
DWTC – project contract nr. NP/43/033 :

**INTRINSIEKE INDICATOREN VOOR DE AUTHENTICITEIT VAN
HITTEBEHANDELDE CONSUMPTIEMELK**

**RESULTATEN VAN DE TWEEDE
ENQUETE EN EEN VERGELIJKING
VAN DE RESULTATEN VAN DE
EERSTE EN TWEEDE ENQUETE BIJ
DE BELGISCHE
CONSUMPTIEMELKBEDRIJVEN**

JANUARI 2000

Ministerie van Middenstand en Landbouw - Centrum voor Landbouwkundig Onderzoek - Gent

Departement Kwaliteit Dierlijke producten en transformatietechnologie
Brusselsesteenweg 370
9090 Melle



Referenties van uw stalen

Om praktische redenen gaven wij elk van uw stalen een nummer. In tabel 1 ziet u met welk nummer elk staal correspondeert.

Tabel 1 : overeenkomst tussen uw referentie en onze nummering

datum aankomst Melle	uw referentie	Hittebehandeling	onze referentie

Resultaten van de analyses

In tabel 2 vindt u de resultaten van de analyses van uw stalen.

In de stalen werden volgende parameters bepaald :

- **Lactulose** (mg/l melk) : dit is een isomerisatieproduct van de melksuiker lactose na hittebehandeling
- **Furosine** (mg/100g proteïne) : dit kan beschouwd worden als een indicator voor de mate waarin de vroege Maillardreactie is doorgegaan. De resultaten worden uitgedrukt per 100g proteïne aangezien de vorming van furosine in sterke mate afhangt van de proteïneconcentratie.
- **Lactoperoxidase** (mg/l melk) : dit is een melkenzym dat geïnactiveerd wordt bij verhitting. Het laat toe onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde en hooggepasteuriseerde melk.
- **Alkalische fosfatase** (kwalitatieve bepaling) : dit is eveneens een melkenzym dat geïnactiveerd wordt bij verhitting. Het laat toe onderscheid te maken tussen rauwe en gepasteuriseerde melk : rauwe melk reageert positief, gepasteuriseerde melk negatief.
- **Eiwitafbraak** (μmol glycine/ml melk) : hierbij worden de eindstandige NH_2 -groepen bepaald. De bepaling wordt eveneens uitgevoerd na 1 maand incubatie bij 37°C . De toename van eindstandige aminogroepen is een maat voor de restprotease-activiteit.
- **β -lactoglobuline** (mg/l melk) : dit is een wei-eiwit waarvan de hoeveelheid zuuroplosbaar β -lactoglobuline een maat is voor de verhitting van de melk.
- **Hittestabiliteit** : dit is de tijd dat de melk mag verhit worden in een gesloten buis bij 135°C vooraleer de melk gaat uitvlokken. De hittestabiliteit daalt bij hogere verhitting van de melk.

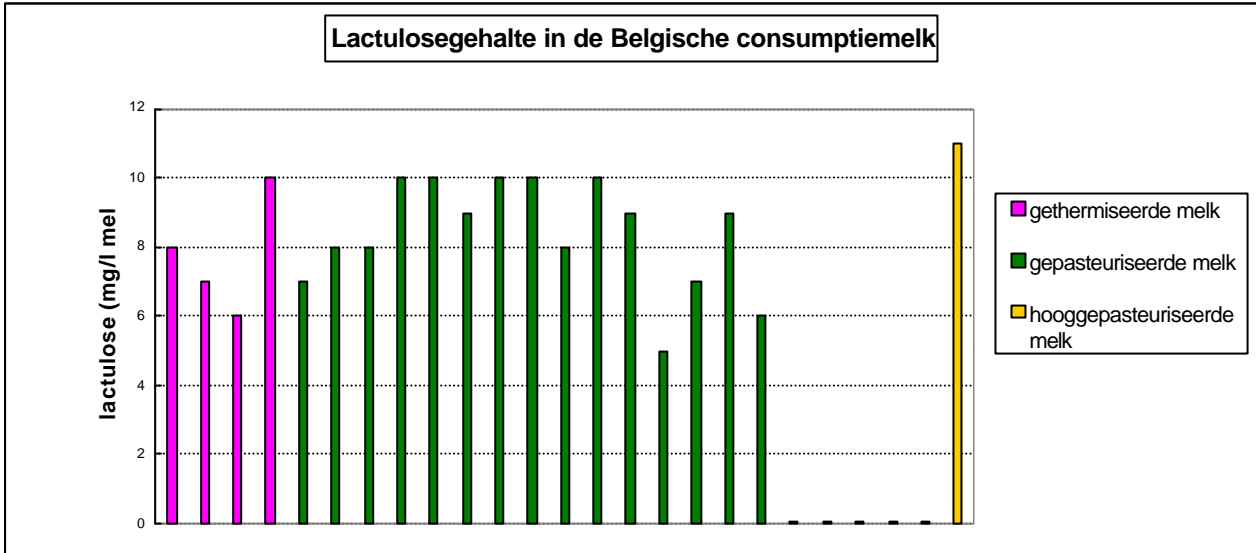
Tabel 2 : resultaten van de analyses van uw stalen

Parameter/ nummer staal	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2
Lactulose (mg/l melk)						
Furosine (mg/100g proteïne)						
Lactoperoxidase (mg/l melk)						
Hittestabiliteit (tijd)						
Alkalische fosfatase (kwalitatief)						
Δ TNBS (μmol glycine/ml)						
β -lactoglobuline (mg/l melk)						
PH						

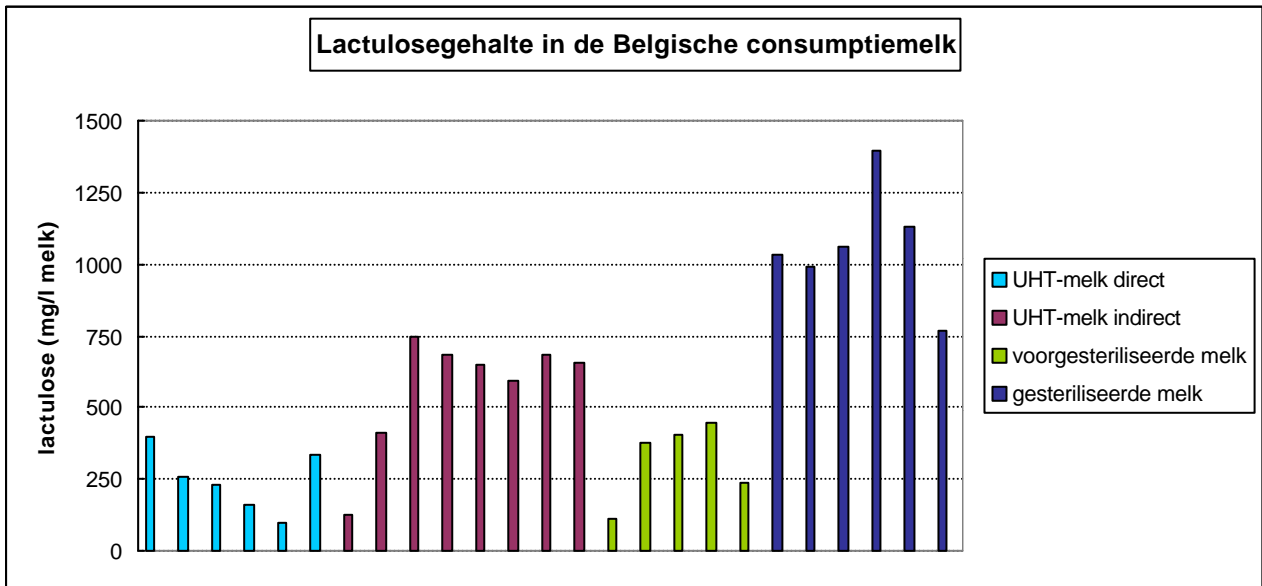
* : De gebruikte lactoperoxidasetest is semi-kwantitatief. Voor de volgende enquêteronde zal zowel de lactoperoxidase- als alkalische fosfatasetest kwantitatief uitgevoerd worden.

Situering van uw producten in het gehele onderzoek

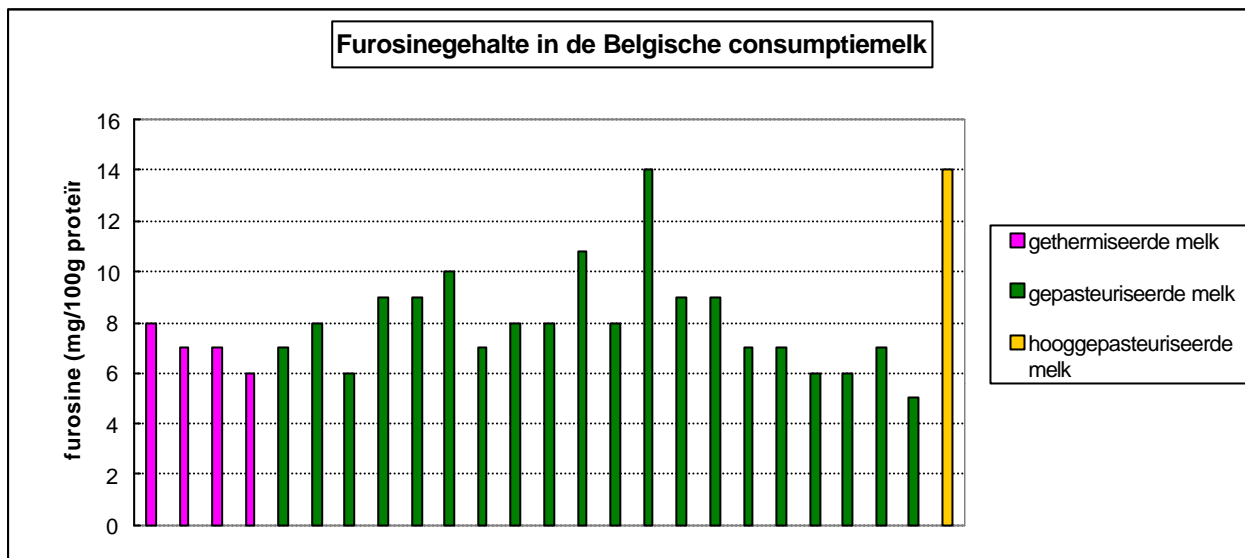
Op de figuren 1 tot en met 6 ziet u respectievelijk de spreiding van het lactulose-, furosine- en β -lactoglobulinegehalte. Op deze figuren zijn uw stalen aangeduid d.m.v arcering. Onder de figuren vindt u telkens van links naar rechts de overeenkomstige nummers van de gearceerde stalen.



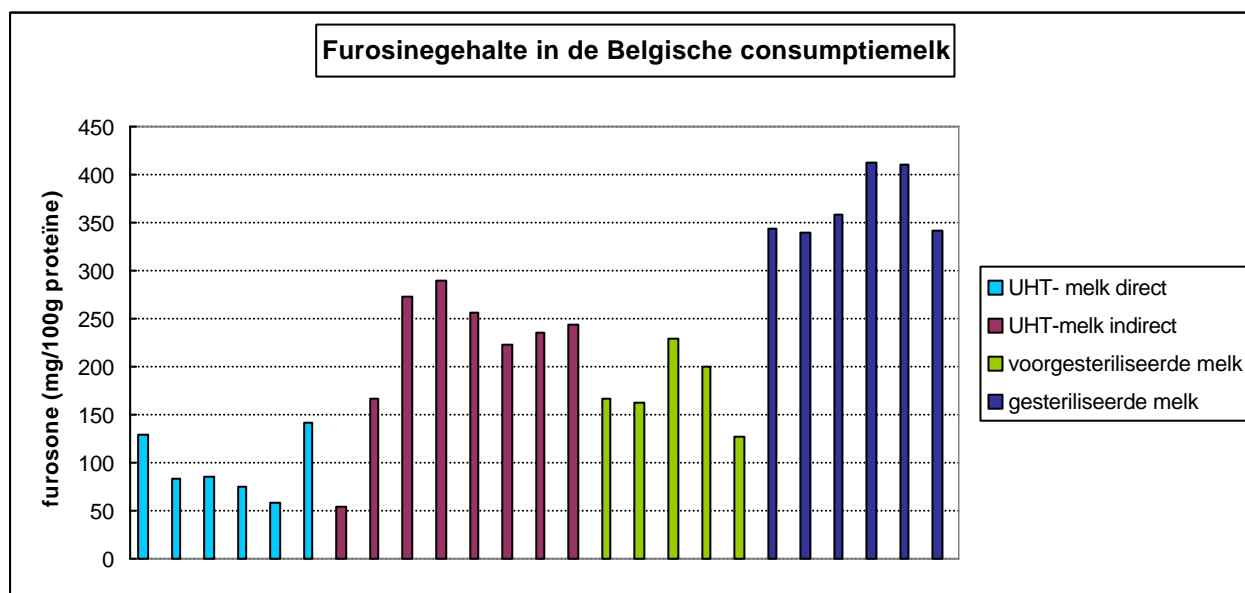
Figuur 1 : spreiding van het lactulosegehalte in de laag-verhitte stalen



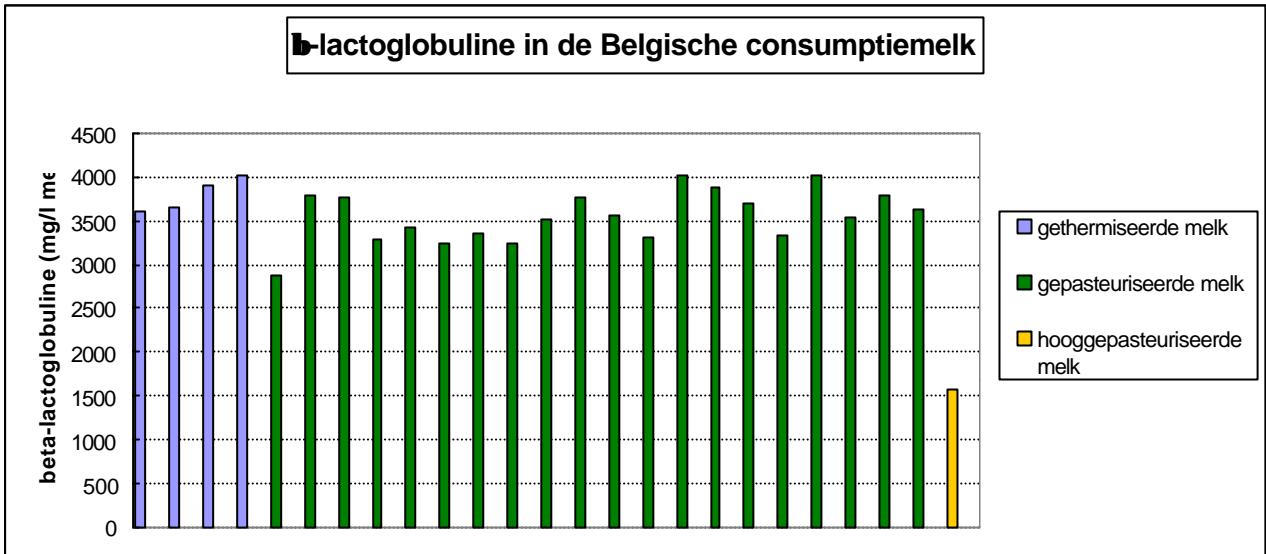
Figuur 2 : spreiding van het lactulosegehalte in de hoog-verhitte stalen



