

Erkennung von Qualitätsparametern bei Frischfleisch mittels dielektrischer Zeitbereichsreflektometrie

The recognition of fresh meat quality parameters using the dielectric time domain reflectometry

C. DREYß, K. TROEGER und E. LÜCKER¹

¹Lebensmittelhygienisches Institut, Veterinärmedizinische Fakultät der Universität Leipzig

Zusammenfassung. Durch die in den letzten Jahren aufgetretenen Lebensmittelskandale besteht ein verstärktes Interesse an der Entwicklung neuer Technologien für Erfassung und Monitoring von Qualitätsparametern besonders im Frischfleischsektor. Da die dielektrischen Eigenschaften eines jeden Materials, also auch von Fleisch, charakteristisch sind und von Faktoren wie dem Feuchtigkeitsgehalt, der chemischen Zusammensetzung, der physikalischen Struktur und auch der Temperatur abhängig sind, gibt es bereits seit einigen Jahren verschiedene Forschungsbestrebungen im Bereich der dielektrizitätsbasierten Messmethoden. Ein von der Firma Sequid entwickeltes Messverfahren für die Bestimmung der Qualitätsparameter Lagerdauer und eventuell erfolgter Gefrierprozesse bei Fisch basiert auf der dielektrischen Zeitbereichsreflektometrie (im Folgenden kurz TDR, time domain reflectometry, genannt). Die Klärung der Frage, in wie weit dieses Verfahren auch bei Frischfleisch angewendet werden kann, ist das Ziel des vorliegenden Projektes. Die TDR ist ein Verfahren zur Ermittlung und Analyse von Lauflängen und Reflektionscharakteristika elektromagnetisch erzeugter Wellen und Signale. Mittels dieser Technologie soll es gelingen, die im Folgenden aufgeführten Zielsetzungen der Qualitätsbestimmung bei Frischfleisch zu verwirklichen. Seit Anfang 2009 laufen die ersten Hauptversuchsreihen bezüglich Gefrierprozesserkennung (auch im Rahmen eines 18-monatigen Langzeitgefrierversuchs), Lagerdauer- sowie Fremdwassererkennung. Auch wurden bereits erste Vorversuche hinsichtlich Reifegraderkennung von Rindfleisch sowie Erkennung von PSE-Schweinefleisch durchgeführt. Parallel dazu erfolgt von Seiten der herstellenden Firma eine fortlaufende technische Weiterentwicklung der Sonden.

Für den Nachweis von Fremdwasser wurde Hähnchenbrustfilets mittels Multinadelinjektor und/oder Tumbler in verschiedenen prozentualen Mengen Wasser zugesetzt, bei der Hälfte der Chargen unter zusätzlicher Verwendung eines Diphosphates. Die Messungen mit der Hochfrequenzsonde wurden nach dreitägiger Kühllagerung bei 2 °C durchgeführt. Bei der Versuchsauswertung wurde dann anhand verschiedener Kontrollchargen die Einordnungsgenauigkeit für die mit Wasser versetzten Chargen ermittelt. Je nach Charge ergaben sich hier Werte für das Bestimmtheitsmaß zwischen 62,5 und 100 %, wobei der Hauptanteil der Proben mit einer Genauigkeit von über 80 % den richtigen Chargen zugeordnet werden konnte. Aus dem noch andauernden Gefrierlagerversuch mit einer Gesamtdauer von 18 Monaten sollen erste Zwischenergebnisse präsentiert werden. Die Lagerung von drei verschiedenen Frischfleischsorten (Schweinebauch, Schweinelachse, Rinderbugstück) erfolgt bei -12°C, -18 °C sowie -25 °C vergleichend. Eine Hälfte des Materials wurde vor dem Tiefgefrieren bei 2 °C für eine Woche gelagert, die andere Hälfte direkt bei Anlieferung eingefroren. Eine abschließende Darstellung der Ergebnisse erfolgt nach Beendigung des Versuchs im Herbst 2010.

Bei der Genauigkeitsbestimmung der Probeneinordnung in frische, einmal gefrorene und doppelt gefrorene Chargen (Gefriertemperatur -18°C) wurden ganze Teilstücke sowie aufgeschnittene dünnere Scheiben von Schweinelachsen verwendet. Die korrekte Einordnung der Proben war auch hier mit einer Genauigkeit von bis zu über 95 % möglich. Diese ersten Ergebnisse aus den Hauptversuchen zeigen, dass bei Fleisch besonders die Erkennung von Fremdwasserzusätzen bei Geflügelfleisch sowie der Nachweis von Gefrierprozessen als Einsatzbereiche der Methode geeignet sind.

Schlüsselwörter

Fleischqualität – Hochfrequenz – Lagerdauer – Gefrierprozesse – Fremdwasser

Key Words

meat quality – high frequency – storage time – freezing processes – extraneous water

Summary

Due to the food scandals which appeared in the last few years there is an increased interest for the development of new technologies for detecting and monitoring of quality parameters especially in the sector of raw meat. As the dielectrical properties of each material, thus as well for meat, are characteristic and depend on factors as moisture content, chemical composition, physical structure and also temperature, there have been different research efforts within the scope of dielectricity-based measurement techniques in the last years.

One measurement technique, developed by the Sequid company, for the determination of the quality parameters storage period and potentially performed freezing processes of fish is based on dielectric time domain reflectometry (TDR). The clarification of the question to what extent this method can also be applied on fresh and raw meat, is the ambition of the present project.

