

INTRINSIEKE INDICATOREN VOOR DE AUTHENTICITEIT VAN HITTEBEHANDELDE CONSUMPTIEMELK



R. Van Renterghem CLO/RVK
M. Hendrickx KUL

Figure 1

Intrinsieke indicatoren voor de authenticiteit van hittebehandelde consumptiemelk

coördinator :

Ministerie van Middenstand en Landbouw
Centrum voor Landbouwkundig Onderzoek - Gent
Departement voor de Kwaliteit van Dierlijke
Producten en Transformatietechnologie
Brusselsesteenweg 370
B-9090 Melle
België
Tel: 09/272 30 00
Fax: 09/272 30 01
email : r.vanrenterghem@clo.fgov.be

contact :

Katholieke Universiteit Leuven
Departement Levensmiddelen- en Microbiële
Technologie
Laboratorium voor
Levensmiddelentechnologie
Kasteelpark Arenberg 22
B-3001 Leuven
België
Tel: 016/32 15 85
Fax: 016/32 19 60
email : Marc.Hendrickx@agr.kuleuven.ac.be

Contactpersonen:

dr. J. De Block
dr. ir. K. Grijspeerd
lic. R. Van Renterghem
lic. L. Mortier

Contactpersonen:

Prof. dr. ir. M. Hendrickx
dr. ir. L. Ludikhuyze
ir. W. Claeys

Inleiding en doel van het onderzoek

Melk is een basisvoedingsmiddel met bijzonder belang in het dieet van kinderen, zieken en bejaarden. Nutritioneel is melk een belangrijke leverancier van hoogwaardige eiwitten, vitaminen en mineralen. Rauwe melk is microbiologisch echter zo fragiel dat een correctieve warmtebehandeling absoluut nodig is om een veilig product te bekomen en de houdbaarheid te verhogen. Deze verhitting is de laatste en corrigerende stap in het productieproces van consumptiemelk. Deze stap houdt echter een risico van 'overprocessing' in waardoor problemen die geassocieerd zijn met voorgaande stappen in het productieproces gemaskeerd kunnen worden. Om dit te vermijden en om de fabrikanten te verplichten HACCP principes toe te passen in alle schakels van de productieketen, overweegt de Europese Unie een aantal normen te definiëren waaraan consumptiemelk moet voldoen. Deze normen moeten niet alleen het negeren van de HACCP principes en het corrigeren via een overmatige hittebehandeling zo goed als onmogelijk maken, maar moeten bovendien een garantie zijn voor microbiologisch veilige en kwalitatief hoogstaande producten die conform zijn met hun label. Naast het garanderen van de kwaliteit en de authenticiteit van de producten, zou kwaliteitsbeheer op alle productieniveaus eveneens moeten leiden tot een verhoging van de economische efficiëntie en een vermindering van de milieubelasting als gevolg van energiebesparing en beperking van depositvorming op de productieapparatuur. Een minimale processing beperkt nl. de eiwitdenaturatie. Deze eiwitdenaturatie staat in nauw verband met vervuiling of 'fouling' van de warmtewisselaars, wat aanleiding geeft tot een hoger energieverbruik, grotere productieverliezen en meer afvalwater als gevolg van een hogere noodzaak tot reinigen.