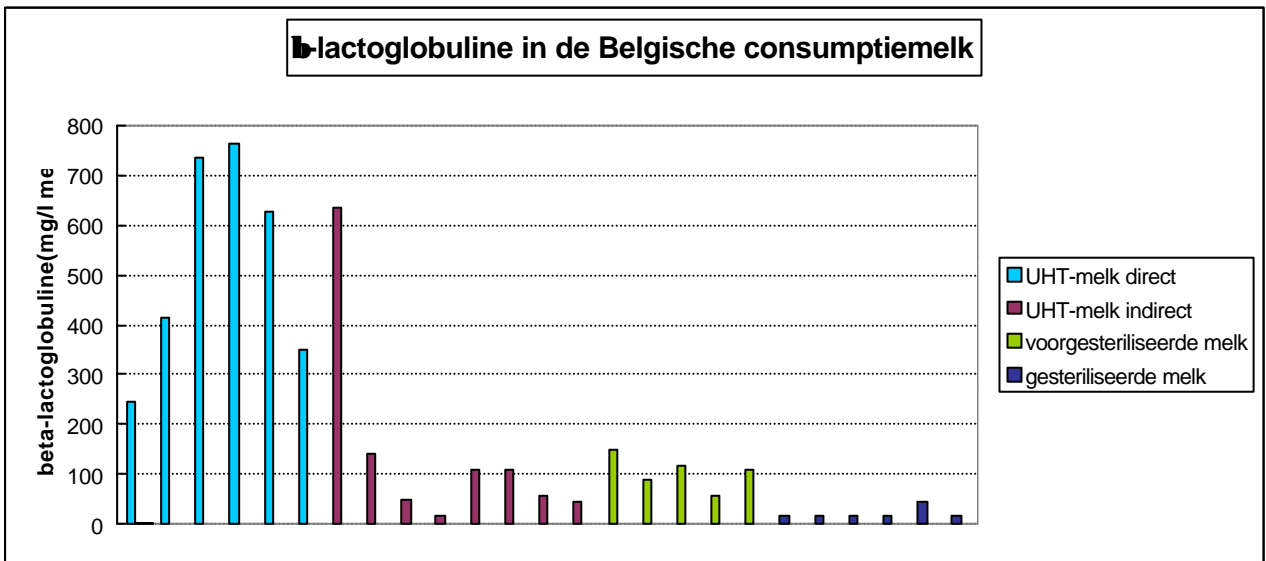
Figuur 3 : spreiding van het furosinegehalte in de laag-verhitte stalen



Figuur 4 : spreiding van het furosinegehalte in de hoog-verhitte stalen



Figuur 5 : spreiding van het β-lactoglobulinegehalte in de laag-verhitte stalen



Figuur 6 : spreiding van het β-lactoglobulinegehalte in de hoog-verhitte stalen

In de tabellen 3, 4 en 5 vindt u voor de parameters lactulose, furosine en β -lactoglobuline de gemiddelden, minimale en maximale waarden, de standaarddeviatie en het aantal stalen voor de verschillende verhittingen. Op deze manier kunt u eveneens zien waar uw producten zich situeren in het onderzoek.

Tabel 3 : gegevens voor de lactuloseconcentratie

verhitting	Gemiddelde	maximum	minimum	standaarddeviatie	aantal waarden
thermisatie	7.75	10	6	1.71	4
pasteurisatie	6.30	10	0	3.97	20
hoogpasteurisatie	11.00	11	11	/	1
UHT direct	245.67	395	99	108.26	6
UHT indirect	569.25	748	127	205.01	8
voorsterilisatie	315.60	447	110	139.10	5
sterilisatie	1062.00	1393	768	203.09	6

Tabel 4 : gegevens voor de furosineconcentratie

verhitting	Gemiddelde	maximum	minimum	standaarddeviatie	aantal waarden
thermisatie	7.00	8	6	0.82	4
pasteurisatie	8.04	14.0	5	2.02	20
hoogpasteurisatie	14.00	14.0	14.0	/	1
UHT direct	95.28	140.7	58.2	32.67	6
UHT indirect	217.34	289.6	53.7	75.79	8
voorsterilisatie	176.64	229.0	127.2	38.77	5
sterilisatie	367.77	412.0	339.2	34.46	6

Tabel 5 : gegevens voor de β -lactoglobulineconcentratie

verhitting	Gemiddelde	maximum	minimum	standaarddeviatie	aantal waarden
thermisatie	3798.25	4022	3611	196.68	4
pasteurisatie	3553.95	4031	2868	298.34	20
hoogpasteurisatie	1582.00	1582	1582	/	1
UHT direct	522.67	764	246	216.08	6
UHT indirect	144.88	635	15	202.36	8
voorsterilisatie	104.40	150	56	34.62	5
sterilisatie	19.67	43	15	11.43	6

Relaties tussen de verschillende parameters

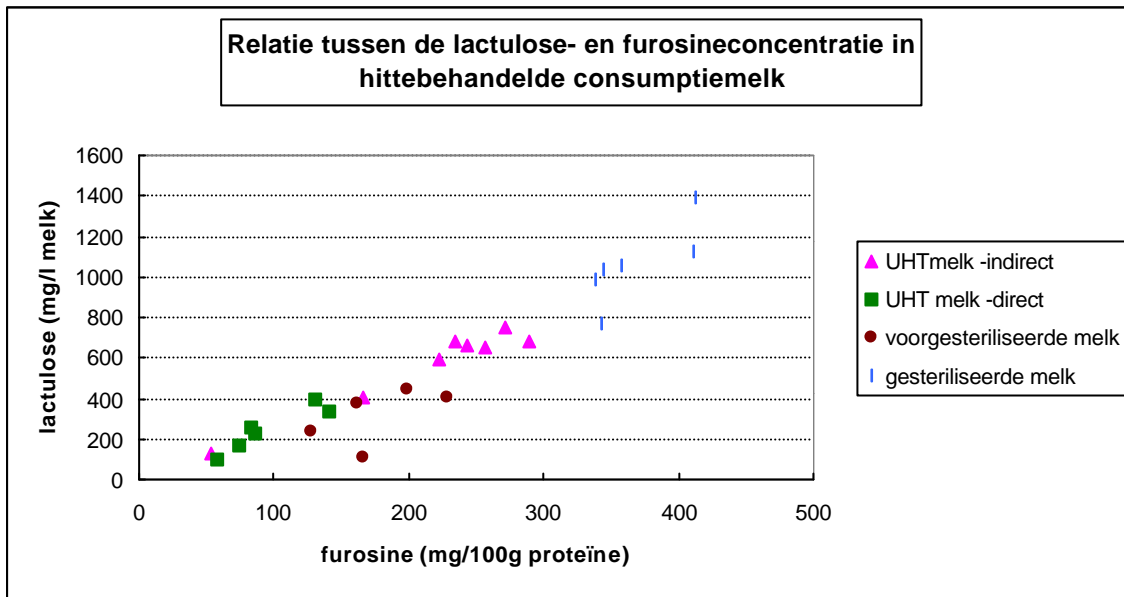
a) relatie tussen de lactulose- en furosineconcentratie

Op figuur 7 wordt het verband tussen de lactulose – en furosineconcentratie in de UHT-, voorgesteriliseerde en gesteriliseerde melkstalen weergegeven. De gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen zijn niet weergegeven aangezien de bepaling van lactulose in deze monsters in de buurt van de detectielimiet ligt.

Lactulose (mg/l) is een isomerisatieprodukt van het melksuiker lactose.

Furosine (mg/100g proteïne) kan beschouwd worden als een indicator voor de mate waarin de vroege Maillardreactie is doorgegaan. De resultaten worden uitgedrukt per 100g proteïne aangezien de vorming van furosine in sterke mate afhangt van de proteïneconcentratie.

Bij een normale verhitting wordt tussen deze twee indicatoren steeds een lineair verband verkregen. Afwijkingen kunnen wijzen op reconstitutie aangezien hoge concentraties furosine gevormd worden bij het drogen van melk, zodat de verhouding lactulose/furosine abnormaal klein wordt.



Figuur 7 : relatie tussen de lactulose – en furosineconcentratie in hittebehandelde consumptiemelk

b) Relatie tussen de β -lactoglobuline – en lactuloseconcentratie

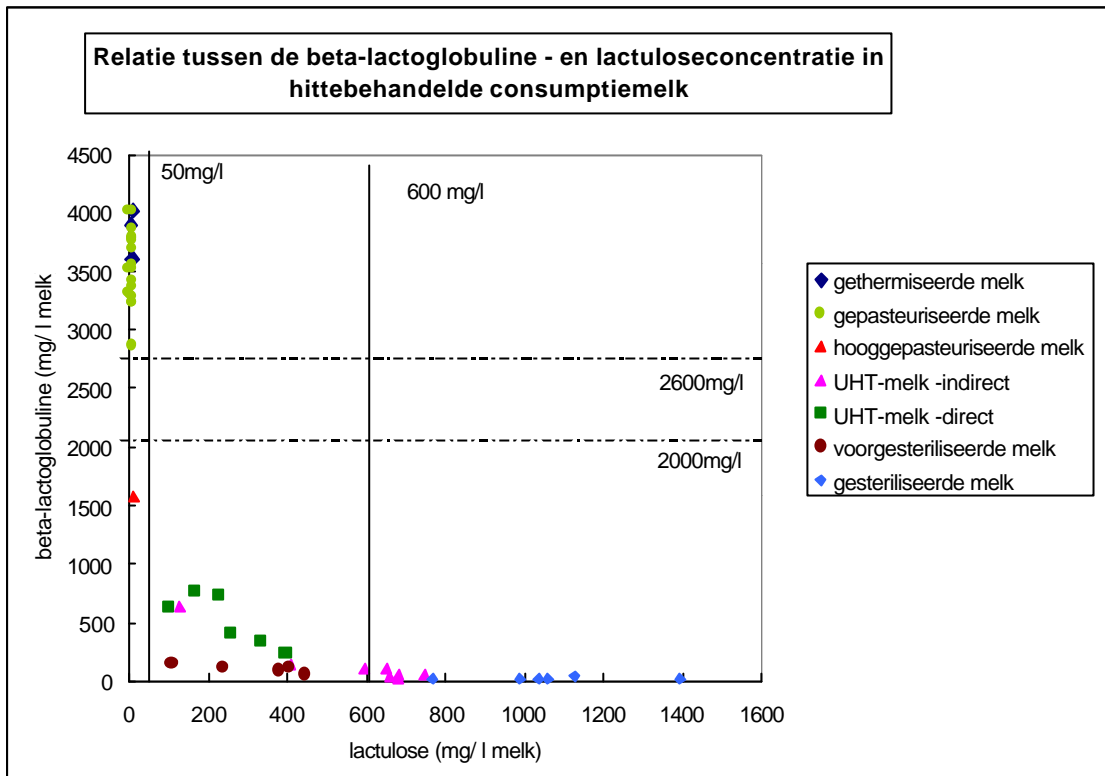
Op figuur 8 wordt het verband tussen de β -lactoglobuline – en lactuloseconcentratie voor de verschillende soorten verhitte melk weergegeven (van thermisatie tot sterilisatie).

β -lactoglobuline (mg/l melk) is een wei-eiwit waarvan de zuuroplosbare hoeveelheid een maat is voor de verhitting van de melk.

De verschillende lijnen die op deze grafiek zijn aangeduid, stellen de mogelijke toekomstige richtlijnen van de Europese Unie voor.

Wat betreft lactulose voldoet het onderzochte hooggepasteuriseerde staal aan de norm van maximum 50 mg/l. Van de hier onderzochte UHT-stalen voldoet 64% aan de norm van maximum 600 mg/l.

Wat betreft β -lactoglobuline is het weinig waarschijnlijk dat de normen effectief zullen doorgevoerd worden. Toch zouden alle gepasteuriseerde en gesteriliseerde stalen voldoen aan de respectievelijke waarden van minimum 2600 mg/l en maximum 50 mg/l. Het hooggepasteuriseerde staal zou niet voldoen moest de norm op minimum 2000 mg/l gesteld worden. Van de UHT-stalen zou 79% van de hier onderzochte stalen voldoen aan de norm van minimum 50 mg/l.



Figuur 8 : relatie tussen de β -lactoglobuline – en lactuloseconcentratie in hittebehandelde consumptiemelk

Aangezien de bepaling van lactulose in de gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen in de buurt van de detectielimiet ligt, werden de verschillende gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen niet geïdentificeerd.

c) Relatie tussen de lactuloseconcentratie en de C_0 – waarde

De temperatuur – tijdcombinaties kunnen uitgedrukt worden a.d.h.v. de F_0 – waarde en de C_0 – waarde.

De C_0 – waarde is de equivalente isotherme procestijd van een hypothetisch verhittingsproces bij een constante referentietemperatuur waarbij een identiek *chemisch* effect bekomen wordt als bij het actueel thermisch proces.

C_0 wordt gedefinieerd als :

$$C_0 = \int_0^{t_p} \frac{dt}{z \cdot (140^\circ C - T(^{\circ}C))}$$

De referentietemperatuur bedraagt hier dus $140^\circ C$.

De z-waarde is de temperatuurstoename om een decimale reductie van de D-waarde te bekomen. De D-waarde is de tijd nodig om bij een constante temperatuur een decimale reductie te bekomen van de initiële concentratie van een hittelabele substantie.

Voor lactulose werd de in de literatuur gevonden z-waarde $22.8^\circ C$ aangewend.

De F- waarde is de equivalente isotherme procestijd van een hypothetisch verhittingsproces bij een constante referentietemperatuur waarbij een identiek *sporendodend* effect bekomen wordt als bij het actueel thermisch proces. De F_0 – waarde is de F – waarde bij de referentietemperatuur $121.1^\circ C$. Voor de berekening werd $z = 10^\circ C$ aangewend.