TDR is a technique for determination and analysis of run lengths and reflection characteristics of electromagnetically generated waves and signals. Using this technology it is expected to accomplish the purposes of quality determination on fresh meat listed below.

Since the beginning of the year 2009 the first series of main experiments are in progress concerning the recognition of freezing processes (also in the framework of an 18 month long time frozen storage experiment), just as the detection of storage time and added extraneous water. And there were accomplished preliminary experiments in regard to the determination of beef's stage of maturity and recognition of PSE meat. In parallel, there is a continuous technical enhancement of the probe by the fabricating company.

For the detection of added extraneous water different percentage amounts of water were added to chicken breast filets with a multi needle injector and/or a tumbler, one half of the charges by using a diphosphate additionally. The measurements with the high frequency probe were accomplished after three days of cold storage at 2 °C. For the evaluation of the experiment the accuracy of the added water assays' correct placement into the right charges was determined, using different control charges. According to the charges the values for the coefficient of determination resulted between 62.5 and 100 %, whereas the main part of the assays could be allocated to the correct charges with an accuracy of more than 80 %. From the still continuing frozen storage experiment with an overall duration of 18 month first intermediate results shall be presented. The storage of three different modes of meat (pork belly, pork chops and musculature from the beef shoulder) is carried out at -12°C, -18 °C and -25 °C comparatively. Half of the material was stored at 2 °C for one week before it was frozen, the other half was frozen directly when the meat was delivered. A concluding exposure of the results will take place in autumn 2010 when the experiment is finished. At the determination of the accuracy of the assays' correct placement into the charges fresh, single frozen and double frozen (freezing temperature of -18 °C) whole meat sections of pork chops were used as well as thin cut slices. The assays' correct placement here was possible with an accuracy of as far as over 95 % too.

These first results from the main experiments illustrate that for meat especially the recognition of added extraneous water in poultry meat as well as the detection of freezing processes are suitable application areas for this technology.

Einleitung

Die Qualität von frischem Fleisch ist in den vergangenen Jahren verstärkt in das Bewusstsein der Verbraucher gerückt. Da im Zuge der sogenannten „Gammelfleischskandale“ durch alle Medien über die Problematik des Inverkehrbringens von überlagertem und auch bereits verdorbenem Fleisch berichtet wurde, benötigt sowohl die behördliche Überwachung als

auch die Qualitätsprüfung in verarbeitenden Betrieben Verfahren, mit denen Qualitätsabweichungen so einfach und schnell wie möglich erkannt werden können.

Befasst man sich mit dem Qualitätsbegriff bei Frischfleisch, muss zunächst einmal definiert sein, auf welche Parameter sich dieser Begriff beziehen soll. Eine heute noch allgemein gültige Definition des Qualitätsbegriffs bei Fleisch besagt, dass die

Fleischqualität die Summe aller sensorischen, ernährungsphysiologischen, hygienisch-toxikologischen und verarbeitungstechnologischen Eigenschaften des Fleisches umfasst (HOFMANN, 1973). Neben vielen ernährungsphysiologisch relevanten Gesichtspunkten beinhaltet dies natürlich auch die Frische des Fleisches. Die mögliche Lagerdauer von Frischfleisch hängt neben der Gewinnungs- und Verarbeitungshygiene immer auch von verschiedenen anderen Faktoren wie der Tierart, dem Teilstück sowie Lagerparametern wie Temperatur und Verpackungsart ab, so dass allgemeingültige Aussagen meist schwer zu treffen sind. Als gängige Erfassungsmethoden dienen derzeit in erster Linie die mikrobiologische Untersuchung, die sensorische Untersuchung, die Ermittlung von Fettverderbskennzahlen mittels Bestimmung von Peroxidzahl, Säurezahl und der Thiobarbitursäure-reaktiven Substanz Malondialdehyd (TBARS) sowie die Erfassung von pH-Werten, Farbe und Redoxpotenzial. Die mikrobiologische Untersuchung ist bedingt durch die Bebrütungszeiten meist zu langwierig für schnell zu treffende Entscheidungen bezüglich der Frische von Fleisch. Die sensorische Prüfung hingegen ist zwar schnell und jederzeit durchführbar, erfordert aber Erfahrung des Prüfpanels und ist immer auch subjektiv. Die Frischebestimmung mittels pH-Werten, Säure- oder Peroxidzahl sowie Redoxpotenzial ist ebenfalls kritisch zu betrachten, da zwar immer Tendenzen erkannt, aber keine letztlich gültigen Aussagen getroffen werden können (nach PICHNER, 1998). Die TBARS-Bestimmung kann als Verlaufsuntersuchung begleitend betrachtet werden, bringt als Einzelprobenuntersuchung aber ebenfalls kein sicher definiertes Ergebnis.

