



Endbericht zum FuE-Vorhaben

Reg.-Nr.: 2015 LFE 0001

Partner:

- Gönnataler Putenspezialitäten GmbH
- Gönnataler Agrar eG
- Forschungszentrum für Medizintechnik und Biotechnologie GmbH

**Titel: Voruntersuchung zur Entwicklung einer NIR-basierten
Qualitätskontrolle von Wurstwaren aus Putenfleisch – Vorstudie
NIR-Puten**

Projektlaufzeit: 01/16 – 12/16

Lehesten

, den

13.3.2017

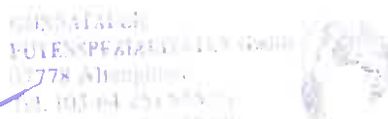
Stefan Lüdke (036425-55530)

Name und Telefonnummer des Zuwendungsempfängers

Firmenstempel

S. Lüdke

Rechtsverbindliche Unterschrift





1. Zielsetzung des Vorhabens

Ziel des Vorhabens waren Voruntersuchungen zur spektralen Charakteristik von Putenfleisch, Wurstwaren und Feinkost im nahen Infrarotbereich. Es sollten grundlegende Untersuchungen zur Inhaltsstoffanalyse (Fett, Fettsäuren, Protein, intramuskuläres Fett in Abhängigkeit des Schlachalters) durchgeführt werden. Auf Grundlage dieser Ergebnisse wurde ein Konzept für ein NIR-basiertes Qualitätssicherungssystem entwickelt. Betreffendes System soll in einem Nachfolgeprojekt entwickelt werden.

2. Darstellung der erzielten Vorhabensergebnisse

Das Projekt wurde im Zeitraum von 01/2016 bis 09/2016 bearbeitet und bis 12/2016 kostenneutral verlängert. In diesen 12 Monaten wurden 4 Arbeitspakete bearbeitet. Der Arbeitsplan ist in der nachfolgenden Abbildung dargestellt.

AP fzmb	NIR Gönnatal	2016								
	Kurztitel der Arbeitspakete (gem. Anhang)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Recherche, Koordination	X	X							
2	Prozessanalyse			X	X	X	X			
3	Anforderungskatalog & Schnittstellenbeschreibung				X	X	X	X		
4	Bestimmung der Einflussgrößen						X	X	X	X
AP Gönnatal	NIR Gönnatal	2016								
	Kurztitel der Arbeitspakete (gem. Anhang)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Recherche, Koordination	X	X							
2	Prozessanalyse			X	X	X	X			
3	Anforderungskatalog & Schnittstellenbeschreibung				X	X	X	X		
4	Bestimmung der Einflussgrößen						X	X	X	X
AP Agrar	NIR Gönnatal	2016								
	Kurztitel der Arbeitspakete (gem. Anhang)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Recherche, Koordination	X	X							
2	Prozessanalyse			X	X	X	X			
3	Anforderungskatalog & Schnittstellenbeschreibung				X	X	X	X		
4	Bestimmung der Einflussgrößen						X	X	X	X

Erläuterung der durchgeführten Arbeiten in den Arbeitspaketen 1 – 4 im Zeitraum 01/2016-12/2016

Zu Beginn des F&E-Vorhabens wurde die bereits existierende Literaturrecherche erweitert. Auf dem Weltmarkt existieren Gerätesysteme, welche einzelne Parameter der BIG7 bestimmen können (Fett, Protein, Wasser). Es konnte kein Gerät gefunden werden, welches dem Anwender die Möglichkeit bietet, jeden einzelnen Parameter der BIG7 mittels NIR-Spektroskopie mittels eines Gerätes zu analysieren. In Bezug auf die Bestimmung des Keimgehaltes von Wurstproben konnte weltweit kein Gerätesystem gefunden werden, welches auf Basis der NIR-Spektroskopie beruht und innerhalb weniger Sekunden die Bestimmung der Gesamtkeimzahl (KBE/g) ermöglicht. Weiterhin liegen keine Patente vor, die der Entwicklung einer NIR-basierten chargenabhängigen Analyse der BIG7 bei Wurstwaren entgegenstehen.