F_0 wordt gedefinieerd als :

$$F_0 = \int_0^{t_p} 10^{\frac{T(^{\circ}C) - 121.1^{\circ}C}{z}} * dt$$

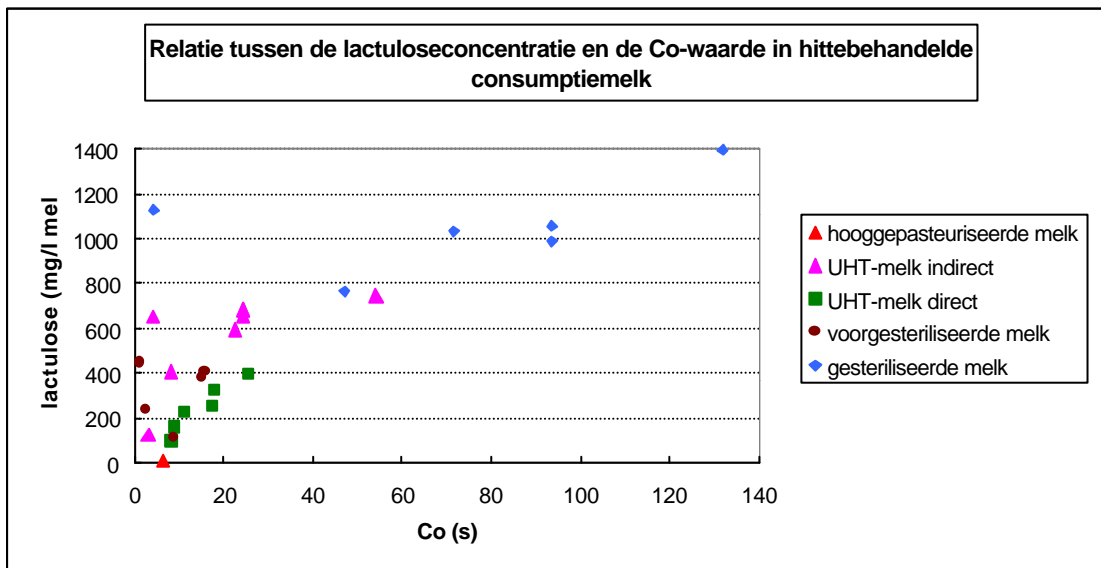
In tabel 6 zijn de op deze manier berekende F_0 – en C_0 –waarden voor uw stalen weergegeven.

Tabel 6 : F_0 en C_0 van uw stalen

Referentie staal	F_0 – waarde (s)	C_0 – waarde (s)

Op figuur 9 wordt het verband weergegeven tussen het lactulosegehalte en de C_0 – waarde voor lactulose. De gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen zijn niet weergegeven aangezien de bepaling van lactulose in deze stalen in de buurt van de detectielimiet ligt.

Afwijkende punten kunnen wijzen op een door de producent onder- of overschatte verhitting.



Figuur 9 : relatie tussen het lactulosegehalte en de C_0 – waarde voor lactulose.

DWTC – project contract nr. NP/43/033 :

INTRINSIEKE INDICATOREN VOOR DE AUTHENTICITEIT
VAN HITTEBEHANDELDE CONSUMPTIEMELK

**RESULTATEN VAN DE TWEEDE
ENQUETE EN EEN VERGELIJKING VAN
DE RESULTATEN VAN DE EERSTE EN
TWEDE ENQUETE BIJ DE BELGISCHE
CONSUMPTIEMELKBEDRIJVEN**

JANUARI 1999

Ministerie van Middenstand en Landbouw – Centrum voor Landbouwkundig Onderzoek – Gent

Departement Kwaliteit Dierlijke producten en transformatietechnologie
Brusselsesteenweg 370
9090 Melle

Referenties van uw stalen

Om praktische redenen kregen al uw stalen een nummer. In tabel 1 ziet u met welk nummer elk staal correspondeert.

Tabel 1 : overeenkomst tussen uw referenties en de gebruikte nummering.

uw referentie	datum monstername	hittebehandeling	gebruikte nummering

In alle stalen werd één of meerdere van onderstaande parameters bepaald.

- **Lactulose** (mg /l melk) :

Lactulose is een isomerisatieproduct van de melksuiker lactose en wordt gevormd bij verhitting van lactose. De bepaling van lactulose laat toe een onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde melk, UHT-melk en gesteriliseerde melk. De bepaling gebeurt colorimetrisch met behulp van enzymen. Het lactulosegehalte werd bepaald in alle stalen behalve in de rauwe melk.

- **Furosine** (mg/100g proteïne) :

Furosine is een indicator voor de mate waarin de vroege Maillardreactie is doorgedaan. Het is het zuur hydrolysaat van ϵ -lactulosyl-lysine, een stabiel Amadori-product. De resultaten worden uitgedrukt per 100g proteïne omdat de vorming van furosine in sterke mate afhangt van het proteïnegehalte. Furosine wordt bepaald d.m.v. IP-RP-HPLC (vloeistofchromatografie). Het furosinegehalte werd bepaald in alle stalen behalve in de rauwe melk.

- **β -lactoglobuline** (mg/l melk) :

β -lactoglobuline is een wei-eiwit dat oplosbaar blijft bij aanzuren van de melk maar dat denatureert bij verhitting. De hoeveelheid zuuroplosbaar β -lactoglobuline kan gebruikt worden als indicator voor de verhitting van melk. De bepaling gebeurt d.m.v. vloeistofchromatografie. Het β -lactoglobulinegehalte werd bepaald in alle stalen behalve in de rauwe melk.

- **Lactoperoxidase** (U/ml melk) :

Lactoperoxidase is een melkenzym dat geïnactiveerd wordt bij verhitting. De bepaling ervan laat toe onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde en hooggepasteuriseerde melk : wanneer de lactoperoxidase geïnactiveerd is, moet de melk het etiket 'hooggepasteuriseerd' dragen. De bepaling van lactoperoxidase gebeurt spectrofotometrisch bij 412nm. Het lactoperoxidasegehalte werd enkel bepaald in de gethermiseerde, gepasteuriseerde en hooggepasteuriseerde melk. Het lactoperoxidasegehalte wordt uitgedrukt in units per ml. Eén unit (U) wordt gedefinieerd als de hoeveelheid enzym dat de oxidatie katalyseert van $1\mu\text{mol}$ ABTS (2,2'-azinobis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonie acid)) per minuut bij 20°C in een 0.1M fosfaatbuffer van pH 6.0 bij concentraties van 10mM ABTS en 1mM H_2O_2 .

- **Alkalische fosfatase** (mg p-nitrofenol/l melk) :

Alkalische fosfatase is een melkenzym dat stabiel is tot bij temperaturen die juist iets hoger liggen dan de temperaturen die nodig zijn om pathogene micro-organismen te vernietigen. Bij hogere temperaturen wordt het enzym geïnactiveerd. De bepaling van alkalische fosfatase laat toe onderscheid te maken tussen rauwe en gepasteuriseerde melk : rauwe melk reageert positief, in gepasteuriseerde melk is het enzym volledig gedenatureerd. De bepaling gebeurt spectrofotometrisch bij 400nm. Alkalische fosfatase werd bepaald in de rauwe, gethermiseerde, gepasteuriseerde en hooggepasteuriseerde melk.

- **Hittestabiliteit** (s) :

De hittestabiliteit is de tijd dat de melk in een gesloten buis bij 140°C kan doorbrengen vooraleer de melk gaat uitvlokken. De hittestabiliteit daalt bij hogere verhitting van de melk. Van alle stalen werd de hittestabiliteit bepaald.

- **Eiwitafbraak** (μmol glycine/ml melk) :

Voor het bepalen van de eiwitafbraak worden de eindstandige aminogroepen in de melk spectrofotometrisch bepaald. De bepaling wordt een tweede keer uitgevoerd na 1 maand incubatie bij 37°C . De toename van eindstandige aminogroepen is een maat voor de restprotease-activiteit. Enkel van de stalen die aseptisch verpakt waren kon de restprotease-activiteit bepaald worden.

Resultaten van de analyses

In tabel 2 vindt u de resultaten van de analyses van uw stalen.

Tabel 2 : resultaten van de analyses van uw stalen

parameter
lactulose (mg/l)
furosine (mg/100g proteïne)
β-lactoglobuline (mg/l)
lactoperoxidase (U/ml)
alkalische fosfatase (mg p-nitrofenol/l)
hittestabiliteit (s)
restprotease-activiteit (μmol glycine/ml)

Algemene resultaten tweede enquête

In onderstaande tabellen vindt u de gemiddelde, minimale en maximale waarde, de standaarddeviatie en het aantal stalen dat per verhitting geanalyseerd werd tijdens de tweede enquête voor de parameters lactulose, furosine, β-lactoglobuline, lactoperoxidase, alkalische fosfatase en de hittestabiliteit. Op de figuren ziet u voor de verschillende parameters de gemiddelde waarden per verhitting. In deze enquête werd slechts één hooggepasteuriseerd staal geanalyseerd. Dit staal is opgenomen in de groep 'pasteurisatie'.

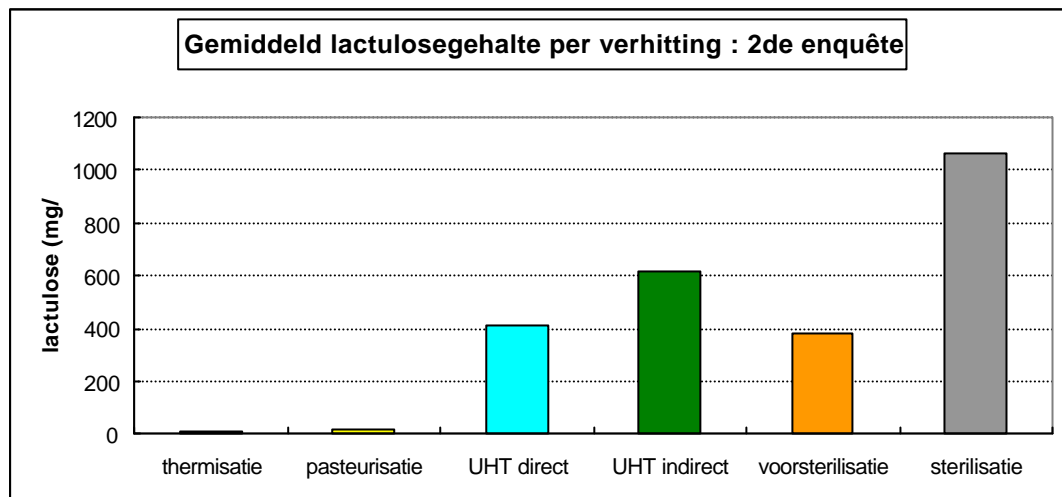
a) lactulose

Tabel 3 : resultaten van de lactulosebepaling (mg/l) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
thermisatie	10.82	4	15	4.41	5
(hoog)pasteurisatie	19.59	4	42	9.69	14
UHT direct	414.22	121	689	261.25	8
UHT indirect	620.13	415	797	187.65	5
voorsterilisatie	380.54	163	810	211.49	7
sterilisatie	1064.37	844	1329	192.85	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)

Uit deze resultaten blijkt duidelijk dat de bepaling van lactulose kan gebruikt worden om een onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde, UHT en gesteriliseerde melk.



Figuur 1 : gemiddeld lactulosegehalte per verhitting

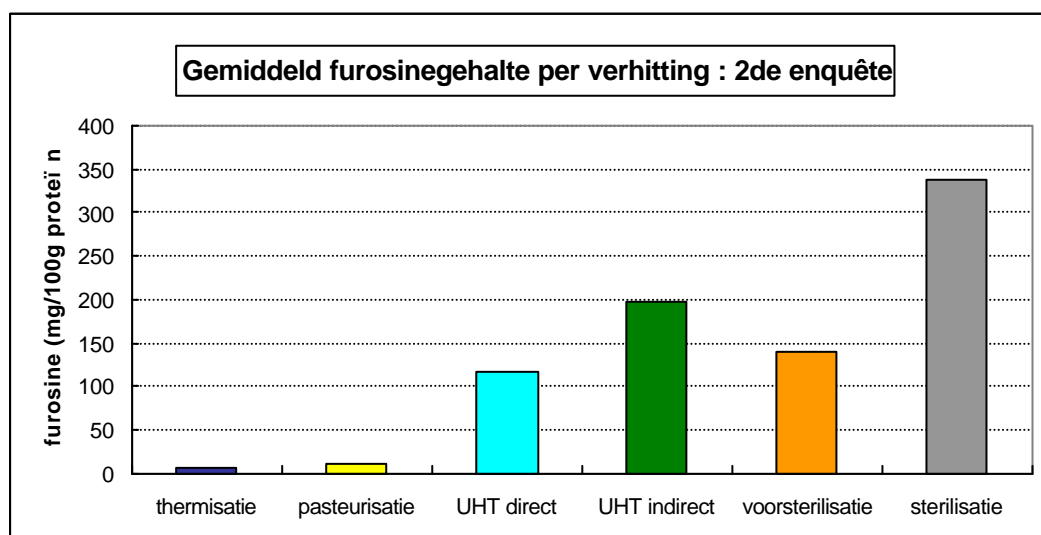
b) furosine

Tabel 4 : resultaten van de furosinebepaling (mg/100g proteïne) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
thermisatie	6.60	4	8	1.52	5
(hoog)pasteurisatie	9.61	6	17.0	2.85	14
UHT direct	116.18	63.3	204.0	54.36	8
UHT indirect	196.38	149.9	254.8	45.94	5
voorsterilisatie	139.23	79.1	251.0	56.82	7
sterilisatie	336.94	272.7	407.7	45.61	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)

De gemiddelde furosinegehaltenes voor de verschillende verhittingen zijn hoog in vergelijking met vorig onderzoek verricht op het DVK en gegevens uit de literatuur. Voor de gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen dient wel opgemerkt te worden dat het om tussenproducten in de productie van consumptiemelk gaat en niet om eindproducten.



Figuur 2 : gemiddeld furosinegehalte per verhitting

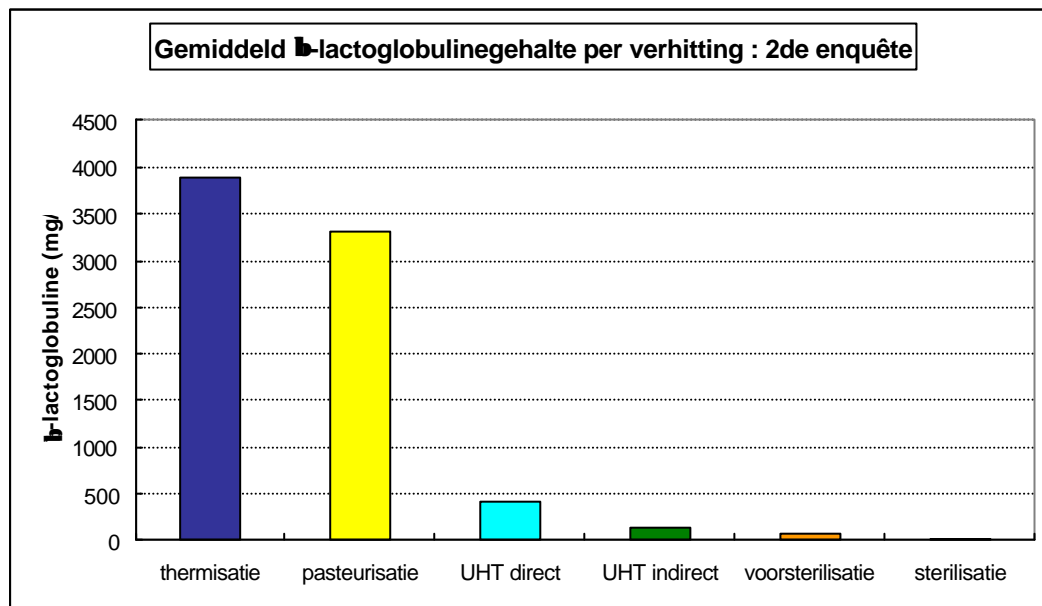
c) β -lactoglobuline

Tabel 5 : resultaten van de β -lactoglobulinebepaling (mg/l) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
thermisatie	3896.00	3650	4093	169.83	5
(hoog)pasteurisatie	3311.50	1767 (HP)	3718	505.98	14
UHT direct	414.75	68	899	342.93	8
UHT indirect	134.00	65	215	58.68	5
voorsterilisatie	81.57	< 15	187	62.60	7
sterilisatie	<15	<15	<15	0.00	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting \neq analytische standaarddeviatie)

Bij de directe UHT stalen wordt een zeer grote spreiding vastgesteld (zie figuur 12).



