

KWALITEITSONDERZOEK

Onderzoek naar de toepassingsmogelijkheden van geavanceerde analyseapparatuur bij de kwaliteitsbepaling van suikerbieten

Projectleider: A.W.M. Huijbregts

1. Inleiding

Om te komen tot een optimale suikerbietenteelt, is een juiste kwaliteitsbeoordeling van de geteelde bieten noodzakelijk. Het gaat hierbij om het vaststellen van de interne kwaliteit, die samenhangt met de bietsamenstelling, en de externe kwaliteit, die voornamelijk bepaald wordt door de hoeveelheid meegeleverde grond, kop en bladresten. De huidige kwaliteitsbepaling is gebaseerd op het nemen van monsters uit een partij. Deze monsters worden vervolgens gewassen en gekopt ter bepaling van het tarrapercentage. Hierna wordt van de gewassen nettobieten in een zaagmachine brij verkregen voor bepaling van de interne kwaliteit. Dit is een werkelijke procedure, waarmee slechts een beperkt aantal kwaliteitsbepalende parameters kan worden vastgesteld. Nieuwe geavanceerde technieken bieden wellicht de mogelijkheid om op grote schaal tegen beperkte kosten zowel de interne als externe kwaliteit goed te kunnen beoordelen.

In 2002 is een methode uitgetest waarbij in het tarreerlokaal perssapanalyses met nabij-infraroodspectroscopie (NIRS)-apparatuur kunnen worden uitgevoerd. Gebleken is dat deze methode goed voldoet voor de bepaling van het suikergehalte en wellicht ook toepasbaar is voor de bepaling van andere kwaliteitsbepalende parameters bij suikerbieten. In 2003 is dit onderzoek voortgezet.

Verder is in de periode 2000-2002 onderzoek gedaan naar de toepasbaarheid van beeldanalyse-apparatuur in het tarreerlokaal voor de bepaling van het koptarrapercentage.

Dit onderzoek is eveneens voortgezet, waarbij het accent lag op de bepaling van de koptarrapercentages bij monsters zoals deze in de tarreerlokalen van de suikerindustrie worden verwerkt (rûpromonsters).

2. Werkwijze

2.1 NIRS

Bij het NIRS-onderzoek aan perssap zijn de volgende aspecten uitgevoerd:

- het door Venema gefabriceerde perssysteem is verder geoptimaliseerd voor de toepassing met het NIRS-systeem;
- de betrouwbaarheid van het systeem is nagegaan door de herhaalbaarheid te testen en de invloed na te gaan van veroudering van de brij en het sap evenals de effecten van invriezen/ontdooien. Ook is bij vier monsters nagegaan of er verschil was in ana-

lyseresultaat tussen het eerste gedeelte en het laatste gedeelte van het perssap. Voor de herhaalbaarheid is het perssap van vijf monsters ieder vijf keer geanalyseerd. Verder zijn bij vijf monsters van ieder monster vijf submonsters brij genomen, die ieder apart zijn geperst en geanalyseerd. Het effect van de veroudering van de brij is nagegaan door bij tien monsters zowel verse brij (direct na de zagen) als brij na circa 20 minuten staan (na de Venema-analyse) te meten. Bij de verouderingsproef van het perssap werd het sap vers en na 15, 30 en 60 minuten gemeten. Om het effect van invriezen en ontdooien te bestuderen, werden tien monsters geanalyseerd voor invriezen en na tien dagen bij -20°C en vervolgens ontdooid bij kamertemperatuur;

- perssap van brijmonsters van uiteenlopende proefvelden is met het NIRS-systeem geanalyseerd en gebruikt om de calibratie en validatie van suiker (polarimetrisch), K, Na en α -aminostikstof verder te optimaliseren;
- in samenwerking met het laboratorium van professor M. Meurens (Universiteit van Louvain-la-Neuve, België) is apparatuur getest die daar ontwikkeld wordt en waarmee in een deel van het NIR-gebied (700-1.100 nm) kan worden gemeten. Hiervoor is het perssap van ruim 160 monsters met beide systemen geanalyseerd;
- gestart is met het opstellen van calibraties voor sacharose, betaïne, glutamine, glucose, fructose en raffinose. Voor verdere calibratie en validatie zijn filtraten van monsters, die met NIRS zijn geanalyseerd, ingevroren voor HPLC-analyse van deze stoffen.