Grundlegend konnte Basisliteratur recherchiert werden, die aussagt, dass die Bestimmung der BIG7-Parameter sowie der Gesamtkeimzahl bei Wurstproben (speziell die Rohwurst) möglich ist. Die Anpassung der recherchierten Methoden auf alle Wurstsorten (Roh-, Brüh-, Kochwurst, Feinkost und Konserven) stellt eine Herausforderung dar, die im Laufe des Projektes gelöst wurde.



Zur erfolgreichen Bearbeitung des Themengebietes musste der Partner fzmb GmbH den vollständigen Herstellungsprozess von Wurstwaren beim Partner Gönntaler Putenspezialitäten GmbH verstehen. Nur so können mögliche Risikopunkte frühzeitig erfasst und berücksichtigt werden. Die Gönntaler haben die Möglichkeit, die Rohware (Putenfleisch) für die Wurstherstellung selbst zu mästen und zu schlachten. Die Schlachtung der Tiere erfolgt bei ihnen stallweise. Bei einer aufgestellten Menge von 5000-6000 Tieren und einem Durchsatz von 500 Tieren je Schlachttag (2 Schlachtstage pro Woche), werden insgesamt 5-6 Wochen benötigt, um einen Stall zu schlachten. Bedingt durch die längere Fütterung der Tiere mit höherem Schlachtalter ist der Fett-Eiweiß-Quotient und der Wasser-Eiweiß-Quotient bei diesen Puten verändert. Diese geänderten Quotienten haben einen direkten Einfluss auf die BIG7-Parameter der Wurstware, zu der das Rohprodukt verarbeitet wird. Für die Herstellung von Wurstwaren aus Putenfleisch gelten Standardrezepte. Aus Kosten- und Zeitgründen wird nicht vor jeder Produktion einer bestimmten Wurstsorte das Rohprodukt (Putenfleisch) auf seine kompletten Inhaltsstoffe analysiert. Dementsprechend gibt es chargenbedingte Unterschiede bzw. Abweichungen in der Zusammensetzung des Endproduktes basierend auf der variablen Zusammensetzung des Rohfleisches durch die unterschiedliche Fütterungsdauer. In diesem ersten Teilvorhaben sollen dementsprechend die Unterschiede der Rohstoffe (Putenfleisch) und der Endprodukte (Wurstwaren) grundlegend untersucht werden.

Hierfür wurden über den gesamten Berichtszeitraum insgesamt >140 Einzelproben sowohl spektroskopisch als auch chemisch untersucht.

Probenparameter:

Im Verlauf des Vorhabens wurden 144 Fleisch- und Wurstwarenproben untersucht. Untersucht wurden die klassischen BIG7-Parameter sowie weitere vom Partner Gönntaler Puten gewünschten Kennwerte der einzelnen Proben. Diese Proben unterteilen sich in die folgenden Gruppen.

- Frischfleisch (Σ 9)
- Rohwurst (Σ 23)
- Brühwurst (Σ 47)
- Kochwurst (Σ 25)
- Feinkost (Σ 11)
- Konserven (Σ 29)

Alle Proben wurden komplett chemisch untersucht. Es ergaben sich folgende Wertebereiche der Parameter:

- Trockensubstanz 15 – 77 %
- pH-Wert 4,5 – 7,1
- a_w -Wert 0,8 – 1
- Rohprotein 3,5 – 32,0 %
- Fettgehalt 0,5 – 60 %
- gesätt. Fettsäuren 0,5 – 19 %
- Kohlenhydratgehalt 0,1 – 21,3 %
- BEFFE 2 – 31,2
- Nährwert 187,1 – 2.605,5 kJ/100 g
- Salzgehalt 0,5 – 5,5 %
- Keimzahl $100 - 10^8$ KBE/g



Chemische Untersuchung:

Alle 144 Proben wurden einer kompletten laborchemischen Untersuchung unterzogen. Hierfür kamen akkreditierte Methoden, die nach §64 LFGB durchgeführt wurden, zum Einsatz. Untersucht wurden die bereits oben benannten Parameter. Es wurde jeweils eine Doppelbestimmung durchgeführt um Abweichungen in den Ergebnissen zu minimieren bzw. zu vermeiden. Die Bestimmung der Gesamtkeimzahl wurde mittels Spiral-Plate-Verfahren unter aeroben Bedingungen nach 3 Tagen Bebrütung bei 37°C bestimmt.