Figuur 3 : gemiddeld β -lactoglobulinegehalte per verhitting

d) lactoperoxidase

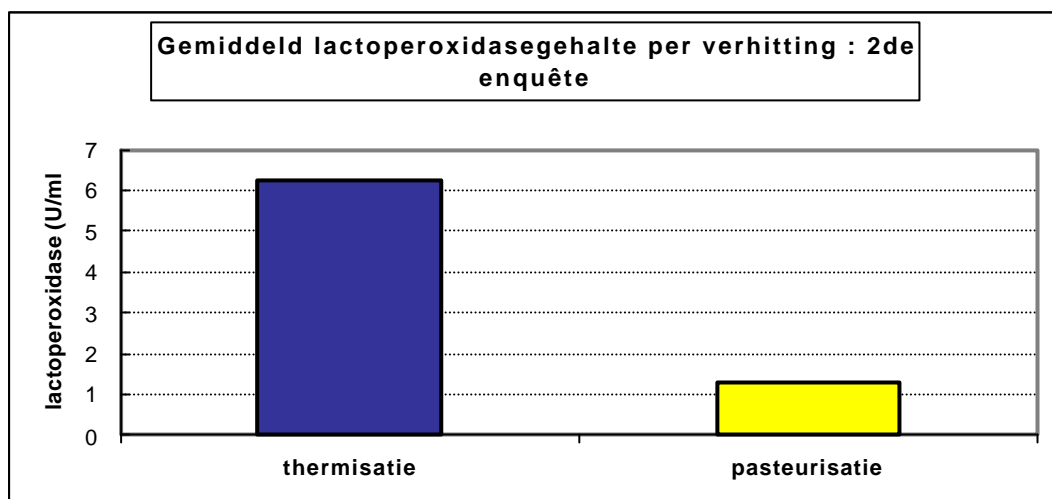
Tabel 6 : resultaten van de lactoperoxidasebepaling (U/ml) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
thermisatie	6.26	3.46	7.56	1.63	5
(hoog)pasteurisatie	1.28	nd	5.36	1.87	14

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting \neq analytische standaarddeviatie)

nd : niet detecteerbaar

Het staal met het hoogst lactoperoxidasegehalte in de groep gepasteuriseerde stalen (5.36U/ml) werd door de producent als 'hooggepasteuriseerd' omschreven. Het staal met de hoogste lactoperoxidase-activiteit van de overige gepasteuriseerde stalen bevatte 5.03U/ml. In 4 gepasteuriseerde stalen kon geen lactoperoxidase-activiteit meer gevonden worden hoewel de stalen door de producent niet als hooggepasteuriseerd werden beschouwd.



Figuur 4 : gemiddeld lactoperoxidasegehalte per verhitting

e) alkalische fosfatase

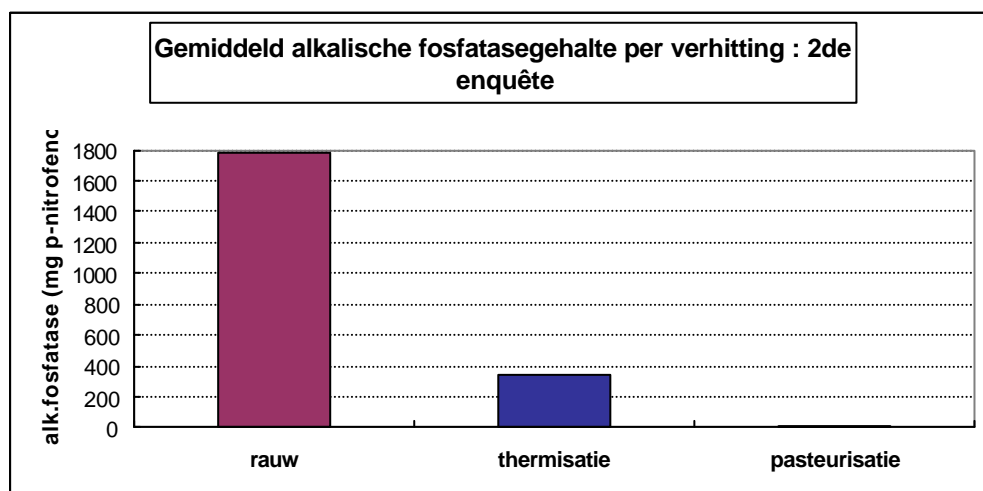
Tabel 7 : resultaten van de alkalische fosfatasebepaling (mg p-nitrofenol/l) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
rauwe melk	1774.30	158	4257	1094.05	20
thermisatie	345.80	nd	1123	474.34	5
(hoog)pasteurisatie	8.29	nd	22	8.89	14

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)
 nd : niet detecteerbaar

Bij de rauwe melk wordt een zeer grote spreiding vastgesteld (RSD @ 60%). De vraag kan dan ook gesteld worden of de stalen met een laag alkalische fosfatasegehalte wel degelijk rauwe melkstalen zijn of ze toch nog geen (lichte) thermische behandeling ondergingen.

Ook het feit dat er in één gethermiseerd staal geen alkalische fosfatase meer kon gevonden worden, lijkt abnormaal.



Figuur 5 : gemiddeld alkalische fosfatasegehalte per verhitting

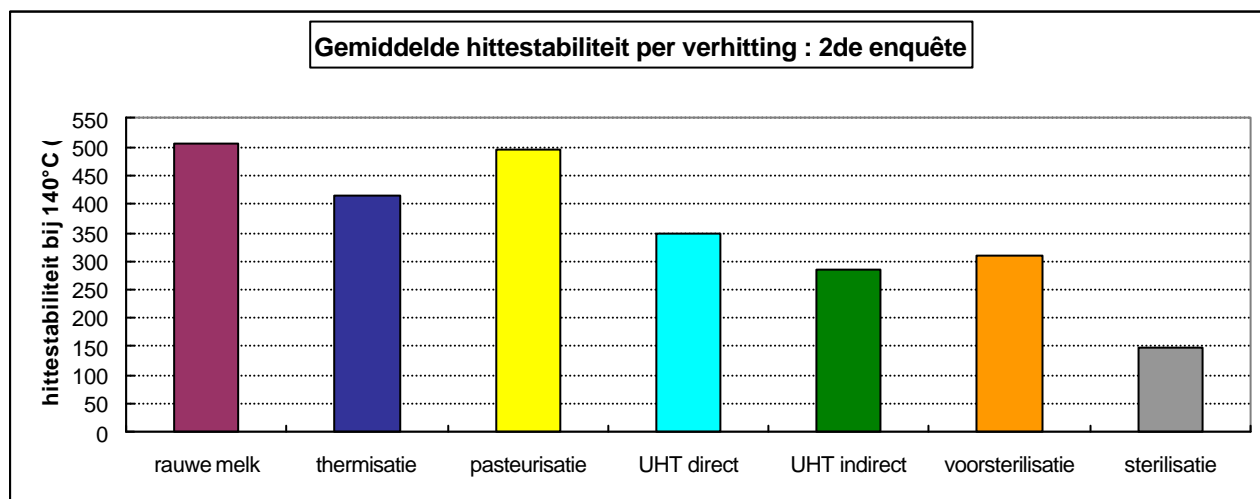
f) hittestabiliteit

Tabel 8 : resultaten van de hittestabiliteitbepaling (s) in de stalen van de tweede enquête

verhitting	gemiddelde	minimale waarde	maximale waarde	standaarddeviatie*	aantal stalen
rauwe melk	513.65	268	718	131.90	20
thermisatie	414.80	307	555	106.77	5
(hoog)pasteurisatie	506.77	291 (HP)	633	104.50	13
UHT direct	327.88	176	469	98.08	8
UHT indirect	284.20	232	388	68.27	5
voorsterilisatie	309.71	257	378	43.68	7
sterilisatie	148.00	132	186	21.28	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)

Deze resultaten bevestigen de tendens dat de hittestabiliteit afneemt naarmate de hittebelasting toeneemt. Het feit dat de gemiddelde hittestabiliteit van de gethermiseerde stalen lager is dan van de gepasteuriseerde stalen kan te maken hebben met het beperkt aantal gethermiseerde stalen en de relatief grote fout die optreedt bij de bepaling van de hittestabiliteit.

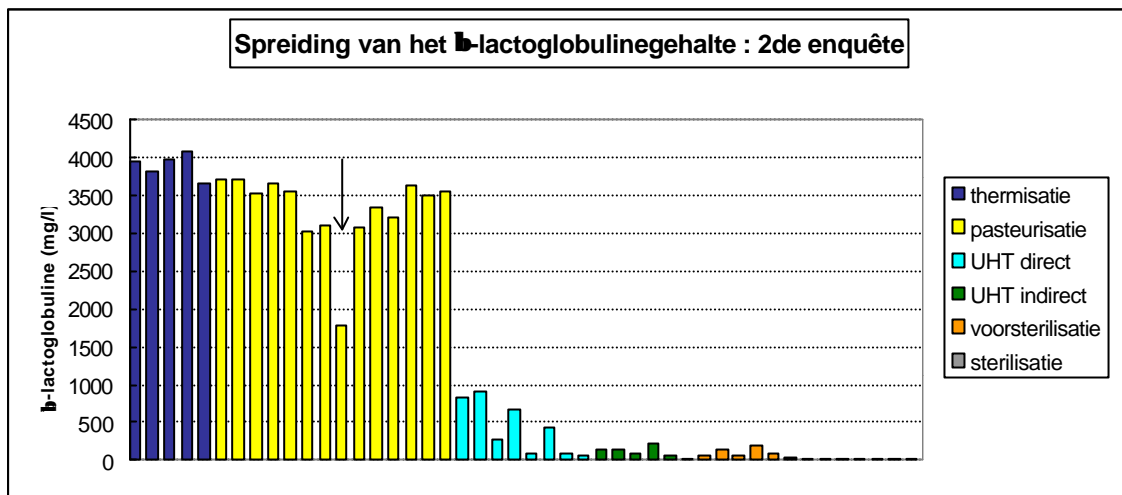


Figuur 6 : gemiddelde hittestabiliteit per verhitting

Situering van uw stalen in de tweede enquête

De onderstaande figuren geven de spreiding weer van het lactulose-, furosine-, β -lactoglobuline-, alkalische fosfatase-, en lactoperoxidasegehalte en van de hittestabiliteit in de stalen van de tweede enquête. Op deze figuren zijn uw stalen aangeduid d.m.v. arcering of indien het gehalte zeer laag door een sterretje onder de desbetreffende staaf. Het ene hooggepasteuriseerde staaf is telkens aangegeven met een pijl.

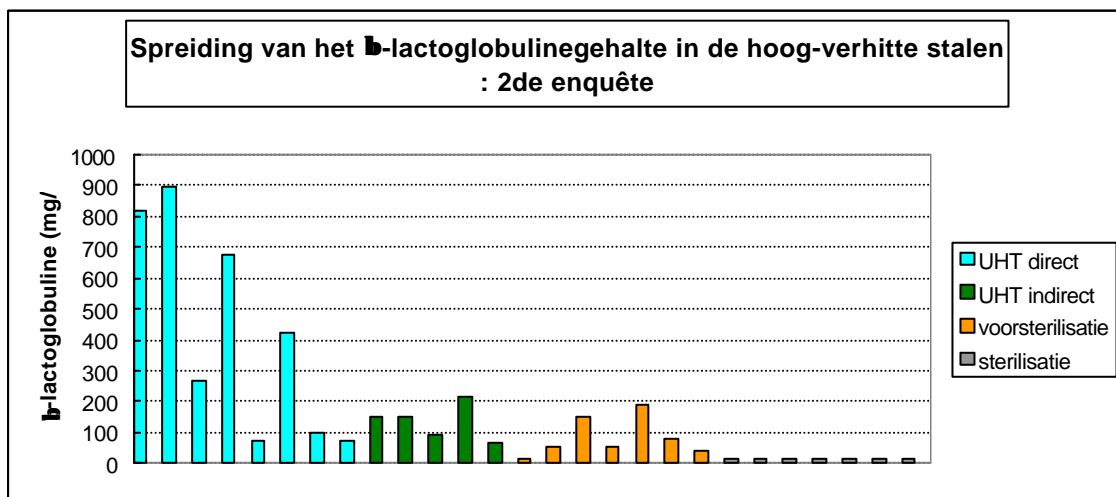
c) spreiding van het β -lactoglobulinegehalte



Figuur 11 : Spreiding van het β -lactoglobulinegehalte

Het hooggepasteuriseerde staal vertoont in vergelijking met de gepasteuriseerde stalen een opvallend laag β -lactoglobulinegehalte. Enerzijds is dit te verwachten gezien de hogere hittebelasting, anderzijds vertoont dit staal geen opvallend hoger lactulose – of furosinegehalte. De hittestabiliteit daarentegen is in vergelijking met de gepasteuriseerde stalen wel opvallend lager. Deze vaststelling kan mogelijk verklaard worden door de verschillende reactiekinetiek van enerzijds de vorming van lactulose en furosine en anderzijds de denaturatie van β -lactoglobuline.

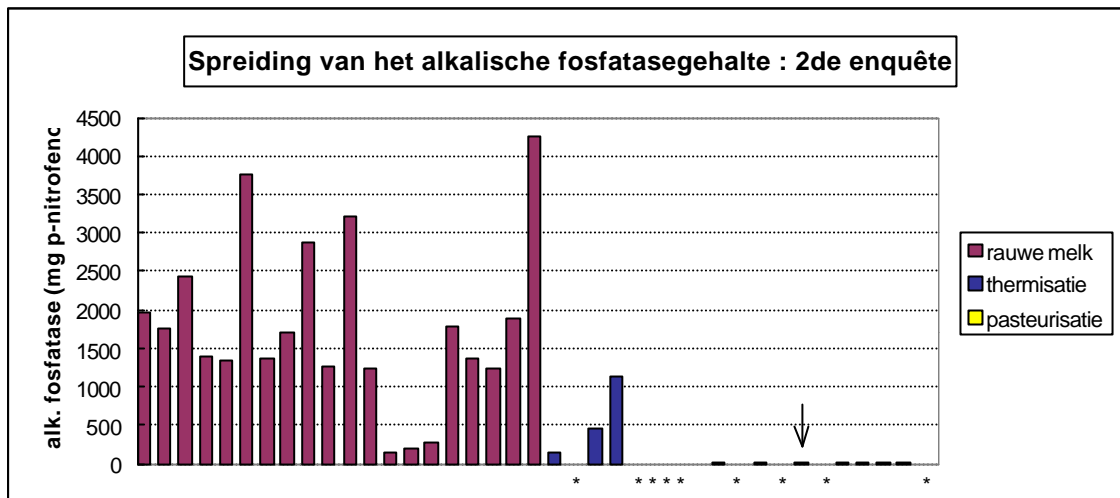
Voor alle duidelijkheid worden de UHT-, voorgesteriliseerde en gesteriliseerde stalen nog eens apart weergegeven in figuur 12.