Omwille van de beperkingen van *in situ* methodes (o.a. wegens problemen met detectielimieten), wordt het effect van een hittebehandeling op voedingsmiddelen veelal gekwantificeerd met behulp van fysisch-mathematische methoden of het gebruik van temperatuur-tijd integratoren. In de fysisch-mathematische methoden wordt het effect van de hittebehandeling (in termen van productieveiligheid) berekend op basis van fysische metingen (procescondities) en een mathematisch model (kinetica van de doelindex). Temperatuur-tijd integratoren (TTIs) zijn specifieke indicatoren, intrinsiek of extrinsiek aan het product, die toelaten de impact van een proces (thermische behandeling in termen van microbiologische veiligheid) direct en kwantitatief te meten. Voor het bovengeschetste probleem van authenticiteit komen alleen intrinsieke (producteigen) indicatoren in aanmerking. TTIs moeten echter voldoen aan een aantal strikte voorwaarden om éénduidig het effect van een proces kwantitatief vast te leggen. Een kinetische voorwaarde stelt dat de indicator en de doelindex een zelfde temperatuursgevoeligheid moeten vertonen (uitgedrukt in z-waarde of activeringsenergie). Vandaar dat een kinetische studie onontbeerlijk is bij het definiëren van indicatoren. Dergelijke kwantitatieve benadering is eveneens noodzakelijk om optimale procescondities te formuleren waarmee fouling van de warmtewisselaars kan vermeden of geminimaliseerd worden.

De algemene doelstelling van het project was dan ook tweeledig: (a) de ontwikkeling van controlemiddelen (analytische instrumenten) voor de evaluatie van de authenticiteit van consumptiemelk en (b) de identificatie van normen voor de evaluatie en controle van de productiegeassocieerde milieu-impact. De doelstelling met betrekking tot authenticiteit kon terug gebracht worden tot de ontwikkeling van analyseprocedures die toelaten de conformiteit van het product met zijn label te evalueren in termen van hittebehandeling (thermisatie, pasteurisatie, UHT-behandeling, sterilisatie). De doelstelling betreffende de productiegeassocieerde milieuhinder kwam neer op aspecten die gekoppeld zijn met fouling van de warmtewisselaars ten gevolge van de denaturatie van eiwitten tijdens de hittebehandeling. In dit project werden deze twee doelstellingen samen nagestreefd omdat beiden steunen op dezelfde wetenschappelijke principes nl. de kinetica van intrinsieke melkeigenschappen. Het bereiken van deze doelstellingen liet toe de in België geproduceerde melk aan de hand van een aantal indicatoren te karakteriseren en te evalueren, alsook voorstellen te formuleren naar de bedrijven toe die moeten leiden tot conformiteit van de producten met hun etikettering volgens mogelijke toekomstige Europese regelgeving, met als doel minimalisering van gezondheidsrisico's, betere kwaliteit van de producten, zuiniger omsprongen met de energiebronnen, verhoging van de productierendabiliteit en verlaging van de milieulasten.

Resultaten van het onderzoek

Voor de praktische uitvoering van deze doelstellingen werd het project opgesplitst in 3 fasen. De eerste fase van het project had tot doel de bestaande situatie in de Belgische zuivelindustrie in kaart te brengen. Voor deze screening werden 2

enquêteronden uitgevoerd bij 8 Belgische zuivelbedrijven. In de tweede fase werd een gedetailleerde studie van de kinetica van de geselecteerde componenten uitgevoerd als basis voor (i) de ontwikkeling van indicatoren voor de bepaling van authenticiteit en/of vervuiling en (ii) de ontwikkeling van een mathematisch model om optimale productie-omstandigheden te definiëren, enerzijds in termen van veiligheid en kwaliteit en anderzijds in termen van vervuiling. De derde fase tenslotte, omvatte een validatie van de geselecteerde indicatoren en van het ontwikkeld mathematisch model op pilotschaal, en een implementatie van de modelmatige benadering voor optimalisatie van de warmtebehandeling.

Selectie intrinsieke indicatoren

Volgende componenten werden als potentieel interessante intrinsieke TTIs beschouwd:

- alkalische fosfatase (mg p-nitrofenol/l): Alkalische fosfatase (ALF) is een melkenzym dat geïnactiveerd wordt bij verhitting van melk. ALF wordt voorgesteld om onderscheid te maken tussen rauwe en gepasteuriseerde melk. Volgens de Belgische wet moet gepasteuriseerde melk of boter fosfatase negatief zijn. De ALF-activiteit wordt bepaald via een colorimetrisch methode.
- lactoperoxidase (U/ml): Lactoperoxidase (Lpo) is eveneens een melkenzym dat geïnactiveerd wordt bij verhitting van melk. Lpo wordt voorgesteld om onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde en hooggepasteuriseerde melk. De Lpo-activiteit wordt bepaald m.b.v. een colorimetrisch methode.
- β -lactoglobuline (mg/l): β -lactoglobuline (β -lg) is een wei-eiwit waarvan de zuuroplosbare hoeveelheid een maat is voor de verhitting van melk. De concentratie van niet-gedenatureerd β -lg wordt bepaald via HPLC.
- hydroxymethylfurfural (mg/l): Hydroxymethylfurfural (HMF) is een indicator voor de mate waarin de Maillardreactie is doorgedaan. Vanaf UHT-verhitting treedt Maillardreactie duidelijk op. De bepaling van de HMF concentratie gebeurt colorimetrisch of m.b.v. HPLC.
- lactulose (mg/l): Lactulose wordt gevormd door een temperatuur-tijdafhankelijke isomerisatie van het melksuiker lactose. Bepaling van het lactulosegehalte wordt voorgesteld om onderscheid te maken tussen gepasteuriseerde, UHT- en gesteriliseerde melk. Het lactulosegehalte wordt bepaald m.b.v. een colorimetrisch-enzymatische test.
- furosine (mg/100g proteïne): Furosine is een zuur hydrolysaat van ϵ -N-deoxylactulosyl-L-lysine. Dit laatste is het meest stabiele Amadori-bestanddeel dat ontstaat uit de vroege Maillardreactie tussen lactose en de lysine-zijketens van de melkeiwitten. Furosine kan dus beschouwd worden als een indicator voor de mate waarin de vroege Maillardreactie is doorgedaan. De furosineconcentratie wordt uitgedrukt per 100g proteïne aangezien de vorming

van furosine in sterke mate afhangt van de proteïneconcentratie. De kwantitatieve bepaling van furosine gebeurt met HPLC.

- eiwitafbraak ($\mu\text{mol glycine/ml}$): Het bepalen van de eiwitafbraak laat toe een idee te vormen over de bacteriologische kwaliteit van melk voor verhitting. Dit gebeurt via de TNBS-methode waarbij colorimetrisch eindstandige NH_2 -groepen bepaald worden. Wanneer dit gebeurt in functie van de tijd wordt een maat voor de restprotease-activiteit verkregen. Dit is de enzymactiviteit van thermoresistente enzymen van psychotrofe bacteriën die gevormd worden bij langer bewaren van melk in koeltanks voor deze verhit wordt.
- hittestabiliteit (tijd): De hittestabiliteit is de tijd dat melk verhit mag worden in een gesloten buis bij 135°C vooraleer melk gaat uitvlokken. De hittestabiliteit daalt bij hogere verhitting van melk. Deze parameter speelt een belangrijke rol bij de fouling.

Fase 1: Inventarisatie

In deze fase werd een screening uitgevoerd van de bestaande situatie van de Belgische consumptiemelk aan de hand van potentieel interessante intrinsieke indicatoren. Hiervoor werden twee enquêtes georganiseerd waaraan 8 verschillende Belgische zuivelbedrijven deelnamen. Om een zo volledig mogelijk beeld te verkrijgen, nam ook één bedrijf deel met thermisatie- en pasteurisatielijnen voor de bereiding van kaas. De deelnemende bedrijven, die samen meer dan 90% van de Belgische consumptiemelk produceren, verschaften melkstalen van verschillende productielijnen en tevens zo gedetailleerd mogelijke informatie over deze lijnen, *i.e.* specificaties van het gebruikte procédé en de gebruikte temperatuur-tijdcombinatie voor de verschillende hittebehandelingsstappen. Omdat één enquête slechts een momentopname is, werd besloten om, met een tussenperiode van één jaar, een tweede enquête te organiseren. In de 142 stalen die in de twee enquêtes verzameld werden, werden volgende verhittingsindicatoren bepaald: lactulose, furosine, zuuroplosbaar β -lg, Lpo, ALF en de hittestabiliteit. De bepaling van ALF en Lpo gebeurde in de eerste enquête respectievelijk met een kwalitatieve kleurtest en een semi-kwantitatieve spectrofotometrische methode. In de tweede enquête werd voor de bepaling van deze twee enzymen een kwantitatieve spectrofotometrische methode gebruikt met voor Lpo ABTS (2,2'-azinobis(3-ethylbenzothiazolin-6-sulphonie acid)) en H_2O_2 en voor ALF natriumparanitrofenylfosfaat als substraat. Ook de eiwitafbraak werd spectrofotometrisch bepaald met TNBS (2,4,6-trinitrobenzeensulfonzuur) als substraat.