Spektroskopische Untersuchung:

Alle Proben wurden dem Partner fzmb durch die Gönnataler zu Verfügung gestellt. Es handelt sich dabei einerseits um Frischfleisch, um die Schwankungsbreite der Ausgangsprodukte zu bestimmen. Andererseits um Endprodukte, die speziell für dieses FuE-Vorhaben hergestellt wurden und in ihrer Zusammensetzung nicht dem Qualitätsstandard entsprechen. Die Proben waren nicht für den menschlichen Verzehr geeignet.

Alle Proben (Probenmenge > 400 g / Probe) wurden mittels Messermühle (Grindomix GM 200, Firma Retsch) zerkleinert und homogenisiert. Die Probenmenge wurde geteilt. Jeweils 200 g wurden für eine chemische Analyse herangezogen. Die verbleibenden 200 g waren die Basis für die Untersuchung der spektralen Charakteristik. Alle Proben wurden in einem Wellenlängenbereich von 950-2850 nm in diffuser Reflexion vermessen. Hierfür wurde ein Labormessgerät (Bruker MPA) verwendet. In der nachfolgenden Abbildung sind die spektralen Verläufe aller untersuchten Proben dargestellt.

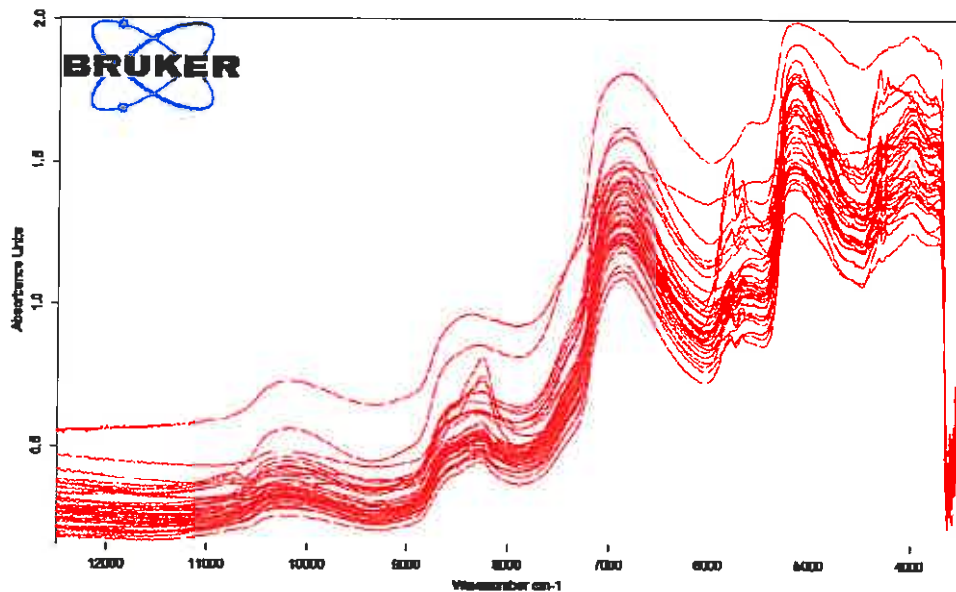


Abbildung 1: Spektrale Charakteristik aller untersuchter Proben im Wellenlängenbereich von 950-2850 nm (entspricht Wellenzahl 12.500-3.500 cm^{-1})

Anschließend wurde eine Datenbank aufgebaut, in der sowohl die Spektraldaten als auch die chemischen Analysewerte integriert wurden. Diese Datenbank bildet die Basis für die Entwicklung von Kalibrationsmodellen. Hierfür wurde die Software OPUS verwendet, die die Möglichkeit zur selbstständigen Optimierung eines Kalibrationsmodells bietet. Auf die Spektren wurden unterschiedliche Vorverarbeitungsmethoden angewendet. Dazu zählen u.a. Glättung, Ableitung, Vektornormierung, Offsetkorrektur. Die Regression wurde mittels PLS-Algorithmus (Partial-Least-Squares, dt: Methode der kleinsten Fehlerquadrate) durchgeführt. Alle Kalibrationen wurden durch Kreuzvalidierungen bewertet. Für alle oben genannten Parameter konnten Kalibrationsmodelle erstellt werden.