Figuur 12 : Spreiding van het β -lactoglobulinegehalte in de hoogst verhitte stalen

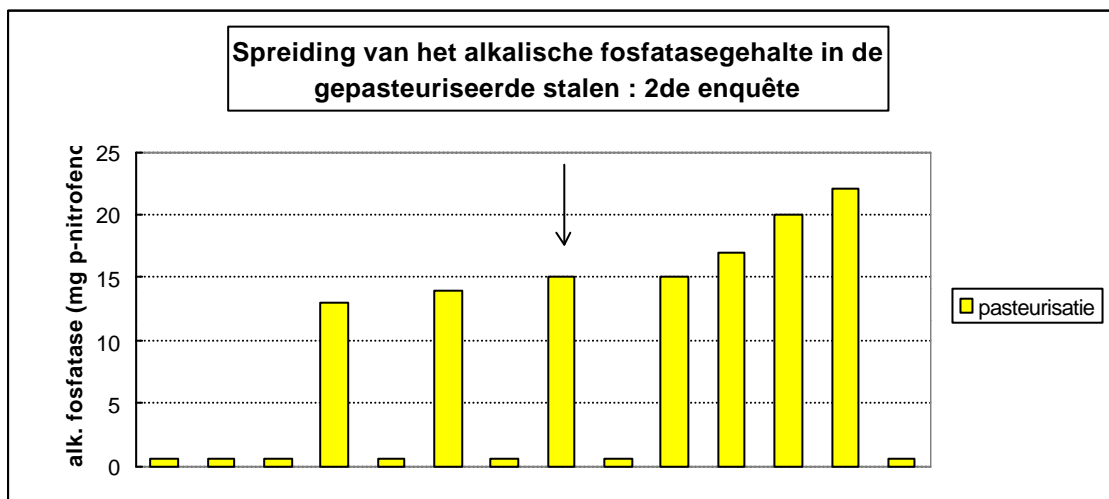
d) spreiding van het alkalische fosfatasegehalte

In heel wat gepasteuriseerde stalen werd geen alkalische fosfatase meer teruggevonden. Van deze stalen is geen staafje zichtbaar. Deze stalen worden aangeduid door een sterretje (*).



Figuur 13 : Spreiding van het alkalische fosfatasegehalte

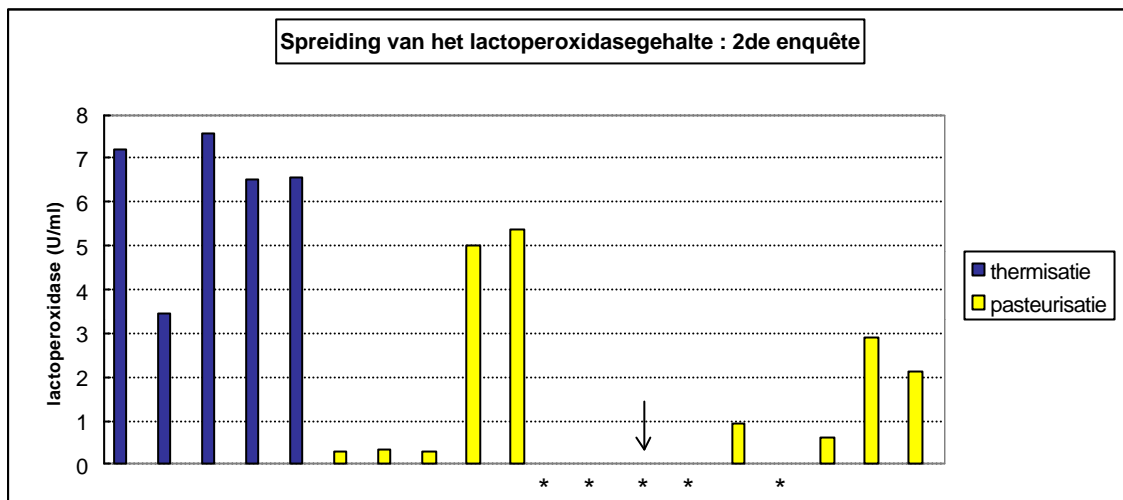
Voor alle duidelijkheid werden de gepasteuriseerde stalen nog eens apart voorgesteld in figuur 14. De stalen waarin geen alkalische fosfatase werd gevonden, worden in deze figuur voorgesteld door een klein staafje.



Figuur 14 : Spreiding van het alkalische fosfatasegehalte in de gepasteuriseerde stalen

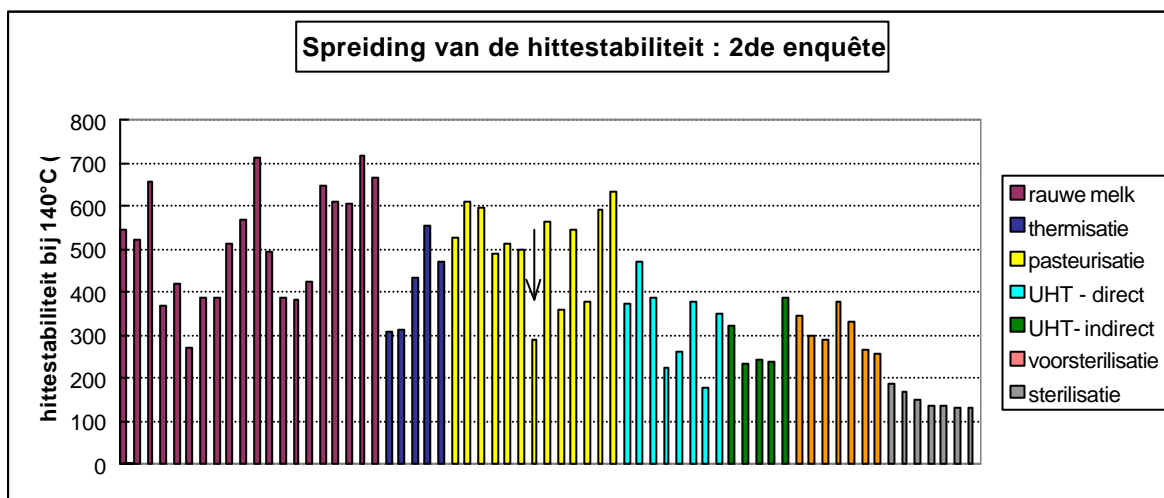
e) spreiding van het lactoperoxidasegehalte

De 5 stalen waarin geen lactoperoxidase-activiteit meer kon gedetecteerd worden, zijn voorgesteld door een sterretje (*).



Figuur 15 : Spreiding van het lactoperoxidasegehalte

f) spreiding van de hittestabiliteit



Figuur 16 : Spreiding van de hittestabiliteit

Vergelijking van de resultaten van de 1ste en 2de enquête : algemeen

In onderstaande grafieken en tabellen wordt een vergelijking gemaakt tussen de resultaten van de eerste en tweede enquête. Voor de parameters lactulose, furosine, β -lactoglobuline en hittestabiliteit worden de gemiddelde, minimum- en maximumwaarde, de standaarddeviatie en het aantal geanalyseerde stalen per verhitting weergegeven voor beide enquêtes. Bij het maken van deze vergelijking werd ook bij de eerste enquête het ene hooggepasteuriseerde staal opgenomen bij de gepasteuriseerde melkstalen.

Dergelijke vergelijking kan niet gemaakt worden voor de parameters lactoperoxidase en alkalische fosfatase aangezien de bepaling in de eerste enquête respectievelijk semi-kwantitatief en kwalitatief gebeurde.

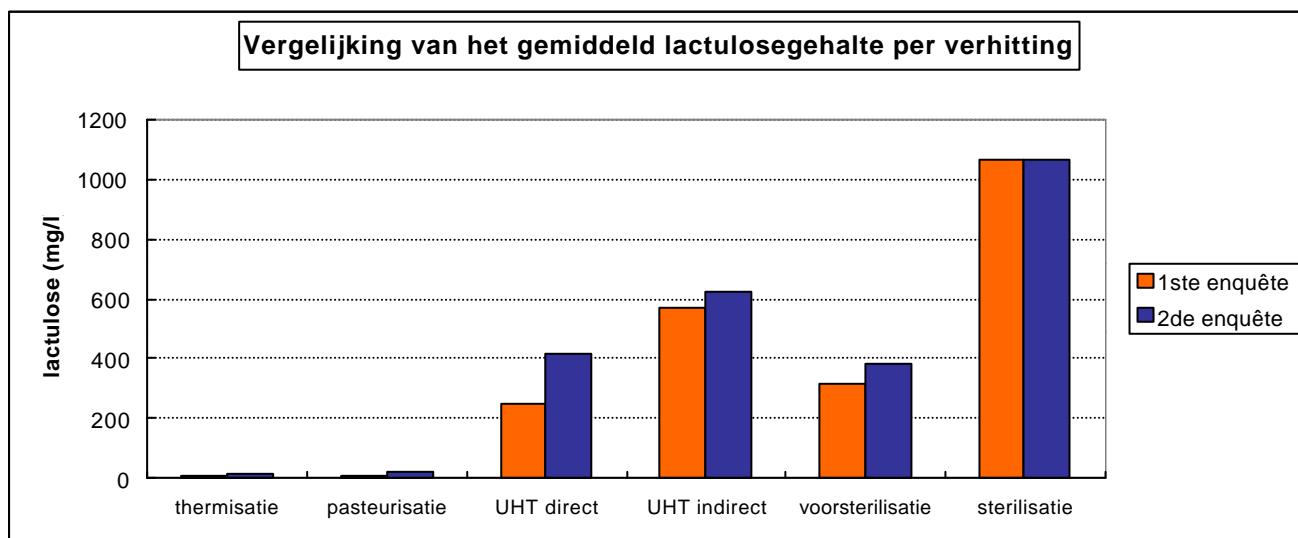
Uit de gemaakte vergelijkingen kan vastgesteld worden dat de resultaten van de tweede enquête de resultaten van de eerste enquête bevestigen : de gemiddelde waarden van de verschillende parameters wijken weinig van elkaar af.

a) lactulosegehalte

Tabel 9 : vergelijking van het lactulosegehalte (mg/l) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

	gemiddelde		minimum		maximum		standaarddeviatie*		aantal waarden	
	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.
thermisatie	7.75	10.82	6	4	8	15	1.71	4.41	4	5
pasteurisatie	6.52	19.59	0	4	11	42	4.00	9.69	21	14
UHT direct	245.67	414.22	99	121	395	689	108.26	261.25	6	8
UHT indirect	569.25	620.13	127	415	748	797	205.01	187.65	8	5
voorsterilisatie	315.6	380.54	110	163	447	810	139.10	211.49	5	7
sterilisatie	1062.00	1064.37	768	844	1393	1329	203.09	192.85	6	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting \neq analytische standaarddeviatie)



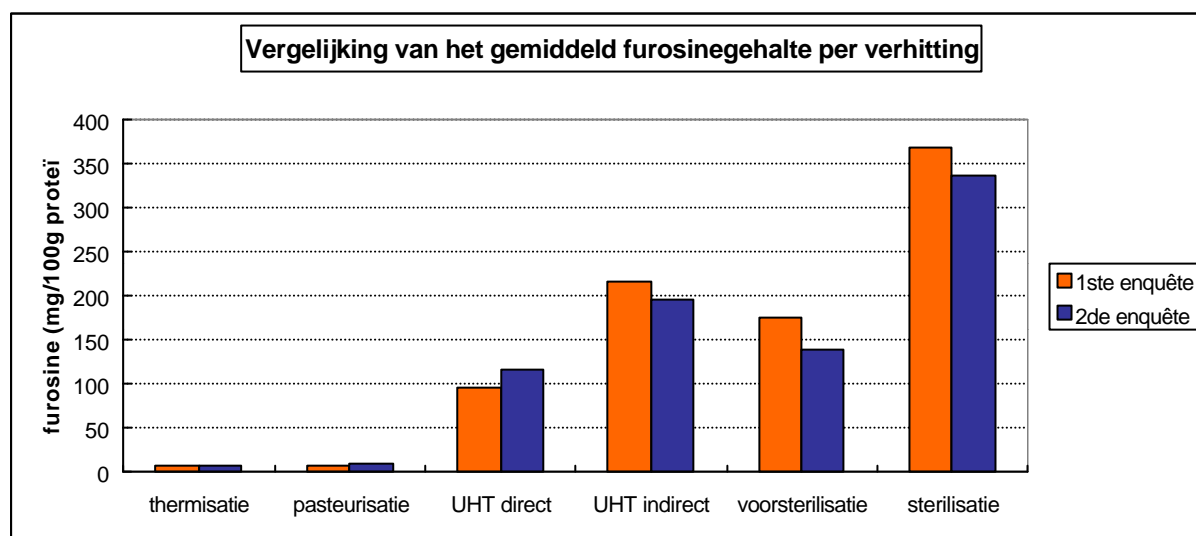
Figuur 17 : vergelijking van het gemiddeld lactulosegehalte (mg/l) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

b) furosinegehalte

Tabel 10 : vergelijking van het furosinegehalte (mg/100g proteïne) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

verhitting	gemiddelde		minimum		maximum		standaarddeviatie*		aantal waarden	
	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.
thermisatie	7.00	6.60	6	4	8	8	0.82	1.52	4	5
pasteurisatie	8.32	9.61	5	6	14.0	17.0	2.36	2.85	21	14
UHT direct	95.28	116.18	58.2	63.3	140.7	204.0	32.67	54.36	6	8
UHT indirect	217.34	196.38	53.7	149.9	289.6	254.8	75.79	45.94	8	5
voorsterilisatie	176.64	139.23	127.2	79.1	229.0	251.0	38.77	56.82	5	7
sterilisatie	367.77	336.94	339.2	272.7	412.0	407.7	34.46	45.61	6	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)