Doch nicht nur durch Lagerung kann sich die Fleischqualität verändern. Wird Frischfleisch eingefroren, ist durch die ablaufende Kristallisation eine Wertminderung oft unvermeidbar. Erfolgt im Handel dann eine Weitergabe des aufgetauten Materials als Frischfleisch, soll nach § 4 (5) der Verordnung über die Kennzeichnung von Lebensmitteln (LMKV) die Ergänzung „aufgetaut“ in die Deklaration aufgenommen werden, da sonst eine Irreführung des Verbrauchers gegeben wäre. Auch bei der Einfuhr von Fleisch in die EU ist diese

Fragestellung aus Zolltarifgründen relevant (HONIKEL, 2007). Darüber hinaus gelten seit dem 01. Mai 2010 neue Regelungen für die Verwendung von gefrorenem Ausgangsmaterial bei Geflügelfleischzubereitungen, werden diese mit der Kennzeichnung „aus frischem Fleisch“ in Verkehr gebracht, darf das verwendete Ausgangsmaterial zu keinem Zeitpunkt eingefroren gewesen sein (VO (EG) 1047/2009 des Rates vom 19. Oktober 2009 zur Änderung der VO (EG) 1234/2007 über eine gemeinsame Änderung der Agrarmärkte hinsichtlich der Vermarktungsnormen für Geflügelfleisch). Daher ist es sowohl für die verarbeitende Industrie als auch für die Überwachung von Interesse, auch über ein sicheres und schnelles Verfahren zur Erkennung von gefrorenem und aufgetautem Fleisch zu verfügen.

Dies gilt auch für den Zusatz von Fremdwasser in Frischfleisch, hier ist insbesondere der Geflügelfleischmarkt betroffen. Zwar schreiben die bestehenden Vermarktungsnormen für Geflügel ein Wasser-Protein-Verhältnis von 3,40 bis maximal 4,30 für frisches Geflügelfleisch vor, je nach Teilstück und Art der Kühlung (VO (EG) 543/2008 der Kommission vom 16. Juni 2008 mit Durchführungsvorschriften zur VO (EG) 1234/2007). Dieser Wert kann jedoch durch den Zusatz von beispielsweise Hydrolysaten entsprechend korrigiert werden. Wird dann noch tierartidentisches Protein verwendet, gestaltet sich der Nachweis als sehr aufwändig.

Technologie und Methoden

Ein von der Firma Sequid®, Bremen, entwickeltes Messverfahren für die Bestimmung der Qualitätsparameter Lagerdauer und eventuell erfolgter Gefrierprozesse bei Fisch und Fleisch basiert auf der dielektrischen Zeitbereichsreflektometrie (im Folgenden kurz DZBR genannt). Die hier aufgeführten Versuche wurden mit der Hochfrequenzsonde der zweiten Generation, Sequid SZ-2.7, durchgeführt. Die DZBR ist ein Verfahren zur Ermittlung und Analyse von Lauflängen und Reflektionscharakteristika elektromagnetisch erzeugter Wellen und Signale. Ein Impulsgenerator (ein Radiofrequenz-integrierter Schaltkreis, ra-

radio frequency integrated circuit (RFIC), Abb. 1) erzeugt eine Abfolge von sehr kurzen, elektromagnetischen Einzel-Impulsen im hochfrequenten Bereich (KENT *et al.* 2003). Die Frequenz beträgt beispielsweise bei dem im Projekt verwendeten Messgerät bis zu 5 GHz.

Über eine als Handgerät konstruierte Messsonde (Abb. 1), die über eine erweiterte Bodenplatte in direkten Kontakt mit der zu messenden Probe gebracht wird, werden die Impulse über ein offenes Koaxialkabel in den Oberflächenbereich des Materials geleitet. Hier erfolgt durch die entsprechenden dielektrischen Eigenschaften der Probe über magnetische Feldänderungen eine charakteristische Reflektion der elektromagnetischen Signale. Diese wird nun ebenfalls wieder mittels eines Sampling Gates (eine Art „Wiederaufnahme-Öffnung“) von der Sonde erfasst und an einen dem Messsystem angeschlossenen Computer weitergeleitet. Hier erfolgt auf dem Monitor die Darstellung der reflektierten Hochfrequenzsignale als Kurve. Die Länge des angezeigten Fensters umfasst einen Zeitbereich von 2,5 ns, zur weiteren Auswertung gelangt dann ein Abschnitt der angezeigten Kurve von etwa 1 ns. In diesem Abschnitt werden nun zwischen 30 und 50 Kurvenpunkte ausgewählt und mittels Hauptkomponentenanalyse weiter aufgearbeitet (KENT *et al.* 2003). Jede Einzelprobe wird achtmal gemessen, dies ist im Messsystem so voreingestellt, um einen möglichst großen Datenpool zu bekommen.



Abb. 1: Hochfrequenz-Impulsgenerator und -Messsonde

Anhand der ermittelten Hauptkomponenten lassen sich dann auch grafische Darstellungen sowie statistische Genauigkeitsbestimmungen der erhobenen Daten durchführen. Hier kann auch eine gegenüberstellende Darstellung von Ergebnissen aus konventionellen Qualitätsuntersuchungen (Farbe, pH-Wert, Zartheit, Fettkennzahlen, mikrobiologische Untersuchungen...) in Bezug zu den Ergebnissen der Hochfrequenzmessung erfolgen, um mögliche signifikante Beziehungen aufzuzeigen.

Als Probenmaterial für die durchgeführten Untersuchungen wurde auf Grund der Homogenität meist *M. longissimus dorsi* vom Schwein verwendet, je nach Fragestellung der einzelnen Versuche aber auch Schweinebauch, Rinderbugstück sowie Hähnchenbrustfilets. Die vergleichenden Laboruntersuchungen wurden nach dem im Haus üblichen Standardverfahren (so weit gelistet § 64 Abs. 1 LFGB) durchgeführt.