De resultaten van de twee enquêtes bleken zeer gelijklopend zodat kon besloten worden dat de Belgische zuivelindustrie grondig werd gekarakteriseerd. De deelnemende bedrijven ontvingen na elke enquête een gedetailleerd en persoonlijk rapport waarin de resultaten van de enquêtes, de positie van hun stalen in het

onderzoek en de overeenkomst van hun producten met mogelijke normen werden weergegeven.

Fase 2: Studie van de kinetiek van intrinsieke TTIs

De tweede fase van het project bestond uit een gedetailleerde studie van de inactivatiekinetiek van ALF en Lpo, van de denaturatiekinetiek van β -lg en van de vormingskinetiek van HMF, lactulose en furosine. Deze studie verschafte de nodige gegevens over de geschiktheid van de bestudeerde componenten als intrinsieke TTIs voor de verschillende types consumptiemelk en leverde de noodzakelijke gegevens voor de modelleringsstudie.

De geselecteerde indicatoren werden eerst kinetisch gekarakteriseerd onder geïdealiseerde procescondities aan de hand van isotherme experimenten (experimenten bij een constante temperatuur), waarbij het juiste mathematisch model gefit werd op de respons van de indicatoren, en waarbij een eerste schatting gemaakt werd van de kinetische modelparameters. ALF, Lpo en β -lg werden bestudeerd in het temperatuurdomein van respectievelijk 56°C tot 64°C, 69°C tot 73°C en 70°C tot 95°C, en HMF, lactulose en furosine in het temperatuurdomein van 90°C tot 130°C. Uit de isotherme experimenten bleek dat de inactivatie van ALF en Lpo, en de denaturatie van β -lg met een 1^e orde kinetiek (*i.e.* loglineaire afname van de activiteit of concentratie in functie van de tijd), en de vorming van HMF, lactulose en furosine met een pseudo-0^e orde kinetiek (*i.e.* lineaire toename van de concentratie in functie van de tijd) beschreven konden worden. In het algemeen was de kinetiek vrij reproduceerbaar, zowel binnen een zelfde lot melk als tussen verschillende loten melk onderling.

Vervolgens werden de berekende kinetische parameters geëvalueerd voor variabele extrinsieke (procescondities) en intrinsieke (melksamenstelling) factoren. Het effect van variabele procescondities op de kinetiek werd nagegaan aan de hand van niet-isotherme experimenten (experimenten bij variabele temperatuurcondities). In het algemeen bleken de kinetische parameters berekend op basis van isotherme data vrij goed toepasbaar onder niet-isotherme condities. Vooral voor de inactivatie van ALF en Lpo werd een goede overeenkomst waargenomen tussen de onder variabele temperatuurcondities geobserveerde respons en de respons berekend op basis van de onder isotherme condities bepaalde kinetische parameters.