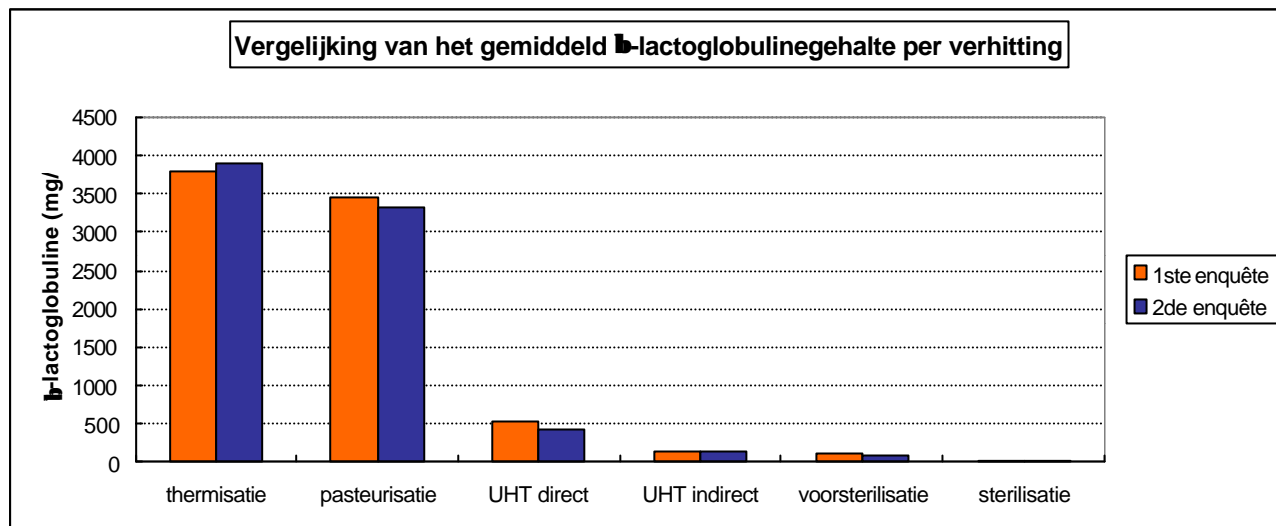
Figuur 18 : vergelijking van het gemiddeld furosinegehalte (mg/100g proteïne) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

c) β -lactoglobulinegehalte

Tabel 11 : vergelijking van het β -lactoglobulinegehalte (mg/l) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

verhitting	gemiddelde		minimum		maximum		standaarddeviatie*		aantal waarden	
	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.
thermisatie	3798.25	3896.00	3611	3650	4022	4093	183.02	169.83	4	5
pasteurisatie	3460.05	3311.50	1582	1767	4031	3718	519.35	505.98	21	14
UHT direct	522.83	414.75	246	68	764	899	215.98	342.93	6	8
UHT indirect	144.88	134.00	< 15	65	635	215	202.36	58.68	8	5
voorsterilisatie	104.40	81.57	56	< 15	150	187	34.62	62.60	5	7
sterilisatie	19.67	15.00	< 15	< 15	43	< 15	11.43	0.00	6	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting ≠ analytische standaarddeviatie)



Figuur 19 : vergelijking van het gemiddeld β -lactoglobulinegehalte (mg/l) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

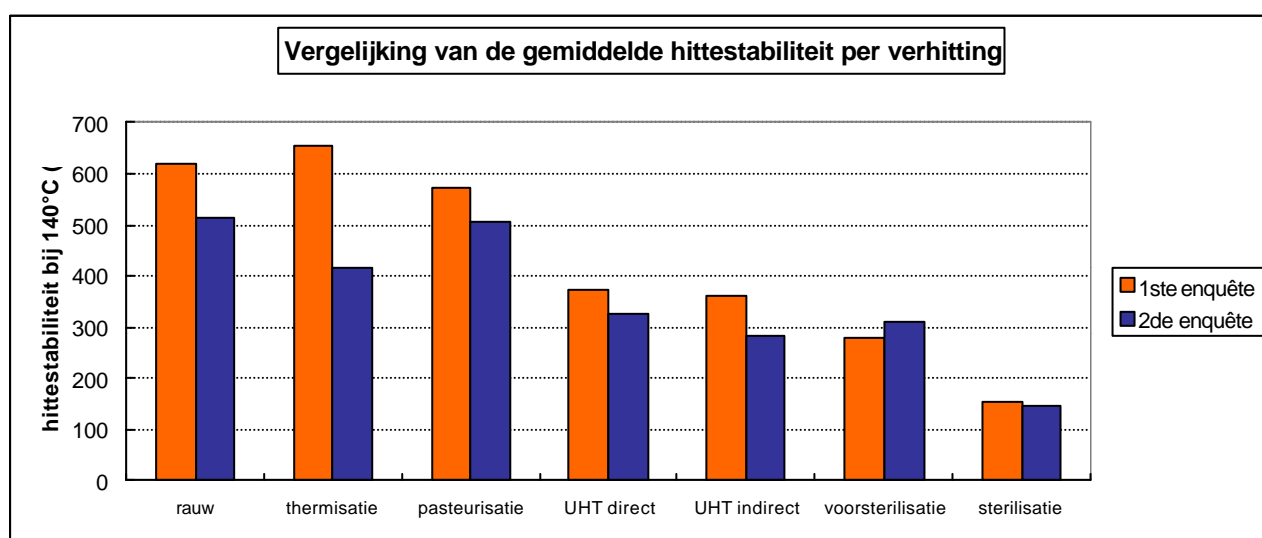
d) hittestabiliteit

Tabel 12 : vergelijking van de hittestabiliteit (s) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

verhitting	gemiddelde		minimum		maximum		standaarddeviatie*		aantal waarden	
	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.	1ste enq.	2de enq.
rauwe melk	621	514	422	268	895	718	119	132	26	20
thermisatie	654	415	566	307	878	555	170	107	4	5
pasteurisatie	574	507	92	291	878	633	220	105	21	14
UHT direct	371	328	332	176	454	469	46	98	6	8
UHT indirect	361	284	289	232	435	388	50	68	8	5
voorsterilisatie	280	310	193	257	365	378	72	44	5	7
sterilisatie	155	148	103	132	214	186	42	21	6	7

Opmerking : * : d.i. de standaarddeviatie op de bekomen resultaten van een welbepaald type verhitting \neq analytische standaarddeviatie)

Dat de gemiddelde hittestabiliteit in de tweede enquête voor nagenoeg alle hittebehandelingen lager is, kan te maken hebben met het feit dat de hittestabiliteit afhankelijk is van de seizoenen.



Figuur 20 : vergelijking van de gemiddelde hittestabiliteit (s) per verhitting tussen de eerste en tweede enquête

Vergelijking van de resultaten van de 1ste en 2de enquête : uw stalen

Aan de hand van de door u opgegeven temperatuur-tijdscombinaties werd nagegaan welke stalen van beide enquêtes met elkaar corresponderen. In tabel 13 vindt u deze overeenkomst.

Tabel 13 : overeenkomst tussen de stalen van de eerste en tweede enquête

1ste enquête		2de enquête		nummer grafieken	mate van overeenkomst
staal	verhitting	staal	verhitting		

In onderstaande figuren wordt het lactulose-, furosine-, en β -lactoglobulinegehalte en de hittestabiliteit van de overeenkomende stalen grafisch voorgesteld.

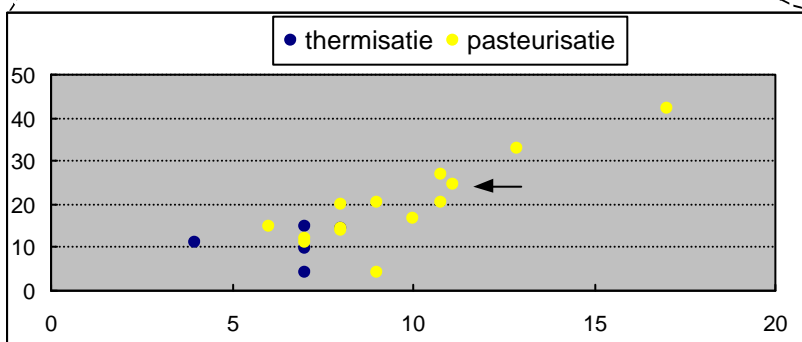
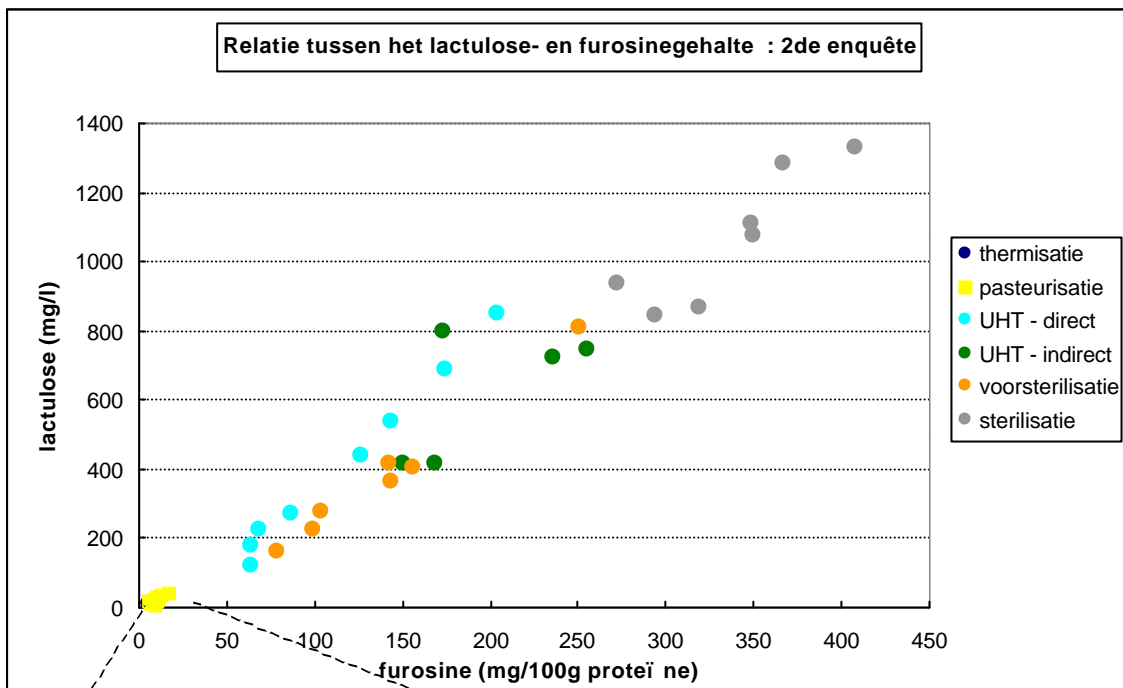
Relaties tussen de verschillende parameters : 2de enquête

In onderstaande grafieken wordt de relatie tussen de verschillende parameters weergegeven. Op deze figuren stellen de niet gevulde symbolen uw stalen voor.

a) relatie tussen de lactulose- en furosineconcentratie

In figuur 21 wordt het verband tussen de lactulose- en furosineconcentratie in de UHT-, voorgesteriliseerde en gesteriliseerde melkstalen weergegeven. De gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen zijn voor alle duidelijkheid nog eens apart weergegeven in kleine grafiek.

Bij een normale verhitting wordt tussen deze twee indicatoren steeds een lineair verband verkregen. Afwijkingen kunnen wijzen op reconstitutie aangezien hoge concentraties furosine gevormd worden bij het drogen van melk, zodat de verhouding lactulose/furosine abnormaal klein wordt. Aangezien er geen afwijkende punten zijn, zijn er ook geen aanwijzingen voor reconstitutie.



Figuur 21 : relatie tussen de lactulose- en furosineconcentratie in hittebehandelde melk

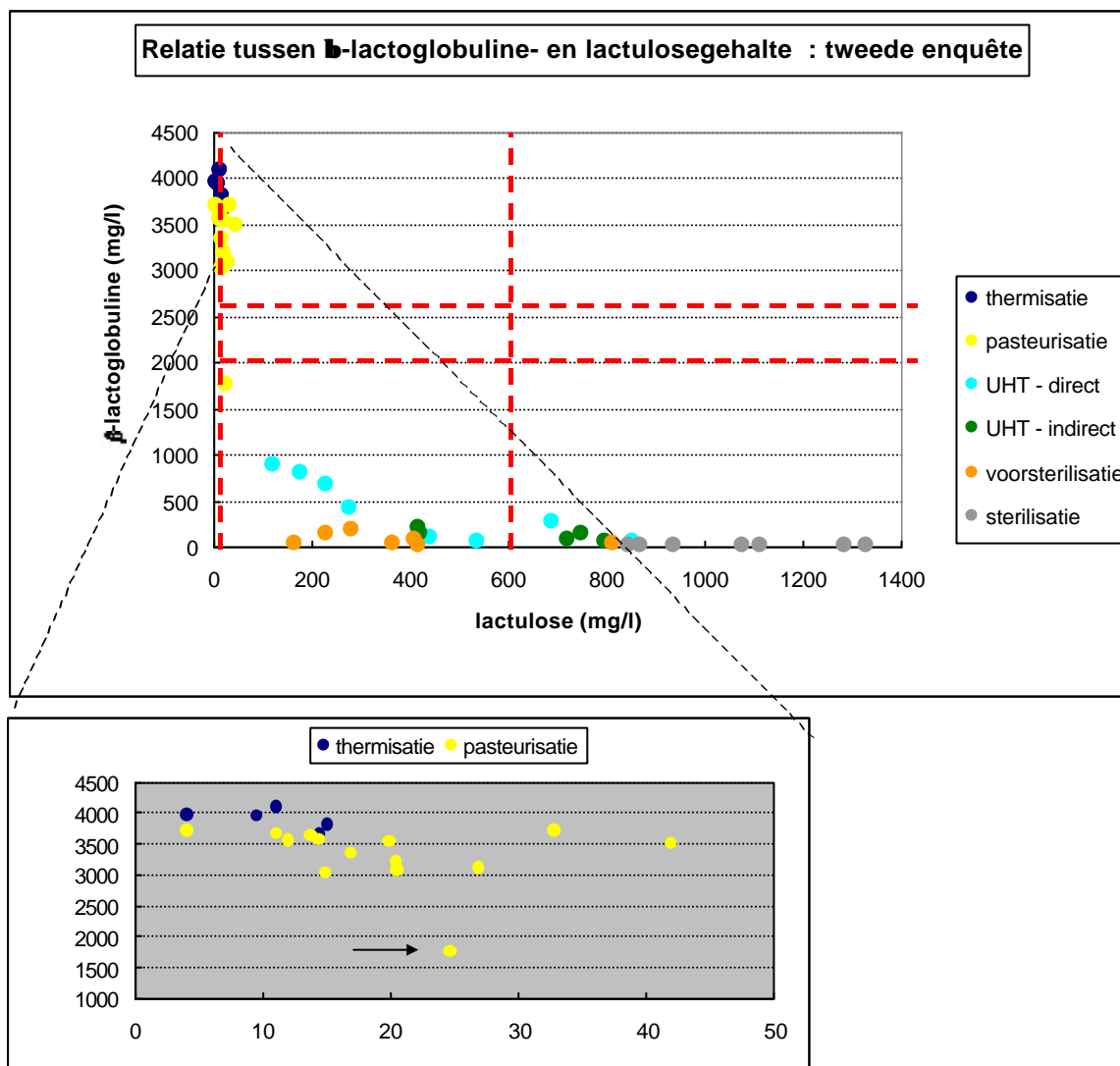
Het ene hooggepasteuriseerde staal is aangeduid met een pijl.

b) relatie tussen de β -lactoglobuline- en lactuloseconcentratie

In figuur 22 wordt het verband tussen de β -lactoglobuline- en lactuloseconcentratie weergegeven voor de verschillende soorten hittebehandelde melk. Voor alle duidelijkheid zijn de gethermiseerde en gepasteuriseerde stalen nog eens apart weergegeven. De verschillende rode gearceerde lijnen die op deze grafiek zijn aangeduid stellen de mogelijke toekomstige richtlijnen van de Europese Unie voor.

