,8	4	"
28638	-	+	+	37,7	40,0	1,0	4,7	7,9	0	"

Monster nummer	Microscopisch									Conclusie op verslag
	onderzoek				Chemisch onderzoek					
	Z	L	N	Eiwit	Eiwit (vnds)	Vet	Vocht	As	Peptide	
28711	-	+	+	36,6	38,4	1,0	3,8	7,9	2	voldoet
28712	-	+	+	35,0	36,8	1,0	3,9	7,9	8	"
28841	-	+	+	35,0	37,0	0,7	4,6	8,1	4	"
28937	-	+	-	36,8	38,9	1,0	4,3	7,9	4	"
28943	-	+	-	36,9	38,6	0,9	4,6	8,1	4	"
28966	-	+	+	35,3	37,4	0,8	4,8	7,9	4	"
27391	-	+	+	35,0	37,1	0,7	5,0	7,9	3	"
28857	-	+	-	35,5	37,5	0,8	4,6	7,8	5	"
28639	-	+	-	36,4	38,4	0,7	4,6	8,0	5	"
28263	-	+	+	35,3	37,4	0,9	4,6	8,0	5	"
b) <u>Magere melkpoeders (walsen)</u>										
28260	-	+	+	35,0	37,1	0,6	5,2	7,8	4	"
c) <u>Gedenatureerde magere melkpoeders (of karnemelkpoeders)</u>										
27073	+	-	-	33,1	35,3	2,0	4,3	8,3	15	" niet*
27285	-	+	+	35,7	37,)	0,8	5,8	7,9	7	"
27385	-	+	-	35,4	37,3	0,9	4,3	8,2	7	"
27398	+	+	+	33,7	35,9	1,1	5,0	8,0	6	" niet*
27555	+	-	-	34,0	36,1	1,0	4,9	8,1	7	" niet*
27558	+	-	-	34,7	36,8	0,7	5,0	8,0	6	" niet*
27631	+	-	-	33,4	35,5	1,0	4,8	8,2	7	" niet*
27634	+	-	-	33,7	35,7	0,7	5,0	8,1	4	" niet*
27637	+	-	-	33,9	35,8	0,9	4,5	8,1	8	" niet*
27640	+	-	-	34,1	36,1	0,9	4,7	8,0	8	" niet*
27921	+	-	-	35,2	37,3	0,8	4,9	8,4	3	" niet*
27924	+	-	-	32,6	35,1	2,2	4,9	8,4	20	" niet*
28093	+	-	-	36,4	39,4	3,0	4,6	8,2	7	" niet*
28350	+	-	-	32,8	35,4	3,4	4,9	9,6	-	" niet*
28253	+	-	-	32,1	35,0	3,4	4,8	9,3	9	" niet*
28264	+	+	+	35,0	37,1	1,0	4,7	8,1	7	" niet*

Monster nummer	Microscopisch onderzoek			Chemisch onderzoek						Conclusie op verslag
	Z	L	N	Eiwit	Eiwit	Vet	Vocht	As	Peptide	
					(vnds)					
28267	+	-	-	34,0	36,1	1,8	4,7	9,2	10	voldoet niet*
28349	+	-	-	33,8	36,2	1,8	4,9	7,8	7	" niet*
28350	+	-	-	34,4	37,0	1,9	<u>5,2</u>	7,9	7	" niet*
28356	+	-	-	34,2	36,2	1,2	4,2	8,1	7	" niet*
28372	+	-	-	33,4	36,1	2,8	4,7	8,1	9	" niet*
28532	+	-	+	34,9	36,9	1,6	4,7	8,6	8	" niet*
28729	+	-	-	35,0	37,4	2,0	4,3	8,0	11	" niet*
28839	+	-	-	34,2	36,1	0,8	4,4	8,2	5	" niet*
22858	-	+	+	35,2	37,3	0,9	4,8	8,1	8	"
28953	+	-	-	34,6	36,9	1,0	<u>5,1</u>	8,2	5	" niet*
28962	+	+	-	34,6	36,6	1,0	4,5	8,1	12	" niet*

\* het zetmeel is vermoedelijk afkomstig van de in het denaturatiemiddel (gras- of luzernemeel) verwerkte graanafvallen.