Om het effect van productgebonden variaties op de kinetiek te evalueren, werden de experimenten herhaald op volle en afgeroomde melk, en op melkstalen die over verschillende seizoenen geïncubateerd werden. Wanneer de kinetiek in volle melk met deze in afgeroomde melk vergeleken werd, werden er op basis van 90% joint confidence regions significante verschillen waargenomen voor de inactivatie van Lpo, de denaturatie van β -lg, en de vorming van lactulose en furosine, hoewel de kinetische parameterwaarden slechts binnen een kleine range varieerden. M.b.t. de

seizoensgebonden variatie, werden op basis van 95% betrouwbaarheidsintervallen enkel voor HMF en furosine kleine maar significante verschillen waargenomen. De waargenomen verschillen in kinetiek tussen volle en afgeroomde melk en tussen melkstalen gecollecteerd op verschillende tijdstippen, zijn echter verwaarloosbaar binnen de context van het gebruik van de componenten als TTIs voor hittebehandelde melk.

Vervolgens werden temperatuur-tijd tolerantie (TTT-) diagrammen geconstrueerd, die de kinetische informatie van de bestudeerde indicatoren combineren met literatuurgegevens over de inactivatiekinetiek van relevante micro-organismen. M.b.v. deze diagrammen werd de impact van een hittebehandeling op melk gevisualiseerd, en werden criteria voor de controle van de melkauthenticiteit geëvalueerd.

Tot slot werd in deze tweede fase eveneens een mathematisch model ontwikkeld dat toelaat procesvoorwaarden te formuleren voor een minimale vervuiling van de productieapparatuur zonder de microbiële inactivatie te compromitteren. Dit model is gebaseerd op het werk van de Jong (NIZO) en gaat uit van de premisse dat eiwitvervuiling volledig terug te brengen is tot de denaturatie van β -Ig. De natuurlijke vorm van β -Ig wordt onder invloed van warmte eerst ontvouwd en daarna volgens een parallelle reactie ofwel getransformeerd naar een geaggregeerde toestand ofwel omgezet tot "vervuilende componenten" die dan verder aanleiding geven tot fouling. De hydraulica in de warmtewisselaars werd gemodelleerd als een ééndimensionale propstroming, waarbij rekening gehouden werd met de werkelijke temperatuurprofielen. Bij het ontwikkeld model werd enkel de eiwitdenaturatie in rekening gebracht. Bij hogere temperaturen vindt ook een niet onbelangrijke afzetting van mineralen plaats. De modellering van dit fenomeen, dat bijzonder complex is en waarvan weinig terug te vinden is in de literatuur, lag buiten de context van dit onderzoek.

Fase 3: Implementatie en demonstratie

De derde fase van het project omvatte de implementatie van de indicatoren. Daartoe werden de geselecteerde indicatoren voor authenticiteitsbepaling gevalideerd via proeven op pilotschaal in combinatie met gegevens die resulteerden uit voorgaande fasen en gegevens uit de literatuur. M.b.v. de kinetische gegevens die bekomen werden uit fase 2 en de temperatuur-tijdgegevens van de toegepaste warmtebehandeling, werden de gehalten aan lactulose, furosine, β -Ig en HMF berekend en vervolgens vergeleken met de gemeten waarde in het betreffende melkstaal. Er werden verschillen vastgesteld tussen de berekende en de gemeten waarden, waarvoor verschillende mogelijke verklaringen aangehaald werden. Ook het voorgestelde mathematische model voor minimalisatie van fouling werd gevalideerd. Dit gebeurde enerzijds op de UHT-pilootinstallatie van het DVK en anderzijds op vijf industriële installaties. Voor de validatie van het mathematische model op de industriële installaties werden de bedrijven bezocht om de nodige informatie over de

warmtebehandelingsinstallatie te verzamelen en werd na afloop van de modellering een rapport opgesteld dat aan het desbetreffende bedrijf werd bezorgd.

Besluit :

Door het organiseren van twee enquêtes, met een tussenperiode van een jaar, bij de belangrijkste Belgische consumptiemelkbedrijven en de bepaling van de verschillende potentiële intrinsieke indicatoren in de verzamelde melkstalen, werd de huidige situatie in de Belgische consumptiemelkproductie grondig gekarakteriseerd.