In Tabelle 1 sind die Kennwerte der entwickelten Kalibrationsmodelle je Parameter ersichtlich. Zur Grundgesamtheit gehörten immer alle 144 Proben. Ausreißer wurden nicht eliminiert.

Tabelle 1: Kenndaten der Kalibrationsmodelle erstellt durch PLS

Parameter	Wertebereich	R ²	RMSECV	RPD	Rang
Trockensubstanz	15 – 77 %	99,39	0,89	12,8	10
pH-Wert	4,5 – 7,1	49,24	0,31	1,4	7
a _w -Wert	0,8 – 1	84,14	0,01	2,51	10
Rohprotein	3,5 – 32,0 %	92,89	1,24	3,75	5
Fettgehalt	0,5 – 60 %	85,27	2,61	3,61	2
gesätt. Fettsäuren	0,5 – 19 %	97,07	0,69	5,84	10
BEFFE	2 – 31,2	77,0	1,82	2,09	8
Salzgehalt	0,5 – 5,5 %	87,34	0,33	2,81	10
Keimzahl	10 ² – 10 ⁸ KBE/g	77,34	1*10 ⁴	2,11	10

Die Parameter Nährwert und Gesamtkohlenhydrate werden berechnet. Eine Kalibration hierfür wurde vorläufig nicht erstellt.

Abbildung 1 zeigt ein Streudiagramm für den Parameter Gesamt fettgehalt der Kalibration, die mittels PLS erstellt wurden.

Erkennbar ist, dass aus der Grundgesamtheit von 144 Proben, die als Datensatz in die Berechnung eingingen, nur 6 als Ausreißer definiert wurden. Als mögliche Ursache können hier einerseits Abweichungen in den Referenzwerten genannt sein. Andererseits können bei der Aufnahme der Spektraldaten Abweichungen u.a. durch Fremdlichteinfall entstanden sein. Die Eliminierung von 6 Proben aus einem Datenpool von 144 (≈4%) ist akzeptabel.

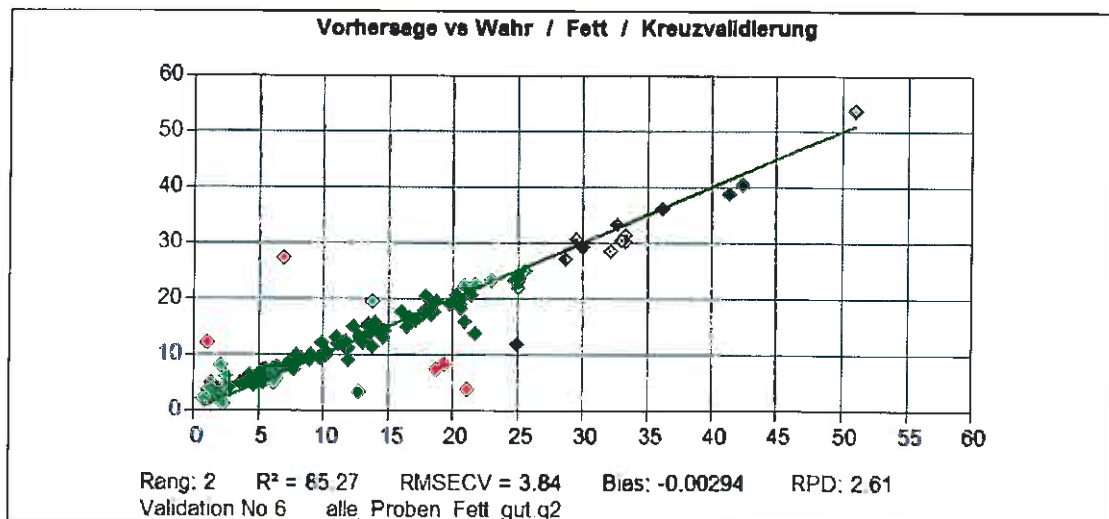


Abbildung 1: Streuplot des Kalibrationsmodells Gesamt fettgehalt, erstellt durch PLS