Lagerdauerbestimmung. Die Eignung des Verfahrens wurde in diesem Versuch anhand von SB-verpackten Minutensteaks (*M. longissimus dorsi*) vom Schwein erprobt. Die handelsüblichen 400g-Verpackungen wurden alle aus der gleichen Produktionscharge bezogen und über einen Zeitraum von vier Wochen bei 2 bis 4 °C gelagert. Die Hochfrequenzmessungen wurden täglich Montag bis Freitag durchgeführt (an n=5 Scheiben), jeweils zweimal wöchentlich wurden ein mikrobiologisches und ein sensorisches Screening durchgeführt, ein Fäulnis-Screening mittels Nessler-Reagenz (Bestimmung von freiem Ammoniak) täglich. Darüber hinaus wurde zweimal wöchentlich eine Untersuchung auf die Thiobarbitursäure-reaktive Substanz Malondialdehyd vorgenommen, als Screening für mögliche oxidative Prozesse in den MAP-Packungen. Die vorherrschende MAP-Gaszusammensetzung (Einstellung des Herstellers 20 % CO₂, 80 % O₂) wurde täglich ermittelt.

Gefrierfleischerkennung. Die Eignung des Verfahrens im Bereich der Gefrierfleischerkennung wird derzeit in zwei verschiedenen Versuchsansätzen getestet. Einerseits soll die Unterscheidbarkeit von ein-

fach und doppelt gefrorenen Schweinelachsstücken im Vergleich zu frischem Material aufgezeigt werden. Zum anderen wird in einem Langzeitversuch mit monatlichen Messungen die Eignung für die Erkennung von Gefrierlagerzeiten an verschiedenen Fleischsorten und bei drei verschiedenen Gefriertemperaturen geprüft.

Erkennung von einfach und doppelt gefrorenem Material. Die Messungen erfolgten an Schweinelachsen (*M. longissimus dorsi*), die direkt bei der Anlieferung frisch (d.h. einen Tag *post mortem*) gemessen, danach zugeschnitten und bei -18 °C eingefroren wurden. Nach 14 Tagen wurden sämtliche Proben aufgetaut, an einer Hälfte wurden erneut Messungen durchgeführt und die andere Hälfte wurde nochmals für weitere 14 Tage eingefroren. Dann wurden auch diese doppelt gefrorenen Proben nach dem Auftauen gemessen. Der Versuch wurde in zwei Varianten unter gleichen Bedingungen durchgeführt, an ganzen Lachsstücken, zur Messung frisch aufgeschnitten, sowie bereits am Anlieferungstag in Scheiben geschnittener Rückenmuskulatur, eingefroren und getaut.

Bestimmung der Gefrierlagerdauer. Für diesen Versuch werden ganze Schweinelachse, Schweinebäuche und Rinderbugstücke über einen Zeitraum von 18 Monaten bei drei verschiedenen Temperaturen (-12 °C , -18 °C , -25 °C) eingefroren gelagert und monatlich aufgetaut und vermessen. Die Lagerung erfolgt in Satten, wobei die Einzelproben fest in HDPE-Folien (high density polyethylen) gewickelt

verpackt sind (nicht vakuumiert). Ein Teil des Materials wurde bei der Anlieferung einen Tag *post mortem* direkt eingefroren, der andere zuvor für eine Woche bei 4 °C gelagert.

Erkennung des Zusatzes von Fremdwasser. In Kooperation mit der Deutschen See wurden zwei Versuchreihen durchgeführt, die die Einsatzmöglichkeiten des Verfahrens für die Erkennung von Fremdwasserzusätzen (im Besonderen bei Geflügelfleisch) aufzeigen sollten. Als Probenmaterial wurden Hähnchenbrustfilets verwendet. Es erfolgte eine Frischmessung am Tag der Anlieferung, dann wurden 12 verschiedene Chargen hergestellt sowie eine weitere Kontrollcharge. Es wurde eine physiologische Kochsalzlösung als zuzusetzende Flüssigkeit verwendet, des Weiteren kam bei den Phosphatchargen ein Diphosphat (Natrium-Kalium) zum Einsatz. Bei den jeweils erstgenannten Chargen (1, 4, 7, 10) sollten 3 % Wasser zugesetzt werden, im zweiten Versuchansatz einige Monate später 10 %, bei den zweitgenannten 5 % bzw. 15 % und bei den letztgenannten 8 % bzw. 20 % (die tatsächlich erreichten Wasserzusätze sind in Tab. 1 aufgeführt). Die Erhöhung der prozentualen Zusätze ergab sich aus den Ergebnissen der ersten Versuchreihe, die aufzeigte, dass ein Einsatz der Technologie für diese Anwendung erst ab einem Zusatz von mindestens 3 % Fremdwasser sehr gute Ergebnisse bringt. Zum anderen ist die wirtschaftliche Relevanz der Verwendung bei Zusätzen unter etwa 6 bis 7 % Fremdwasser nicht gegeben. Die Be-

Tab. 1: Übersicht über die in beiden Versuchsansätzen hergestellten Chargen mit Fremdwasserzusatz bei Hähnchenbrustfilets

	Ch 1	Ch 2	Ch 3	Ch 4	Ch 5	Ch 6	Ch 7	Ch 8	Ch 9	Ch 10	Ch 11	Ch 12
Wassergehalt (%)	1,9	5,0	7,6	2,2	3,2	7,7	1,8	3,4	5,3	1,9	3,2	4,8
	Ch 1	Ch 2	Ch 3	Ch 4	Ch 5	Ch 6	Ch 7	Ch 8	Ch 9	Ch 10	Ch 11	Ch 12
Wassergehalt (%)	8,9	13,5	18,6	10,4	12,7	18,2	6,9	13,4	17,4	8,1	13,0	17,3

Sollwerte Fremdwasser oben: 3, 5 und 8 %; unten: 10, 15 und 20 %

stimmung der Wasser-Protein-Verhältnisse machte deutlich, dass eine Verschiebung des Verhältnisses in Bereiche über 3,5 (Grenzwert für Geflügelbrust, angegeben in den Vermarktungsnormen für Geflügelfleisch nach VO (EG) 543/2008) erst ab diesen Zusatzmengen auftritt.