Z= zetmeel; L= lactosekristallen; N= naaldkristallen.

Uit het onderzoek blijkt dat bij microscopisch onderzoek in 34 monsters lactosekristallen werden vastgesteld. Bij geen van deze 34 monsters werd op grond van chemisch onderzoek geconcludeerd dat weipoeder was toegevoegd. In 22 monsters werden kristalnaalden vastgesteld. Bij geen van deze 22 monsters werd op grond van chemisch onderzoek geconcludeerd dat weipoeder was toegevoegd.

Slechts één maal werd een monster afgekeurd op grond van chemisch gevonden gehalten en de resultaten van het microscopisch onderzoek. Dit betrof een kunstmelk die abusievelijk als een magere melkpoeder was aangegeven.

Van drie monsters (28093, 28253 en 28532) werd op grond van microscopisch onderzoek en chemisch onderzoek geconcludeerd dat deze bestonden uit een mengsel van karnemelkpoeder en magere melkpoeder. In die gevallen waarbij in de met gras- of luzernemeel gedensureerde produkten zetmeel werd vastgesteld (25 maal), werd hierover een opmerking gemaakt op het analyseverslag.



Uit de vergelijking van de resultaten van het microscopisch met het chemisch onderzoek blijkt dat in de meeste gevallen waarbij microscopisch afwijkingen worden geconstateerd, dit niet chemisch is te bevestigen.

Vermoedelijk zijn de gehalten aan weipoeder hierbij te laag om tot chemisch significant afwijkende resultaten te leiden.

Een uitzondering hierop vormt het microscopisch vaststellen van zetmeel. Dit kon in een groot aantal gevallen bevestigd worden en de gehalten hiervan liggen rond de 0,5%.

#### 4. Conclusie

Van 318 monsters gedroogde melkprodukten (mmp, kmp en gedena-  
tureerde mmp en kmp) werd bij microscopisch onderzoek van 52  
monsters vastgesteld dat ze afwijkend waren.

In die gevallen waarbij verondersteld kon worden dat weipoeder was  
toegevoegd (o.m. op grond van de aanwezigheid van lactosekristal-  
len en naaldkristallen), werd dit niet chemisch vastgesteld.

In die gevallen waarbij microscopisch zetmeel werd vastgesteld,  
werd dit wel chemisch aangetoond.

#### 5. Literatuur

- 5.1 Verordening (EEG) nr. 1725/79 van de Commissie van 26 juli 1979  
met betrekking tot de uitvoeringsbepalingen inzake de toekenning  
van steun voor tot mengvoeder verwerkte ondermelk en voor magere  
melkpoeder met name bestemd voor de kalvervoeding.  
Publicatieblad van de Europese Gemeenschappen nr. L 199/1.
- 5.2 Ontwerp van de Beschikking denaturatie- en verwerkingssteun magere  
melkpoeder 1980 van het Produktschap voor Zuivel.
- 5.3 Het microscopisch onderzoek van gedroogde melkprodukten.  
De Jong, W. 1980.
- 5.4 Het aantonen van weipoeder in magere melkpoeder. Conceptverslag  
gezamenlijk onderzoek CVM, Denkavit en RIKILT, 1980.
- 5.5 Het microscopisch veevoeder-, meststoffen- en voedingsmiddelenon-  
derzoek. De Jong, W. 1980.

cc. directeur, adj. directeur, sektorhoofd (3x), directie VKA,  
afd. Microscopie, leesportefeuille (5x), normalisatie,  
projektbeheer, Sledsens, Eisses, Oortwijn