Wat betreft lactulose voldoet het ene hooggepasteuriseerde staal aan de norm van maximum 50 mg/l en voldoet 61.5% van de onderzochte UHT-stalen aan de norm van maximum 600 mg/l.

Wat betreft β -lactoglobuline is het weinig waarschijnlijk dat de norm effectief zal doorgevoerd worden. Toch zouden alle gepasteuriseerde en UHT-stalen voldoen aan de respectievelijke waarden van minimum 2600 mg/l en maximum 50mg/l. Het hooggepasteuriseerde staal zou niet voldoen moest de norm op minimum 2000 mg/l gesteld worden.



Figuur 22 : relatie tussen de β -lactoglobuline- en lactuloseconcentratie in hittebehandelde melk

Het ene hoogepasteuriseerde staal is aangeduid met een pijl.

c) relatie tussen de lactuloseconcentratie en de C_0 -waarde

Temperatuur-tijdscombinaties kunnen uitgedrukt worden a.d.h.v. de F_0 – waarde en de C_0 – waarde.

De C_0 - waarde is de equivalente isotherme procestijd van een hypothetisch verhittingsproces bij een constante referentietemperatuur waarbij een identiek *chemisch* effect bekomen wordt als bij het actueel thermisch proces. De C_0 –waarde wordt gedefinieerd als :

$$C_0 = \int_0^{t_p} \frac{dt}{10^{\frac{140^\circ\text{C}-T(^{\circ}\text{C})}{z}}}$$

De referentietemperatuur bedraagt hier dus 140°C . De z -waarde is de temperatuurstoename om een decimale reductie van de D -waarde te bekomen. De D -waarde is de tijd om bij een constante temperatuur een decimale reductie te bekomen van de initiële concentratie van een hittestabiele substantie. Voor lactulose werd de in de literatuur gevonden z -waarde $22,8^\circ\text{C}$ gebruikt.

De F-waarde is de equivalente isotherme procestijd van een hypothetisch verhittingsproces bij een constante referentietemperatuur waarbij een identiek sporendodend effect bekomen wordt als bij het actueel thermisch proces. De Fo-waarde is de F-waarde bij de referentietemperatuur 121,1 °C. Voor de berekening werd z = 10 °C gebruikt.

De Fo-waarde wordt gedefinieerd als :

$$F_0 = \int_0^{t_p} 10^{\frac{T(^{\circ}\text{C}) - 121,1^{\circ}\text{C}}{z}} * dt$$

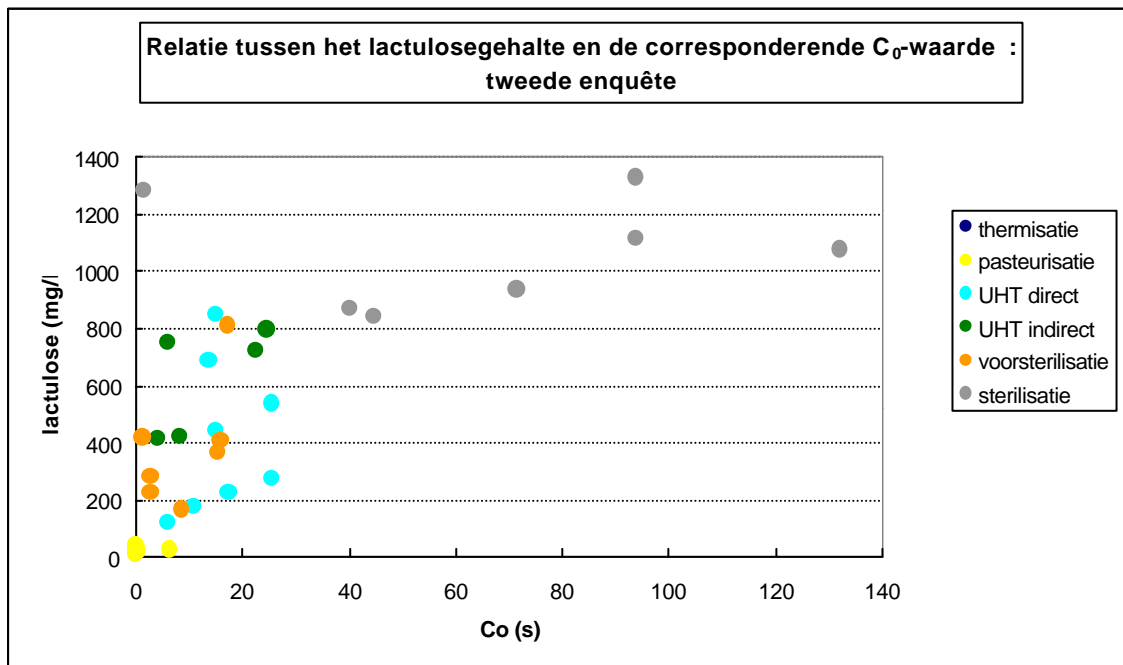
In tabel 14 zijn de op deze manier berekende Co – en Fo- waarde voor uw stalen weergegeven. Voor het berekenen van de Co – en Fo – waarde werd enkel rekening gehouden met de duurcel. Wanneer een meer gedetailleerd temperatuur-tijdsprofiel beschikbaar was, werd de berekening uitgevoerd a.d.h.v. dat profiel. Deze waarden zijn aangeduid met een *.

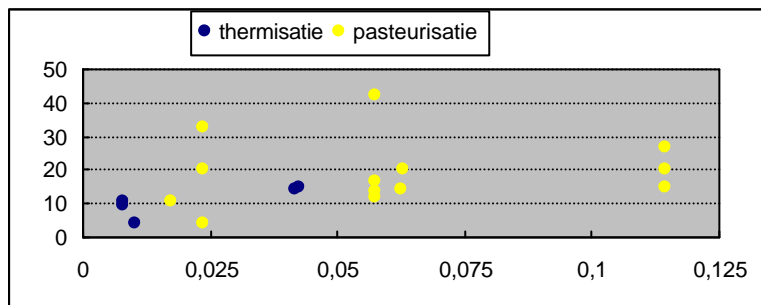
Tabel 14 : Co – en Fo – waarde van uw stalen

staal	Co –waarde (s)	Fo -waarde (s)

In figuur 23 wordt het verband tussen de lactuloseconcentratie en de Co-waarde voor lactulose weergegeven voor de verschillende soorten hittebehandelde melk.

Afwijkende punten kunnen wijzen op een door de producent onder – of overschatte verhitting. Vooral de gesteriliseerde stalen wijken af in vergelijking met de andere hittebehandelingen. De relatief lagere lactulosegehalten bij gesteriliseerde melk kunnen echter te wijten zijn aan het feit dat bij dergelijke hittebehandelingen de gevormde lactulose al verder weggeageert. Bovendien worden vaak onterechte verwaarlozingen gedaan door bij het berekenen van de Co-waarde enkel rekening te houden met de duurcel.





Figuur 23 : relatie tussen de lactuloseconcentratie en de Co – waarde

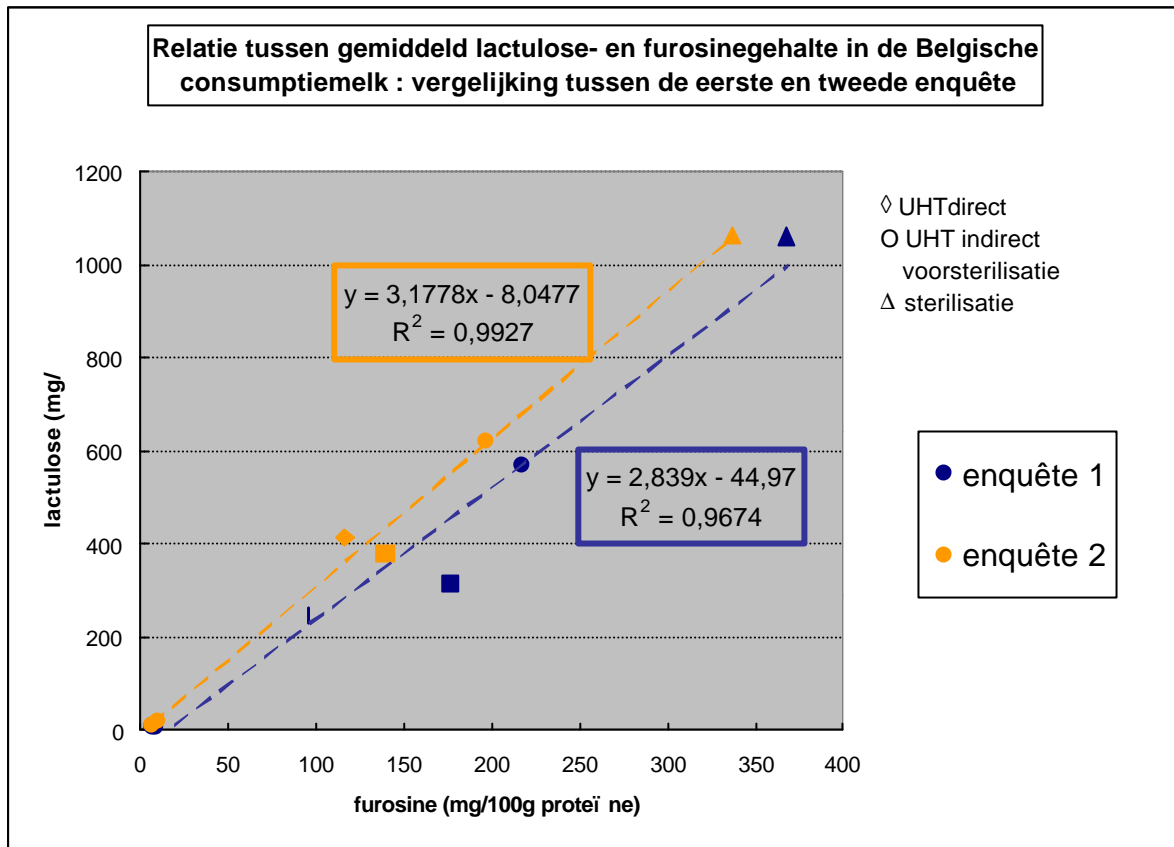
Relaties tussen de verschillende parameters : vergelijking tussen de 1ste en 2de enquête

De drie hierboven gelegde verbanden tussen de parameters werden zowel voor de eerste als voor de tweede enquête vastgesteld. In onderstaande figuren worden de verschillende verbanden van beide enquêtes met elkaar vergeleken.

a) relatie tussen de lactulose- en furosineconcentratie

In figuur 24 wordt het verband tussen het gemiddelde lactulose – en furosinegehalte per verhitting voor beide enquêtes. Op deze grafiek werden geen specifieke symbolen gebruikt voor thermisatie en pasteurisatie.

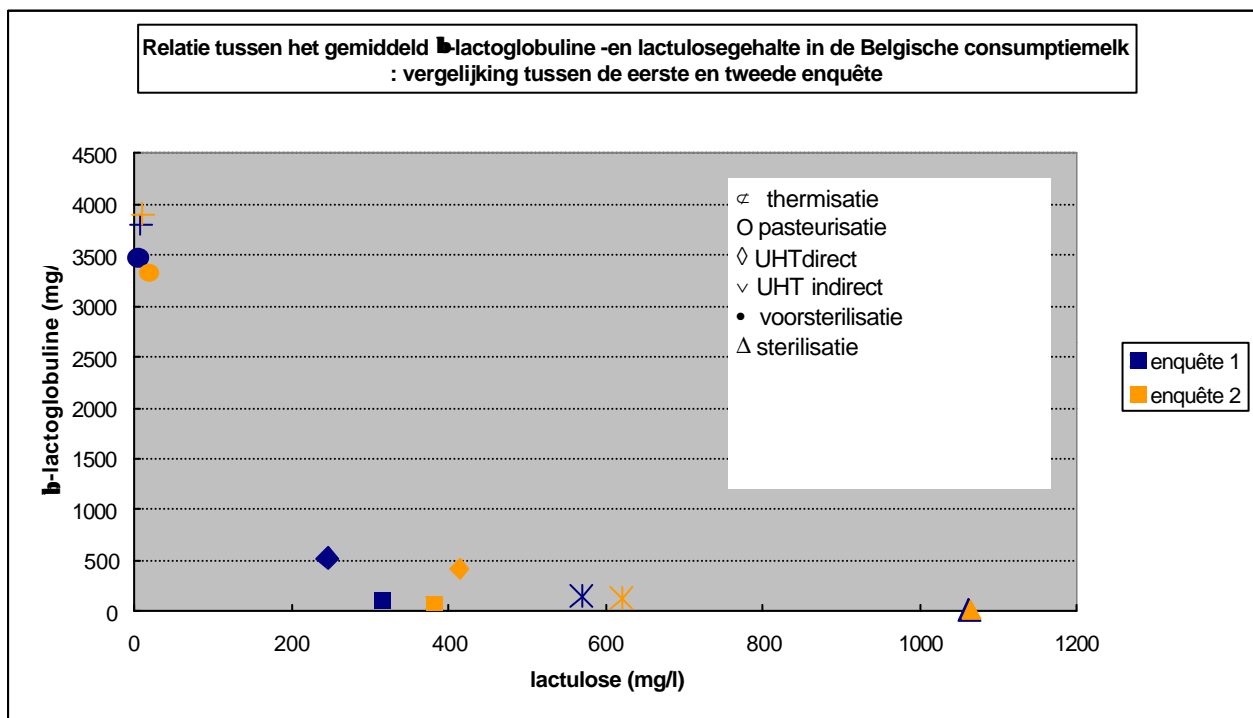
Voor beide enquêtes werd een goed lineair verband vastgesteld tussen de gemiddelde lactulose – en furosinegehalten.



Figuur 24 : relatie tussen gemiddeld lactulose – en furosinegehalte per verhitting

b) relatie tussen de β -lactoglobuline- en lactuloseconcentratie

In figuur 25 wordt het verband tussen het gemiddeld lactulose – en β -lactoglobulinegehalte per verhitting voor beide enquêtes.



Figuur 25 : Vergelijking tussen het gemiddelde β -lactoglobuline –en lactulosegehalte per verhitting

Enclosure 4 : Description of the research facilities of the Laboratory of Food Technology (KUL)

The research group has at its disposal concerning

(i) thermal processing: a fully computer controlled and programmable pilot simulator for in-pack thermal processing of foods (type Barriquand Steriflow), a multichannel datalogging equipment for registering temperature, pressure and container deflection during in-pack thermal processing (type Ellab and others), slipping contacts with 12 and 32 channels for measurement of temperature and rotation speed (type Ellab, Ecklund), a wireless datalogging systems for registering temperature at ambient to sterilization temperature range (type Control One Escort and Ellab Tracksense), specialized software for design, evaluation and optimization of thermal processes.