Die Chargen 1 bis 3 wurden ohne Phosphat rein getumbelt, die Chargen 4 bis 6 mit Phosphat. Den Chargen 7 bis 9 wurde das Wasser mittels Multinadelinjektor und anschließendem Tumbeln zugeführt, den Chargen 10 bis 12 ebenso, hier allerdings wieder unter dem Einsatz von Phosphat (siehe Tab. 1, Phosphatchargen sind weiß unterlegt, diejenigen ohne Phosphat grün). Die zur Auswertung verwendete Kontrollcharge wurde ebenfalls nur getumbelt, dann wurden alle Chargen nach drei Tagen Ruhen im Kühlraum (2 °C) gemessen.

Ergebnisse

Lagerdauerbestimmung. Bei der Auswertung konnte für die Genauigkeit der Probeneinordnung ein Bestimmtheitsmaß R^2 von 73,5 % für die Kalibrationsdaten sowie ein RMSE (root mean square error, mittlerer Fehler) für die Validationsdaten von 5,1 Tagen ermittelt werden. Dies bedeutet, dass die Einordnung der Proben mittels Hochfrequenztechnologie in die entsprechend korrekten Lagertage mit einer Genauigkeit von $\pm 5,1$ Tagen möglich war. Im Replikationsversuch konnte bei einem R^2 von 61,8 % das gute Ergebnis des ersten Versuches nicht bestätigt werden. Allerdings lag an Tag 20 ein Schaden an der MAP-Verpackung vor (Abb. 2), bei Herausrechnung dieses Wertes verbessert sich das Ergebnis für R^2 auch für diesen Versuch auf über 70 %.

Erkennung von einfach und doppelt gefrorenem Material. Bei der Auswertung zeigte sich, dass eine korrekte Einordnung der drei Probengruppen frisch, einfach gefroren und doppelt gefroren mittels Hochfrequenzmessung für die frisch aufgeschnittenen Proben zu 91,7 % (Einordnung der unbekanntem Validationsdaten) möglich war (Abb. 3), und die Einordnung im Scheiben-Versuch zu immerhin 90 %. In vorangegangenen Vorversuchen konnten sogar Ergebnisse bis zu über 95 % erzielt

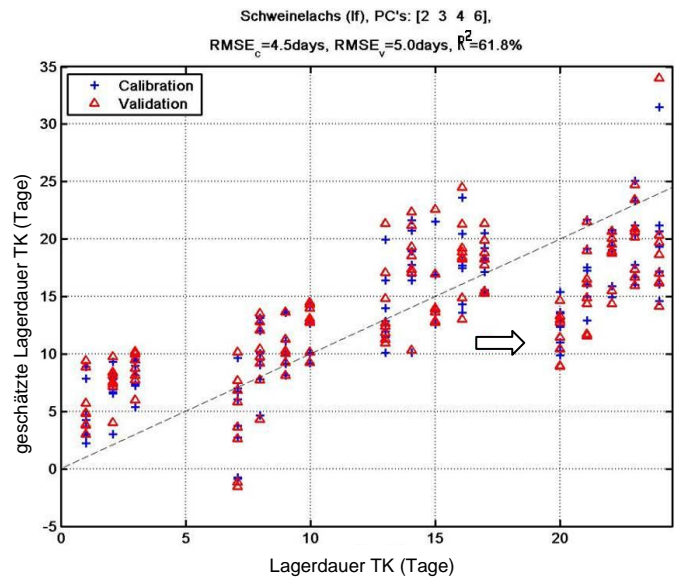


Abb. 2: Grafische Darstellung der Versuchsauswertung Lagerdauerbestimmung von MAP-Schweinelachsscheiben über das Bestimmtheitsmaß R^2 der Kalibration sowie den mittleren Fehler der Kalibration und Validation in Tagen, Verpackungsfehler Tag 20

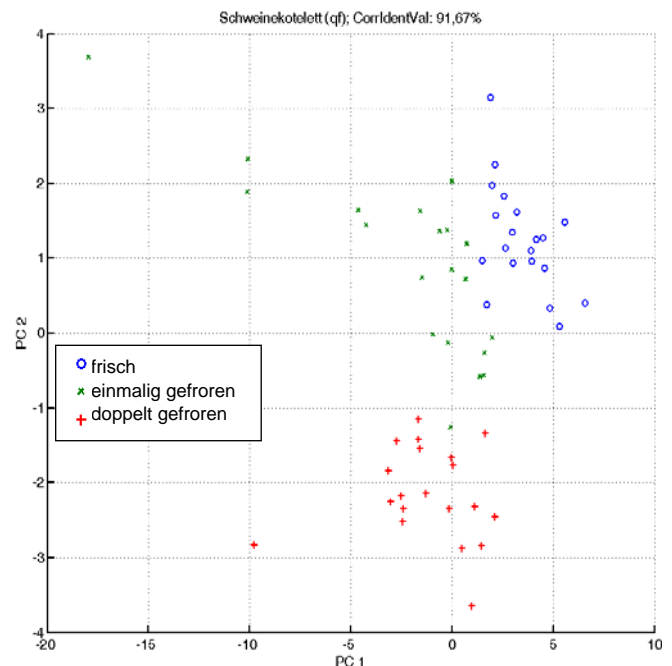


Abb. 3: Gefrierprozessbestimmung an *M. longissimus dorsi*-Stücken vom Schwein, grafische Darstellung der Versuchsauswertung mittels Hauptkomponentenanalyse und Auftrennung der drei Probengruppen frisch, einmalig sowie doppelt gefroren

werden. Vergleichend dazu wurden sensorische Prüfungen, angelehnt an das DLG-5-Punkte-Schema für Frischfleisch, durchgeführt.