Bovendien bleek dat het gebruik van intrinsieke temperatuur-tijd integratoren voor de evaluatie van de verschillende types hittebehandeling van melk interessant is, aangezien deze specifieke indicatoren geen voorkennis van de productgeschiedenis of van het eigenlijke temperatuur-tijd profiel vereisen voor de bepaling van de impact van de betreffende hittebehandeling én tegelijkertijd aangewend kunnen worden voor de bepaling van de authenticiteit van consumptiemelk.

Eén van de belangrijkste vereisten voor een component om als indicator te kunnen fungeren, is de kinetische equivalentie voor hittegeïnduceerde wijzigingen tussen indicator en doelparameter. Zowel hittegevoelige componenten als componenten die tijdens een hittebehandeling gevormd worden, komen als indicator in aanmerking. In dit project werden de melkenzymen alkalische fosfatase en lactoperoxidase, het weiproteïne β -lactoglobuline, en de chemische componenten hydroxymethylfurfural, lactulose en furosine als potentiële indicatoren onderzocht op basis van een uitgebreide studie van hun inactivatie-, denaturatie- of vormingskinetiek.

Echter, de kwantitatieve gegevens m.b.t. microbiële destructie in melk die in de literatuur teruggevonden werden, waren niet éénduidig en maakten interpretatie van de bruikbaarheid van de componenten voor de evaluatie van de microbiële veiligheid van een thermisch proces moeilijk. Bovendien bleek uit de kinetische validatie-experimenten van de componenten op pilotschaal en industriële schaal, dat de temperatuurregistratie van hittebehandelingsinstallaties veelal onvoldoende en onnauwkeurig is.

Ofschoon de onderzochte componenten in het algemeen geschikt leken als indicator, is verder onderzoek naar hun globale toepasbaarheid (kinetiek en initiële concentratie moeten onafhankelijk zijn van de melksamenstelling) aangewezen. Daarnaast lijkt het nuttig het onderzoek uit te breiden naar andere, potentiële indicatoren, waarbij de aandacht meer naar vormingsproducten zoals hydroxymethylfurfural, lactulose en furosine zou moeten gaan, omdat voor deze componenten normen omtrent indicatorconcentratie eenvoudiger op te stellen en na te gaan zijn. In vergelijking met proteïnen wordt het gebruik van deze componenten minder beperkt door hun concentratie in rauwe melk (inactivatie/denaturatie van proteïnen is beperkt van 100 tot 0%) en de eventuele natuurlijke variatie van deze initiële concentratie.

Tenslotte werd door het modelleren van verschillende industriële verhittingsinstallaties aan de desbetreffende bedrijven de mogelijkheid gegeven hun procesomstandigheden indien nodig aan te passen naar een minimale fouling en optimale productie-efficiëntie.

Verspreiding van de onderzoeksresultaten :

- De deelnemende bedrijven ontvingen een persoonlijk rapport met de resultaten van de analyses van de stalen die ze naar aanleiding van beide enquêtes verschaften. Deze rapporten werden verstuurd in januari 1999, april 1999 en januari 2000. De rapporten bevatten eveneens informatie over de positie van het bedrijf in de Belgische situatie en de overeenkomst met mogelijke, toekomstige Europese normen.
- De bedrijven van wie een hittebehandelingssysteem werd gemodelleerd ontvingen een gedetailleerd rapport met de resultaten van de modellering en suggesties voor mogelijke verbeteringen betreffende de reductie van fouling en energieverbruik. Bovendien werden deze rapporten, indien gewenst door het desbetreffende bedrijf, gepresenteerd en nader uitgelegd tijdens een bezoek aan het bedrijf.
- contactgroep 'Melk en zuivelproducten' : jaarlijkse informatievergadering voor de Belgische zuivelindustrie en aanverwante instellingen waarop het onderzoek en de dienstverlening van het DVK voorgesteld wordt.
18 december 1998, DVK – Melle.
Tijdens deze informatievergadering werd het reeds uitgevoerd en het geplande werk in het kader van het project voorgesteld.
- studienamiddag 'Intrinsieke indicatoren voor de authenticiteit van hittebehandelde consumptiemelk'
21 april 1999, DVK - Melle
Tijdens deze studienamiddag werd het reeds uitgevoerde en het geplande werk in het kader van het project voorgesteld aan de deelnemende zuivelbedrijven.
- studienamiddag 'Prenormatief onderzoek in de voedingssector'
27 mei 1999, Congrespaleis – Brussel
Tijdens deze studienamiddag werd het reeds uitgevoerde en het geplande werk in het kader van het project voorgesteld.
- Thirteenth forum for applied biotechnology (FAB)
22-23 september 1999, Het Pand – Gent