(ii) high pressure processing: a single vessel (590ml) high pressure unit with an operational range up to 6 kbar and temperatures between -30°C and 100°C, and two multivessel units (8x8ml) up to 10kbar and temperatures between -30 and 100°C. Each equipment is provided with pressure sensors and thermocouples, and with a datalogging system for registering temperature and pressure.

(iii) high electric field pulses: a high voltage equipment for batch treatment of liquid samples with square wave and monopolar pulse characteristics, a min. pulse width of 0.2 μ s, a max. frequency of 16 kHz, a variable number of pulses, a max. charging voltage of 10 kV, a min. electrode gap distance of 2 mm and a max. electric field strength of 50 kV/cm.

(iv) refrigerated storage of foods: incubation rooms for shelf life studies during refrigerated storage with control of temperature, gas composition, relative humidity, equipment to determine film permeabilities for oxygen and carbon dioxide, taste panel know-how and experimental set up for measuring respiration rates of cut produce.

(v) analytical techniques: electrophoresis system, HPLC, gas chromatography, Differential Scanning Calorimeter, spectrophotometer, Clark cell electrode, pH stat and Karl Fischer Titrino, colorimeter (Hunterlab), tenderometer (type FMC), SMS TAXT2 texturometer with different measuring probes, specialized set-up to measure thermal conductivity of foods (line probe method, transient), fiber optic temperature measurement equipment, laminar air flow table.

Enclosure 5 : List of projects from the past 5 years of the research group for authenticity research (DVK)

- IWT project: AUT/950067/INZA (1/5/95 – 30/4/97): Development of low caloric products and optimisation of the physical chemical en nutritional properties of some liquid milk products in an ecological package.
- IWT project: AUT/970070/BARRY-CALLEBAUT BELGIUM N.V. (1/9/97 – 31/8/99): Characterisation and optimisation of milk powders for the use in white and milk chocolate.
- IWT project: AUT/970200/INZA (1/5/97 – 30-4-99): Study of the heat stability of milk products in relation to process optimisation and development of age specific nutrition.
- IWT project: AUT/980443/NV FRIESLAND MADEBIC (1/10/98 – 30/9/00): Amelioration of the heat resistancy of ice mix for soft ice machinery.
- DWTC project: NP/43/033 (1/3/98 – 28/2/01): Intrinsic indicators for processed milk authenticity. (in co-operation with KUL)
- IWT project: AUT/990180/INZA (1/5/99 – 30/4/01): Development of dairy drinks with improved added value and prediction of the physical chemical behaviour.
- IWT project: AUT/990218/BARRY CALLEBAUT BELGIUML N.V. (1/9/99 – 31/8/01): Research to the behaviour of milk powders during the production process of chocolate.

Enclosure 6 : List of projects from the past 5 years of the Laboratory of Food Technology (KUL)

A. International projects:

- EU-FAIR project : 'High electric field pulses : food safety, quality and critical process parameters', contract FAIR-CT97-3044, (1/11/1997 - 30/10/2000), *role* : contractor, other partners : TUBER (Germany), UNILEVER (The Netherlands), USTL (France), TII-FTD (Iceland), CPC-Europe (Germany), SIK (Sweden), PERNOD RICARD (France), UZ-PACA (Spain), TETRA-PAK (Sweden).
- EU-FAIR project : 'Combined high pressure thermal treatments of foods : a kinetic approach to safety and quality evaluation', contract FAIR-CT96-1175, (1/09/1996 - 31/08/1999), *role* : coordinator, other partners : ABB (Sweden), FRCN (Germany), NESTEC (Switzerland), NFE (Belgium), NTUA (Greece), TUBER (Germany), UHEI (Germany), UNILEVER (The Netherlands), VTT (Finland).
- Leuven Research and Development – CTCPA - ANRT-France project : 'Development and validation of a time temperature integrator for measuring sterilization values. (1/9/1999 – 31/08/2002).
- COST action COST93 : 'Advanced techniques for heat preservation of food', *role* : chairman of the sub-group 'Kinetics of intrinsic food quality' (01/01/1996 - 31/12/1999).
- EU-AIR project : 'A new approach to heat distribution and heat penetration studies for thermal processing of foods in modern batch type overpressure rotary retorts', contract AIR2-CT94-1017, (01/08/1994 - 01/08/1997), *role* : coordinator, other partners : CFDR (United Kingdom), ESB (Portugal) and FMC (Belgium).
- EU-AIR project : 'The development of new time-temperature-integrators (product history indicators) for the quantification of thermal processes in terms of food safety and quality', contract AIR1-CT92-0746, (01/11/1992 - 31/11/1996), *role* : coordinator, other partners : SIK (Sweden), CFDR (United Kingdom), ESB (Portugal) and CSIC (Spain).
- EU-COPERNICUS : 'Process optimisation and minimal processing of foods', contract CIPA-CT94-0195, (01/01/95 - 31/12/97), *role* : member of the Steering Committee, area leader thermal processing,, 38 partners.
- EU-AIR project : 'High hydrostatic pressure treatment : its impact on spoilage organisms, biopolymer activity, functionality and nutrient composition of food systems', contract AIR1-CT92-0296, (01/01/1993 - 30/04/1996). *role* : contractor, other partners : ACB (France), BTA (France), CPC Europe (Germany), FMC (Belgium), IFBM (France), TUBER (Germany), UAB (Spain), UG (Belgium), UHEI (Germany), UNILEVER (The Netherlands), URDC (United Kingdom).

B. National projects:

- IWT-STWW-project : 'Functional safe foods by high pressure processing : basic strategic research', (1/3/2000 – 29/02/2004), *role* : coordinator, other partners : KULeuven Laboratory of Food Microbiology, KULeuven Bioprocess Technology and – Control.
- DWTC-project : 'Intrinsic indicators for processed milk authenticity', contract NP/00/034, (01/03/1998 - 28-02-2001), *role* : partner, coordinator : D.V.K.
- KULeuven, Research Council: 'Resistance of micro organisms and enzymes against new physical preservation techniques', contract OT/97/31, (01/10/1997 - 30/09/2001), *role* : partner, coordinator : KULeuven Laboratory of Food Microbiology.
- FWO-Vlaanderen : 'Effect of high hydrostatic pressure, pulsed electric fields and high frequency sound on micro organisms and enzymes', contract G.0395.98, (1/1/1998 - 31/12/2001), *role* : promoter, spokesman Prof. C. Michiels Laboratory of Food Microbiology.
- NFWO/FKFO: 'The reversible and irreversible inactivation of micro organisms and enzymes by high hydrostatic pressure and temperature', contract G.0189.95, (01/01/1995 - 31/12/1998), *role* : spokesman, partner : Laboratory of Food Microbiology.
- NFWO/FKFO: 'High pressure assisted freezing and high pressure assisted thawing of foods', Krediet aan Navorsers, 1996, *role* : coordinator.

Enclosure 7 : Recent publications (past 5 years) of the research group for authenticity research (DVK)

- 1) De Block, J., Merchiers, M. and Van Renterghem, R.; Capillary electroforesis of whey proteins; presented on the "24th International Dairy Congress" Melbourne (Australie), 18-22 September 1994.
- 2) Herman, L., De Block, J. and Moermans, R.; Direct detection of *Listeria monocytogenes* in 25 ml raw milk by a two step polymerase chain reaction with nested primers; Appl. Environm. Microbiol., 61: 817-819, 1995.
- 3) Herman, L., De Block, J. and Waes, G.; A direct PCR detection method for *Clostridium tyrobutyricum* spores in up to 100 milliliters of raw milk; Appl. Environm. Microbiol., 61: 4141-4146, 1995.
- 4) Van Renterghem, R. and De Block, J.; Furosine in consumption milk and milk powders; Int. Dairy J., 6: 371-382, 1996.
- 5) De Block, J., Merchiers, M., Van Renterghem, R. and Moermans, R.; Evaluation of two methods for the determining of lactulose in milk; Int. Dairy J., 6: 217-222, 1996.
- 6) De Block, J., De Ville, W. and Petit, L.; Manufacture of a feta cheese using skim milk retentate powder; Dairy Technol., 49: 37-43, 1996.
- 7) De Block, J., Merchiers, M. and Van Renterghem, R.; Quantification of the ratio of whey powder to milk powder using spectroscopy in alkali; Milchwissenschaft, 52: 213-216, 1997.
- 8) De Block, J.; Melk en melkproducten – Bepaling van de hittebelasting / Lait et produits laitiers – Détermination de la charge thermique; Agricontact, 301: 9-10, 1998.
- 9) Herman, L., De Block, J. and Van Renterghem, R.; Isolation and detection of *Clostridium tyrobutyricum* cells in semi-soft and hard cheeses using the polymerase chain reaction; J. Dairy Res., 64: 311-314, 1997.
- 10) De Block, J. Merchiers, M. and Van Renterghem, R.; Capillary electrophoresis of the whey protein fraction of milk powders. A possible method for monitoring storage conditions; Int. Dairy J., 8: 787-792, 1999.
- 11) Cartuyvels, D., Merchiers, M., Van Renterghem R. and De Block, J.; A fast and simple method to determine the whey powder to milk powder ratio using spectroscopy in alkali; Milchwissenschaft, 54: 268-372, 1999.
- 12) Braekman, A., Mortier, L., Van Renterghem, R. and De Block, J.; The influence of batch-pasteurisation on Maillard reaction in sweetened milk products with modified carbohydrate content; Milchwissenschaft: accepted.

Enclosure 8 : 15 relevant example publications of the Laboratory of Food Technology (KUL) (journals with peer review)

- 1) Hendrickx, M., Maesmans, G., De Cordt, S., Van Loey, A., Noronha, J. and Tobback, P.; Evaluation of the integrated time-temperature effect in thermal processing of foods; *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 35(3), 231-262, 1995.
- 2) Van Loey, A., Hendrickx, M., De Cordt, S., Haentjens, T. and Tobback, P.; Quantitative evaluation of thermal processes using time temperature integrators; *Trends in Food Science and Technology*, 7(1), 16-26, 1996.
- 3) Van Loey, A., Hendrickx, M., Ludikhuyze, L., Weemaes, C., Haentjens, T., De Cordt, S. and Tobback, P.; Potential *Bacillus subtilis* α -amylase based time temperature integrators to evaluate pasteurization processes; *Journal of Food Protection*, 59, 261-267, 1996.
- 4) Ludikhuyze, L., De Cordt, S., Weemaes, C., Hendrickx, M. and Tobback, P.; Kinetics of heat and pressure-temperature inactivation of *Bacillus subtilis* α -amylase; *Food Biotechnology*, 10(2), 105-129, 1996.
- 5) Van Loey, A., Hendrickx, M., Smout, C., Haentjens, T. and Tobback, P.; Recent advances in process assessment and optimization; *Meat Science*, 43, S81-S98, 1996.
- 6) Van Loey, A., Arthawan, A., Hendrickx, M., Haentjens, T. and Tobback, P.; The development and use of an α -amylase based time temperature integrator to evaluate in-pack pasteurization processes; *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 30, 94-100, 1997.
- 7) Ludikhuyze, L., De Cordt, S., Weemaes, C., Herremans, C., Van Impe, J., Hendrickx, M. and Tobback, P.; Kinetics for isobaric-isothermal inactivation of *Bacillus subtilis* α -amylase; *Biotechnology progress*, 13, 532-538, 1997.
- 8) Ludikhuyze, L., Weemaes, C., Van den Broeck, I., Hendrickx, M. and Tobback, P.; Kinetic parameters for pressure-temperature inactivation of *Bacillus subtilis* α -amylase under dynamic conditions; *Biotechnology Progress*, 13, 617-623, 1997
- 9) Van Loey, A., Haentjens, T., Hendrickx, M. and Tobback, P.; The development of an enzymic time temperature integrator to assess thermal efficacy of sterilization of low-acid canned foods; *Food Biotechnology*, 11(2), 147-168, 1997.
- 10) Hendrickx, M., Ludikhuyze, L., Van den Broeck, I. and Weemaes, C.; Effects of high pressure on food quality related enzymes; *Trends Food Sci. Technol.* 9: 197-203, 1998.
- 11) Ludikhuyze, L., Indrawati, Van den Broeck, I., Weemaes, C. and Hendrickx, M.; The effect of combined pressure and temperature on soybean lipoxygenase: I. The influence of extrinsic and intrinsic factors on isobaric-isothermal inactivation kinetics; *J. Agric. Food Chem.* 46: 4074-4080, 1998.

- 12) Ludikhuyze, L., Indrawati, Van den Broeck, I., Weemaes, C. and Hendrickx, M.; The effect of combined pressure and temperature on soybean lipoxygenase: II. Modeling inactivation kinetics under static and dynamic conditions; J. Agric. Food Chem. 46: 4081-4086, 1998.
- 13) Smout, C., Van Loey, A. and Hendrickx, M.; Heat distribution study in an industrial-scale water cascading (rotary) retort.; J. Food Sci. 63: 882-886, 1998.
- 14) Van den Broeck, I., Ludikhuyze, L. R.; Van Loey, A. M.; Weemaes, C. A.; Hendrickx, M. E.; Thermal and combined pressure-temperature inactivation of orange pectinesterase: influence of pH and additives; J. Agric. Food Chem. 47 (7), 2950-2958, 1999.
- 15) Indrawati, Van Loey, A.M., Ludikhuyze, L.R., Hendrickx, M.E.; Soybean lipoxygenase inactivation by pressure at subzero and elevated temperatures; J. Agric. Food Chem. 47 (6), 2468-2474, 1999.

Enclosure 9 : List of conferences organised by the Laboratory of Food Technology (KUL)

- **European Conference on Emerging Food Science and Technology**, (in cooperation with EFFOST, VTT Biotechnology and Food Research, Finnish Society of Food Science and Technology and European Commission DGXII), November 22-24, 1999, Tampere, Finland, *role*: conference chairman M. Hendrickx
- RETUER, Ready to Use European Research, '**Thermal processing of foods : heat distribution and heat penetration in process design**', October, 8, 1999, K.U.Leuven, Leuven, Belgium, *role*: organiser
- International Symposium '**Fresh Novel Foods by High pressure**', in cooperation with VTT Biotechnology and Food Research, September, 21-22, 1998, Helsinki, Finland, *role*: organiser
- Seminar '**Collaborative EU research projects on Process Optimisation and Minimal Processing of Foods**', October 23-25, 1997, K.U.Leuven, Leuven, Belgium, *role*: organiser
- Conference '**Thermal Processing of Foods : recent developments in process validation**', November 26, 1997, K.U.Leuven, Leuven, Belgium, *role*: organiser
- Conference '**Time Temperature Integrators for Thermal Process Evaluation - from development to industrial application**', November 26, 1996, K.U.Leuven, Leuven, Belgium, *role*: organiser