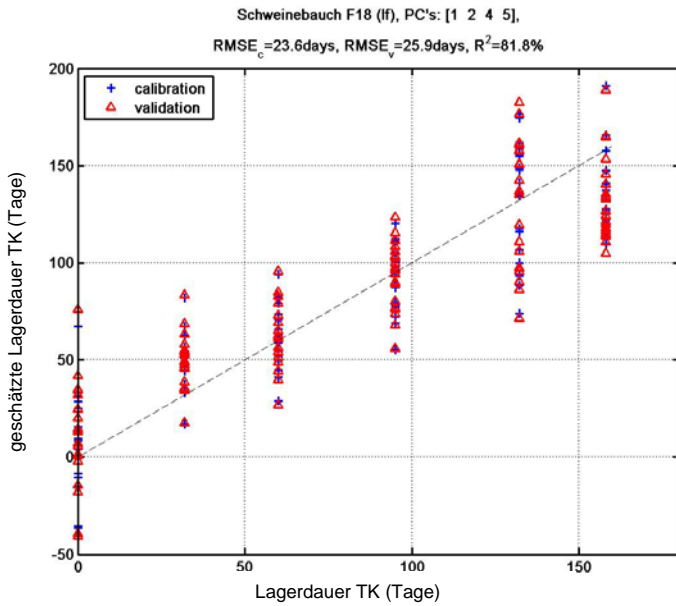


Abb. 4: Grafische Darstellung der Versuchsauswertung Gefrierlagerdauerbestimmung Schweinebauch frisch eingefroren bei -18°C über das Bestimmtheitsmaß R^2 der Kalibration sowie den mittleren Fehler der Kalibration und Validation in Tagen

Bestimmung der Gefrierlagerdauer. Da dieser Versuch erst im Herbst nächsten Jahres abgeschlossen wird, ist noch keine endgültige Aussage über die Eignung des Verfahrens möglich, jedoch sind bereits gute Tendenzen erkennbar. Beispielhaft sei hier eine Zwischenauswertung nach 6

Monaten Lagerung für Schweinebauch, frisch eingefroren am Tag der Anlieferung bei -18°C , aufgeführt (Abb. 4). Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass sich die DZBR bei Schweinebauch (als stärker fetthaltigem Fleischmaterial) als gut geeignet für diesen Anwendungsbereich darstellt, da ein solches Material im Laufe der Gefrierlagerung anfälliger für Oxidationsprozesse ist. So lagen die Werte für R^2 (Bestimmtheitsmaß für die Kalibrationswerte) bei den fettärmeren Schweinelachsproben, eingefroren einen Tag *post mortem*, zwischen 71,8 und 78,8 %.

Auch ist die korrekte Einordnung bei den vor dem Einfrieren kühlgelagerten Proben besser gegeben, da hier ebenfalls von stärkeren Materialveränderungen, bedingt durch Proteinabbau- und Oxidationsprozesse, ausgegangen werden kann. Hier wurden auch bei den Schweinelachsproben Ergebnisse zwischen 81,9 und 93,3 % erreicht.

Die stärkste Streuung wiesen die Rinderbugstück-Proben auf, 2 Tage *post mortem* gefroren konnten beispielsweise die Lagermonate bei -18°C -Lagerung nur mit einer Genauigkeit von 63 % zugeordnet werden, die -25°C -Proben dagegen mit 81,9 %. Die gelagert gefrorenen Stücke bewegten sich zwischen 73,9 bis 80,1 % Erkennungsgenauigkeit.

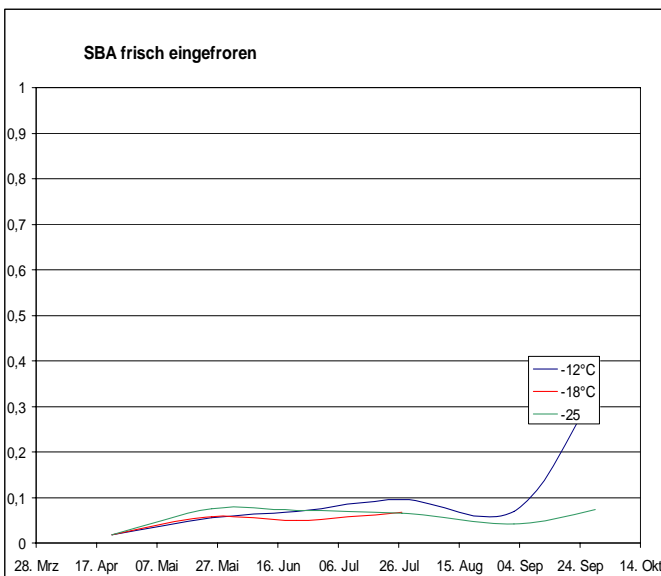


Abb. 5a: Zwischenergebnis der TBARS-Bestimmung von frisch gefrorenem Schweinebauch (SBA) nach 8 Monaten Lagerdauer