2.2 Beeldanalyse

Voor de toepassing van de beeldanalysesystemen voor bepaling van de koptarra is door Cruse Leppelmann Kognitionstechnik GmbH (CLK) een procedure ontwikkeld om de camera op de juiste wijze te kunnen instellen en de instellingen te kunnen controleren. Met de gewijzigde instellingen is het onderzoek voor de bepaling van de koptarra bij monsters hele bieten op het IRS voortgezet. Verder is in het tarreerlokaal van de suikerfabriek in Dinteloord een tweede systeem geïnstalleerd. Met dit systeem zijn van een groot aantal rûpromonsters opnamen gemaakt om de koptarrabepaling voor rûpromonsters verder te optimaliseren. Naast de beeldanalysesoftware van CLK is in samenwerking met Subel (België) de toepasbaarheid van alternatieve soft-

ware onderzocht.

3. Resultaten

3.1 NIRS

Aanpassing systeem

De slang van de pers naar het NIRS-systeem is voorzien van een trechter met slangenpompje, waardoor de kans dat er luchtbellens in de NIRS-cel komen aanzienlijk is verminderd.

Betrouwbaarheid

In tabel 1 staan de standaardafwijkingen voor suiker, K, Na, α -aminostikstof en de WIN weergegeven bij meerdere keren analyseren van hetzelfde perssap en van perssap van submonsters van dezelfde brij. Alleen bij natrium is de standaardafwijking groot ten opzichte van het gemeten gemiddelde gehalte (4,5 mmol/kg biet). De analyseresultaten bepaald in het eerste en het laatste gedeelte van het perssap zijn samengevat in tabel 2. De

resultaten blijken niet afhankelijk van welk gedeelte van het perssap met de NIRS geanalyseerd wordt. De analyseresultaten voor het bepalen van de effecten van de veroudering van de brij zijn samengevat in tabel 3. Alleen bij α -aminostikstof is een significant verschil gevonden tussen NIRS en de referentiemethode. Dit verschil hing echter niet samen met de veroudering van de brij.

De resultaten van de veroudering van het perssap zijn samengevat in tabel 4. De statijd van het perssap heeft blijkbaar invloed op de analyseresultaten. De verschillen worden echter pas significant als het sap een half uur of langer heeft gestaan.

Het effect van bevriezen en ontdooien is samengevat in tabel 5. Het invriezen en vervolgens ontdooien blijkt invloed te hebben op de NIRS-meting. Met name de meting van suikergehalte en α -aminostikstof werden door het bevriezen en ontdooien significant hoger. Indien perssap van brijmonsters na invriezen met NIRS bepaald moet worden, is het dus noodzakelijk om hiervoor uit te gaan van een aangepaste calibratie.

Tabel 1. Standaardafwijkingen bij herhaalde analyse van perssap en brij met NIRS (2003).

	suiker (%)	K (mmol/kg biet)	Na (mmol/kg biet)	α -amino N (mmol/kg biet)	WIN
perssap	0,04	1,5	0,7	1,2	0,2
brij	0,09	1,2	0,6	0,8	0,2

Tabel 2. Analyseresultaten van de referentiemethode en van NIRS-analyses van het eerste en laatste gedeelte van het perssap (2003).

methode	suiker (%)	K (mmol/kg biet)	Na (mmol/kg biet)	α -amino N (mmol/kg biet)	WIN
referentie	19,80	42,5	1,5	10,6	92,2
NIRS begin	19,97	39,8	0,9	10,2	92,8
NIRS eind	19,88	40,0	1,5	11,0	92,6
LSD 5%	0,20	2,2	0,6	1,4	0,2
significantie	NS	S	NS	NS	ZS

Tabel 3. Analyseresultaten van de referentiemethode en van NIRS-analyses van perssap van verse en verouderde brij (2003).

methode	suiker (%)	K (mmol/kg biet)	Na (mmol/kg biet)	α -amino N (mmol/kg biet)	WIN
referentie	16,58	42,1	3,6	23,8	89,0
NIRS vers	16,64	43,2	4,0	22,9	89,0
NIRS oud	16,62	43,1	4,2	22,8	89,0
LSD 5%	0,05	1,6	0,7	0,6	0,2
significantie	NS	NS	NS	ZS	NS

Tabel 4. NIRS-analyses van perssap van verschillende ouderdom (2003).

methode	suiker (%)	K (mmol/kg biet)	Na (mmol/kg biet)	α -amino N (mmol/kg biet)	WIN
NIRS vers	18,14	46,4	4,5	16,8	90,1
NIRS 15 min	18,17	47,3	4,6	16,9	89,9
NIRS 30 min	18,17	47,6	5,1	16,8	89,9
NIRS 60 min	18,24	49,2	5,4	16,3	89,7
LSD 5%	0,03	1,2	0,6	0,8	0,2
significantie	ZS	ZS	ZS	NS	S

Tabel 5. Analyseresultaten van de referentiemethode en van NIRS-analyses van perssap van verse brij en van ingevroren brij na ontdooien (2003).

methode	suiker (%)	K (mmol/kg biet)	Na (mmol/kg biet)	α -amino N (mmol/kg biet)	WIN
referentie	16,59	39,9	5,5	13,0	90,2
NIRS vers	16,70	41,0	5,2	13,8	90,1
NIRS invriezen	17,07	41,0	4,6	15,6	90,4
LSD 5%	0,19	3,8	0,7	1,4	0,4
significantie	ZS	NS	S	ZS	NS

Tabel 6. Standaardafwijking (s.d.) en R^2 van de NIRS-validatie voor suiker, K, Na, α -aminostikstof en WIN in 2002 en 2003.