Tijdens dit congres werd het werk betreffende de modellering van warmtewisselaars voorgesteld.

- Journée d'études ‘Approches analytiques en matière d'authentification des produits agroalimentaires’
20 oktober 1999, Centre de recherches agronomiques de Gembloux –
Département qualité des productions agricoles
Tijdens deze studiedag werd het werk betreffende de authenticiteit van consumptiemelk voorgesteld.
- wetenschappelijke publicaties
 - a) ‘Modelling heat exchangers for the thermal treatment of milk’
K. Grijspeerdt, L. Mortier, J. De Block and R. Van Renterghem
Med. Fac. Landbouw – Univ. Gent, 64/5b, 1999
driemaandelijks tijdschrift ISSN 0368-9697
 - b) ‘Inactivation kinetics of alkaline phosphatase and lactoperoxidase and denaturation kinetics of β -lactoglobulin in raw milk under isothermal and dynamic temperature conditions’
Claeys W., Ludikhuyze L., Van Loey A. and Hendrickx M.
Journal of Dairy Research 2001 **68**(1), 95-107
 - c) ‘Formation kinetics of HMF, lactulose and furosine in raw milk under isothermal and non-isothermal conditions’
Claeys W., Ludikhuyze L., Van Loey A. and Hendrickx M.
Journal of Dairy Research 2001 **68**(2), 287-301
 - d) ‘Intrinsic indicators for monitoring heat damage of consumption milk’
Leen Mortier, An Braekman, Dagmar Cartuyvels, Roland Van Renterghem, Jan De Block
Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 2000 **4**(4), 221-225
 - e) ‘Intrinsieke indicatoren voor de authenticiteit van hittebehandelde consumptiemelk’
Leen Mortier
Nieuwsbrief DVK, juni 2001
 - f) ‘Kinetics of alkaline phosphatase and lactoperoxidase inactivation and of β -lactoglobulin denaturation as related to milkfat content’
Claeys W., Ludikhuyze L., Van Loey A. and Hendrickx M.
In preparation
 - g) ‘Formation kinetics of hydroxymethylfurfural, lactulose and furosine as related to milkfat content’
Claeys W., Ludikhuyze L., Van Loey A. and Hendrickx M.
In preparation
 - h) ‘Influence of seasonal variation associated with milk composition on kinetics of time-temperature integrators for thermal processed milk’

Claeys W., Ludikhuyze L., Van Loey A. and Hendrickx M.
In preparation

- posters
 - a) 'Identification and characterization of intrinsic time-temperature integrators for thermal processed milk'
Claeys W., Ludikhuyze L. & Hendrickx M.
'Nizo Dairy Conference on Food Microbes', 13-15 juni 2001, Ede, Nederland
 - b) 'Intrinsic time-temperature integrators for thermal processed milk: Re-evaluation for variability in raw material'
Claeys W., Ludikhuyze L. & Hendrickx M.
DWTC-studiedagen 'Pre-normatief onderzoek in de voedingssector', 7-8 juni 2001, Brussel