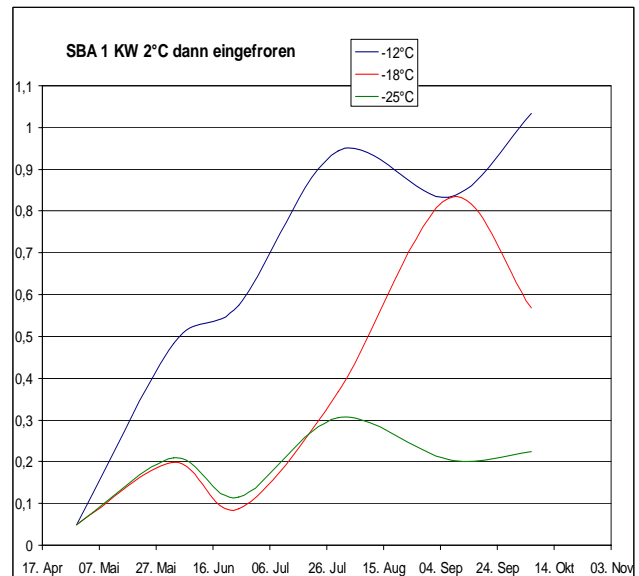


Abb. 5b: Zwischenergebnis der TBARS-Bestimmung von gelagert gefrorenem Schweinebauch (SBA) nach 8 Monaten Lagerdauer

Bei den vergleichenden Laboranalysen zeigt sich, dass der doppelte Ansatz, einmal frisch eingefroren, einmal gelagert eingefroren, Unterschiede an den beiden Versuchsgruppen deutlich macht. Dies soll an einem Zwischenergebnis nach 8 Monaten Lagerdauer anhand der ermittelten Werte für die Thiobarbitursäure-reaktive Substanz Malondialdehyd (TBARS) als Fettverderbsparameter aufgezeigt werden (Abb. 5a und 5b)

Auch in den sensorischen Untersuchungen (nach DLG-5-Punkte-Schema) kommen diese Unterschiede in der Intensität der Fettveränderungen zum Tragen. Die mikrobiologischen Screenings (alle 3 Monate) besitzen bislang jedoch wenig Aussagekraft.

Erkennung des Zusatzes von Fremdwasser. Die Ergebnisse waren äußerst zufriedenstellend, beispielsweise gelang eine Unterscheidung aller behandelten Proben zur Kontrollcharge mit einer Genauigkeit von 93 % (Abb. 6).

Vergleichend kam auch eine weiterentwickelte Sondentechnologie zum Einsatz, hier gelang die korrekte Einordnung sogar zu fast 99 % (Abb. 7).

Die Auswertung der Unterscheidungsgenauigkeit der einzelnen Chargengruppen (also 1 bis 3, 4 bis 6 etc.) verglichen zur Kontrollcharge lieferten sogar noch bessere Ergebnisse als die oben aufgeführte Gruppenauswertung, alle Ergebnisse lagen zwischen 94 und 99 %.

In der zweiten Versuchsreihe wurde noch eine spezielle Hydrolysat-Charge hergestellt. Hierfür wurde Hähnchenbrustfilets 15,5 % Fremdwasser zugesetzt, in der verwendeten Lake befand sich jedoch zusätzlich ein Hydrolysatpulver, gewonnen aus Hühnersternum. Trotz des hohen Zusatzes an Fremdwasser konnte so ein Wasser-Protein-Verhältnis von 3,32 erreicht werden. Die Unterscheidungsgenauigkeit der Proben dieser Charge im Vergleich zur Kontrollcharge gelang mit der älteren Sondentechnik zu 80 %, mit der neuen optimierten Sonde sogar zu 100 % (Abb. 8).

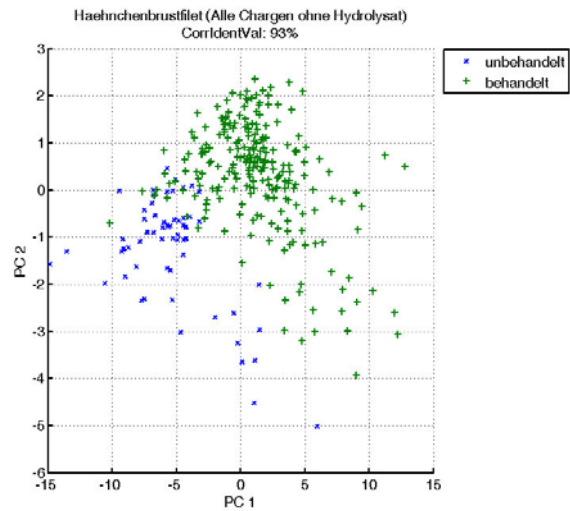


Abb. 6: Grafische Ergebnisdarstellung der Einordnungsgenauigkeit (der Validationsdaten) aller behandelten Hähnchenbrust-Chargen im Vergleich zur Kontrollcharge