	2003 zonder Walsoorden		2003 totaal		2002	
	s.d.	R^2	s.d.	R^2	s.d.	R^2
suiker (%)	0,15	0,99	0,16	0,99	0,11	0,99
K (mmol/kg biet)	3,0	0,79	3,3	0,79	3,0	0,77
Na (mmol/kg biet)	1,2	0,58	1,3	0,58	1,6	0,65
α -amino N (mmol/kg biet)	1,4	0,92	1,5	0,92	1,4	0,94
WIN	0,4	0,88	0,6	0,88	0,4	0,94

Tabel 7. Aantal monsters (n), gemiddelde, standaardafwijking (s.d.), en R^2 voor de NIRS-calibratie van sacharose, betaïne, glutamine, glucose, fructose en raffinose in perssap (2003).

	n	gemiddelde	s.d.	R^2
sacharose (%)	220	16,33	0,17	0,98
betaïne (%)	235	0,165	0,007	0,96
glutamine (%)	238	0,086	0,008	0,97
glucose (%)	233	0,044	0,008	0,69
fructose (%)	234	0,025	0,007	0,70
raffinose (%)	238	0,056	0,009	0,27

Calibratie en validatie voor suiker, K, Na, α -aminostikstof en WIN

Bij de calibratie en validatie voor suiker, K, Na, α -aminostikstof en WIN bleek dat de monsters van een proefveld met gele necrose in Walsoorden buiten de calibratieset vielen. Toevoeging van deze monsters gaf iets slechtere resultaten bij de validatie. In tabel 6 staan de standaardafwijkingen van het verschil tussen NIRS en referentiewaarden en de meervoudige determinatiecoëfficiënten (R^2) weergegeven van de validatieset. Ter

vergelijking zijn eveneens de resultaten van vorig jaar opgenomen. Bij de validatie in 2002 was uitgegaan van circa 170 monsters, terwijl hiervoor in 2003 circa 2.000 monsters zijn gebruikt.

Volgens verwachting is door de uitbreiding van de calibratie- en validatieset de standaardafwijking van het verschil tussen NIRS en referentiewaarden over het algemeen hoger en de R^2 lager dan in 2002. De ontwikkelde methode blijkt echter nog steeds goed toepasbaar voor de bepaling van suiker, α -aminostikstof en WIN.

Nieuwe apparatuur

Met de op de universiteit van Louvain-la-Neuve ontwikkelde apparatuur bleek het mogelijk om de lengte van de cel, waarin het perssap wordt gemeten, aanzienlijk te vergroten, tot circa 30 mm ten opzichte van 0,5 mm bij de huidige NIRS-apparatuur. De resultaten met de nieuw ontwikkelde apparatuur waren echter slechter dan met de huidige NIRS-apparatuur. De reden hiervoor is dat het spectrum tussen 700 en 1.100 nm minder informatie bevat dan het spectrum van 1.100-2.500 nm.

Calibratie van aanvullende kwaliteitsbepalende stoffen

In tabel 7 zijn de calibratiegegevens van sacharose, betaïne, glutamine, glucose, fructose en raffinose samengevat.

Uit de resultaten blijkt dat het wellicht mogelijk is om de NIRS te gebruiken voor de bepaling van sacharose,

betaïne, glutamine en glucose+fructose. Voor raffinose werden geen zinvolle resultaten verkregen. Dit komt doordat de range van raffinose in de monsters nagenoeg even groot was als de verschillen tussen NIRS en de referentiemethode (s.d. 0,011 ten opzichte van 0,009).

3.2 Beeldanalyse

Met de ontwikkelde procedure om de camera in te stellen en te controleren, zijn tijdens campagne 2003 de beeldopnamen van de systemen bij het IRS en in Dinteloord geoptimaliseerd. Na de campagne zijn de beeldopnamen van monsters hele bieten bij het IRS en van rüpromonsters in Dinteloord door CLK gebruikt om de software verder te optimaliseren. De beeldopnamen zijn tevens gebruikt om in samenwerking met Subel alternatieve software te ontwikkelen. De resultaten vormen voldoende aanleiding om tijdens campagne 2004 de toepasbaarheid van de systemen voor de praktijk verder te testen.