Zur Einschätzung der erstellten Vorhersagemodelle kann der RPD-Wert herangezogen werden. Hier gilt: Je höher der RPD desto besser ist das Modell. Nach Williams et al. (*“Variables affecting near infrared reflectance spectroscopic analysis”*, Zeitschrift: Near-Infrared Technology in the Agriculture and Food Industry, 1987) sind Kalibrationsmodelle mit einem RPD < 2,3 als ungenügend einzuschätzen. Methoden mit einem RPD < 3 sind als Screeningmethoden einsetzbar und Methoden mit einem RPD > 5 können zur Qualitätskontrolle eingesetzt werden.



Basierend auf dieser Einschätzung könne die Modelle für die Gesamtkeimzahl, den pH-Wert sowie den BEFFE-Werte als mangelhaft eingeschätzt werden. Die Modelle für a_w -Wert, Proteingehalt, Fettgehalt und Salzgehalt sind für ein Screening geeignet. Einzig die Modelle für die Trockensubstanz und die gesättigten Fettsäuren waren bereits so gut, dass sie für die Qualitätskontrolle eingesetzt werden könnten.

Am fzmb standen neben der PLS noch weitere Möglichkeiten zur Erstellung von Kalibrationsmodellen zur Verfügung. Dazu zählen neben sog. genetischen Algorithmen auch künstliche neuronale Netze (KNNs). Für den Einsatz von KNNs stehen Softwaretools für den Einsatz in MatLab zur Verfügung.

Hier sei beispielhaft ein Kalibrationsmodell für den Parameter Gesamtfettgehalt gezeigt, welches mittels KNN erstellt wurde. Die in das Netz integrierten Daten sind identisch mit denen, die für die Erstellung der Kalibration mittels PLS verwendet wurden.

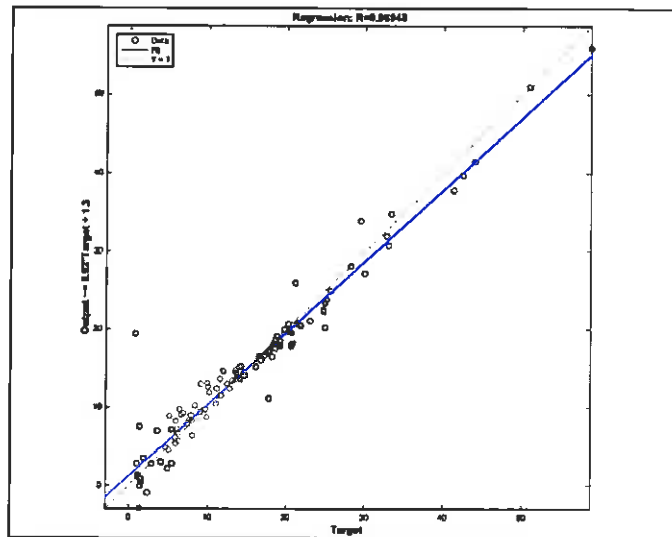


Abbildung 1: Streuplot des Kalibrationsmodells Gesamtfettgehalt, erstellt durch KNN

Das erstellte Vorhersagemodell enthält alle 144 Datensätze, keine Probe wurde als Ausreißer definiert. Das KNN-Modell für den Gesamtfettgehalt hat die in Tabelle 2 dargestellten Kenndaten.

Tabelle 2: Kenndaten des Kalibrationsmodells Gesamtfettgehalt erstellt durch KNN

Parameter	Wertebereich	R ²	RMSECV	RPD
Gesamtfettgehalt	15 – 77 %	96,95	0,9	4,1

Aktuell wird für jeden Parameter ein Vorhersagemodell erstellt, bei dem KNNs zum Einsatz kommen. Es konnte gezeigt werden, dass durch den Einsatz alternativer Berechnungsmethoden die Qualität der Kalibrationsmodelle verbessert werden kann.