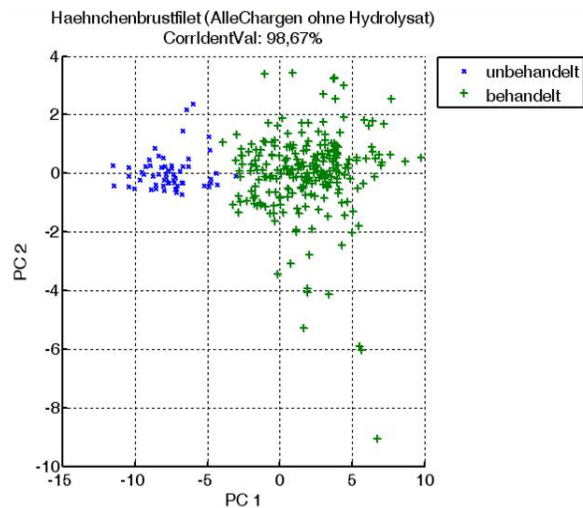


Abb. 7: Grafische Ergebnisdarstellung der Einordnungsgenauigkeit (der Validationsdaten) aller behandelten Hähnchenbrust-Chargen im Vergleich zur Kontrollcharge – neue Sonde

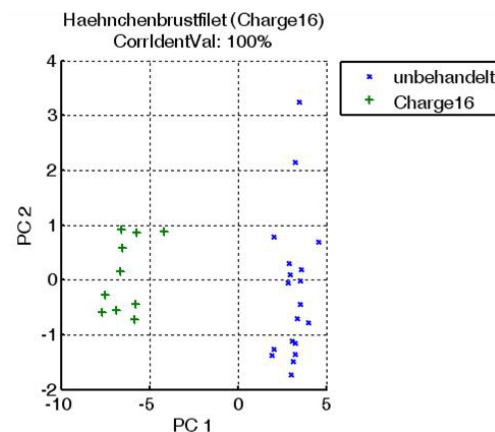


Abb. 8: Grafische Ergebnisdarstellung der Einordnungsgenauigkeit (der Validationsdaten) der Hydrolysat-Hähnchenbrust-Charge im Vergleich zur Kontrollcharge – neue Sonde

Diskussion

Wie die Ergebnisse zeigen, eignet sich die dielektrische Zeitbereichsreflektometrie auch für den Einsatz zur Erkennung von Qualitätsparametern bei Frischfleisch. Besonders bei der Erkennung von Gefrierprozessen und der Ermittlung von Fremdwasserzusätzen bei Geflügelfleisch wurden sehr gute Ergebnisse erzielt. Da mittlerweile auch im Bereich der Lagerdauerbestimmung verschiedener Fleischsorten mit der neuen, optimierten Sonde sehr vielversprechende Ergebnisse existieren, sollen in den kommenden Monaten auch hier in Kulmbach entsprechende Versuche mit dieser Sonde durchgeführt werden. Darüber hinaus gilt es, die sehr guten Ergebnisse der oben erwähnten Gefrier- und Fremdwasserversuche noch weiter statistisch abzusichern. Auch ein möglicher Einsatz zur Erkennung des Reifegrades von Rindfleisch ist nach wie vor von Interesse, auch hier sollen sich entsprechende Versuche mit der neuen Sonde anschließen. Die abschließende Bewertung des Lagerdauerversuches bei Gefrierfleisch wird im Winter 2010 erfolgen.

Schließlich müssen sich im Anschluss an die wissenschaftlichen Versuchsdurchführungen groß angelegte Praxistests anschließen, um einen entsprechend ausreichenden Datenpool für die einzelnen Fleischarten und -zustandsformen zu bekommen. Bisher werden auf wissenschaftlicher Ebene nur relative, große Datensätze für die statistische Machbarkeitsfeststellung erhoben, letztendlich sollen jedoch auch Einzelproben unbekannter Art entsprechend gemessen und bewertet werden können, wie das für verschiedene Fischarten ja bereits umgesetzt werden konnte.

Danksagung

Mein Dank gilt der Bundesanstalt für Landwirtschaft und Ernährung, die dieses Projekt im Rahmen des Programms zur Innovationsförderung finanziert. Ebenso danke ich den beteiligten Projektpartnern für die gute Zusammenarbeit, den Firmen Schiller Fleisch und Budenheim für die Bereitstellung von Verbrauchsmaterialien und meinen Kollegen aus dem Institut für Sicherheit und Qualität bei Fleisch, allen voran meinen Assistenten Frau Büchs und Herrn Iglar, für die tatkräftige Unterstützung.

Literatur

VO (EG) 1047/2009 des Rates vom 19. Oktober 2009 zur Änderung der VO (EG) 1234/2007 über eine gemeinsame Änderung der Agrarmärkte hinsichtlich der Vermarktungsnormen für Geflügelfleisch

Honikel, K.O. (2007): Analyse von aufgetautem Gefrierfleisch. In: Branscheid W. et al. (Hrsg.), Qualität von Fleisch und Fleischwaren. Deutscher Fachverlag, Frankfurt am Main

Hofmann, K. (1986): Ist Fleischqualität messbar? In: Kulmbacher Reihe Bd. 6

Kent M. et al. (2003): A new approach to measurement of fresh and frozen fish quality. First Joint Trans-Atlantic Fisheries Technologies Conference (TAFT), Reykjavik Island 2003

Lebensmittelkennzeichnungsverordnung (LMKV), in der Fassung von 1999, zuletzt geändert 2007, § 4 (5)

Lebensmittel- und Futtermittelgesetzbuch LFGB § 64, Neufassung vom 24.07.2009, zuletzt geändert 03.08.2009

Pichner, R. (1998): Charakterisierung des Frischezustandes bei Frischfleisch, In: Kulmbacher Reihe Bd. 15