3. Zusammenfassung und Bewertung der Ergebnisse

Im Projekt konnte gezeigt werden, dass eine Qualitätskontrolle von Wurstwaren aus Weißfleisch (speziell Pute) mittels NIR grundsätzlich möglich ist. Im Verlauf des Vorhabens wurden >140 Wurst- und Fleischproben des Partners Gönntaler Putenspezialitäten im Wellenlängenbereich zwischen 950-2850 nm spektral untersucht. Alle vermessenen Proben wurden einer kompletten chemischen Inhaltsstoffanalyse unterzogen, in Anlehnung an die geforderten Werte der Lebensmittelinformationsverordnung. Sowohl die aufgenommenen Spektraldaten als auch die Ergebnisse der chemischen Analyse bildeten die Grundlage für eine Datenbank. Mittels der Daten in dieser Datenbank konnten durch den Einsatz von PLS und künstlichen neuronalen Netzen für jeden einzelnen Parameter der BIG7 Vorhersagemodelle entwickelt werden, die eine ausreichende Genauigkeit zeigten. Neben den BIG7-Parametern (Kohlenhydrate, davon Zucker, Fett, davon gesättigte Fettsäuren, Eiweiß, Salz und Nährwert) konnten auch Modelle für die Parameter pH-Wert, a_w -Wert, BEFFE und Gesamtkeimzahl erstellt werden.

Durch die chemische Analyse aller untersuchten Proben konnte der Partner Gönntaler Puten sein Wissen die Rohprodukte und die daraus entstehenden Endprodukte erweitern. Aktuell liegen Daten vor, die dem Partner zeigen, wie sehr sowohl der Fett-, Protein- als auch Wassergehalt bei Putenfleisch in Abhängigkeit des Fleischalters schwankt. Diese Daten haben einen direkten Einfluss auf die Produktion der Wurstwaren beim Partner. Es kommt ggf. zur direkten Anpassung der Rezepturen in Abhängigkeit des Schlachalters der Tiere.

Die Ergebnisse des Vorhabens bilden die Grundlage für die eigentliche Entwicklung eines NIR-basierten Messsystems für die Qualitätsüberwachung bei der Wurstherstellung. Aus dem Projekt wurden wertvolle Erkenntnisse bezüglich der unterschiedlichen spektralen Eigenschaften von Fleisch zu Wurstwaren gewonnen. Dem Partner fzmb steht ein wertvoller Datensatz zur Verfügung, mit dessen Hilfe grundlegende Entscheidungen für die Endgerät (Beleuchtung, Spektral- bzw. Wellenlängenbereich, Design des Gerätes, Design der Software, Implementierung in das QM-System des Partners Gönntaler Puten, Schnittstellen usw.) getroffen werden können.

Die Partner werden die Entwicklung des Endgerätes in einem separatem FuE-Vorhaben vorantreiben. Unter den aktuellen Bedingungen sowie den Ergebnissen dieses Vorhabens sehen die Partner keine Einschränkungen bei der Entwicklung der NIR-basierten Qualitätskontrolle für Wurstwaren aus Putenfleisch.

4. Angaben zu erworbenen bzw. angemeldeten Schutzrechten für Vorhabens- ergebnisse

Die Schutzrechtsfähigkeit der im Vorhaben erarbeiteten Lösungsansätze und Methoden wird derzeit geprüft.



5. Zusammenstellung aller durchgeführten und geplanten Veröffentlichungen (Artikel in Zeitschriften, Seminare, Schulungen, Vorträge, Messen, Ausstellungen, Präsentationen)

durchgeführte Veröffentlichungen

- S. Liebold / M. Lange: „Ergebnisse des F&E-Vorhabens NIR-Puten 1 – eine Vorstudien“, Präsentation 18.01.2017
- S. Liebold, Abschlussvortrag Projekt „NIR-Puten 1 – eine Vorstudie“, Forschungs-Kolloquium des fzmb, 16.02.2017

geplante Veröffentlichungen

- Veröffentlichung der Ergebnisse in Journal of Near Infrared Technologie und in NIR-News, geplant für 2. Quartal 2017
- Veröffentlichung der Ergebnisse in Near News, geplant 3. Quartal 2017
- Veröffentlichung in „Fleischwirtschaft“, geplant 4. Quartal 2017