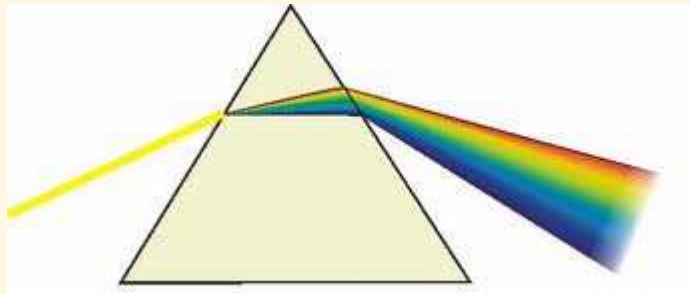


# A közeli infravörös spektroszkópia új lehetőségei az élelmiszeranalitikában



Szigedi Tamás

Fodor Marietta

Dolores Pérez-Marin

Ana Garrido-Varo

NIR klub, 2013. április 18.

# Bevezetés



Európai Uniós rendelet az élelmiszerek jelöléséről

2011. december

Kötelező tápértékjelölés



Mi egészséges ?



energiatartalom



zsír



telített zsírsavak



szénhidrát



cukrok



fehérje



rost



só



TABLE 1:  
ADULT GDAS BASED ON A DAILY INTAKE  
OF 2000 KCAL (CALORIES)

	GDAs for adults
Energy	2000 kcal (Calories)
Total Fat	Not more than 70g
Saturated Fat	Not more than 20g
Carbohydrates	270g
Total Sugars	Not more than 90g
Protein	50g
Fibre	At least 25g
Sodium (Salt)	Not more than 2.4g (6g)


## Energiatartalom meghatározása referencia módszerrel


### - számolósos módszer


Fehérje, szénhidrát,  
zsír, rosttartalomból


### - kaloriméterrel

Minta elégetése

 időigényes

 vegyszerigényes


 környezeti terhelés

 drága

## NIR módszerrel?

**Fehérje, szénhidrát, zsír, rost jellemző  
elnyelési tartományainak használata**

 gyors

 vegyszermentes

 olcsó

# Anyag és módszer



# Minták

Borsó

Bab

Lencse

Csicseriborsó

Szója

Szárított, csomagolt állapot

Granulátum formában is

**Összesen 80 minta**

# Mintaelőkészítés

## 1. Durva darálás

kávédarálóval

## 2. Szárítószekrényes szárítás

80 C, 12 óra

## 3. Finom darálás

kávédarálóval

## 4. Szitálás

meghatározott lyukméret

# Referencia módszer

Kézi prés a pasztillázáshoz



IKA Werke Basic C200

Adiabatikus kaloriméter

Kb. 0,8 g minta

2 párhuzamos mérés

# Spektrométer

## Bruker MPA

Forgó petricsészés feltét

Spektrumfelvétel  $12500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$

Diffúz reflexiós üzemmód

PbS detektor



Mintánként két felvétel, átlagspektrum

## Alkalmazott szoftverek

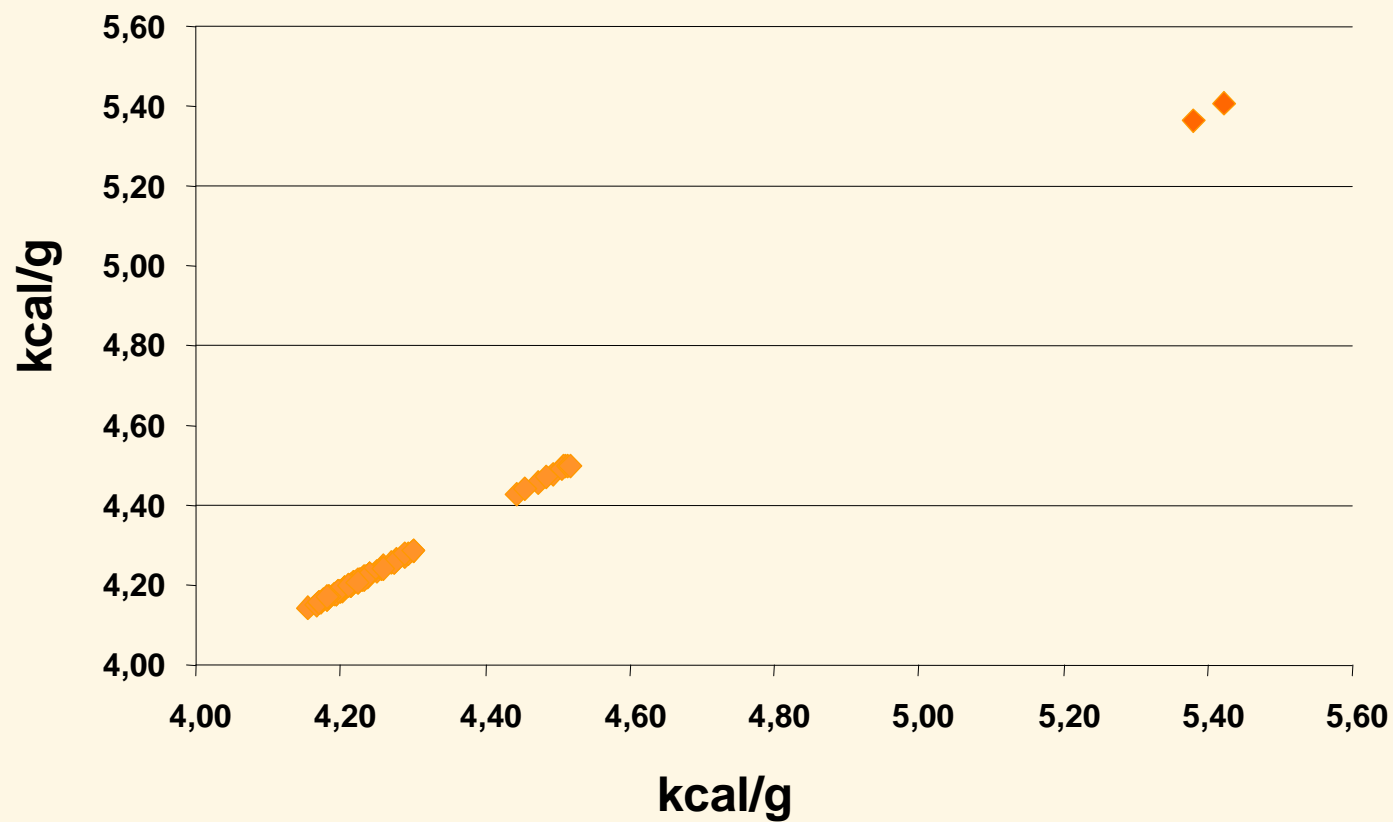
OPUS 6.5 szoftvercsomag

WinISI II. szoftvercsomag



# Eredmények

# Klasszikus mérési eredmények

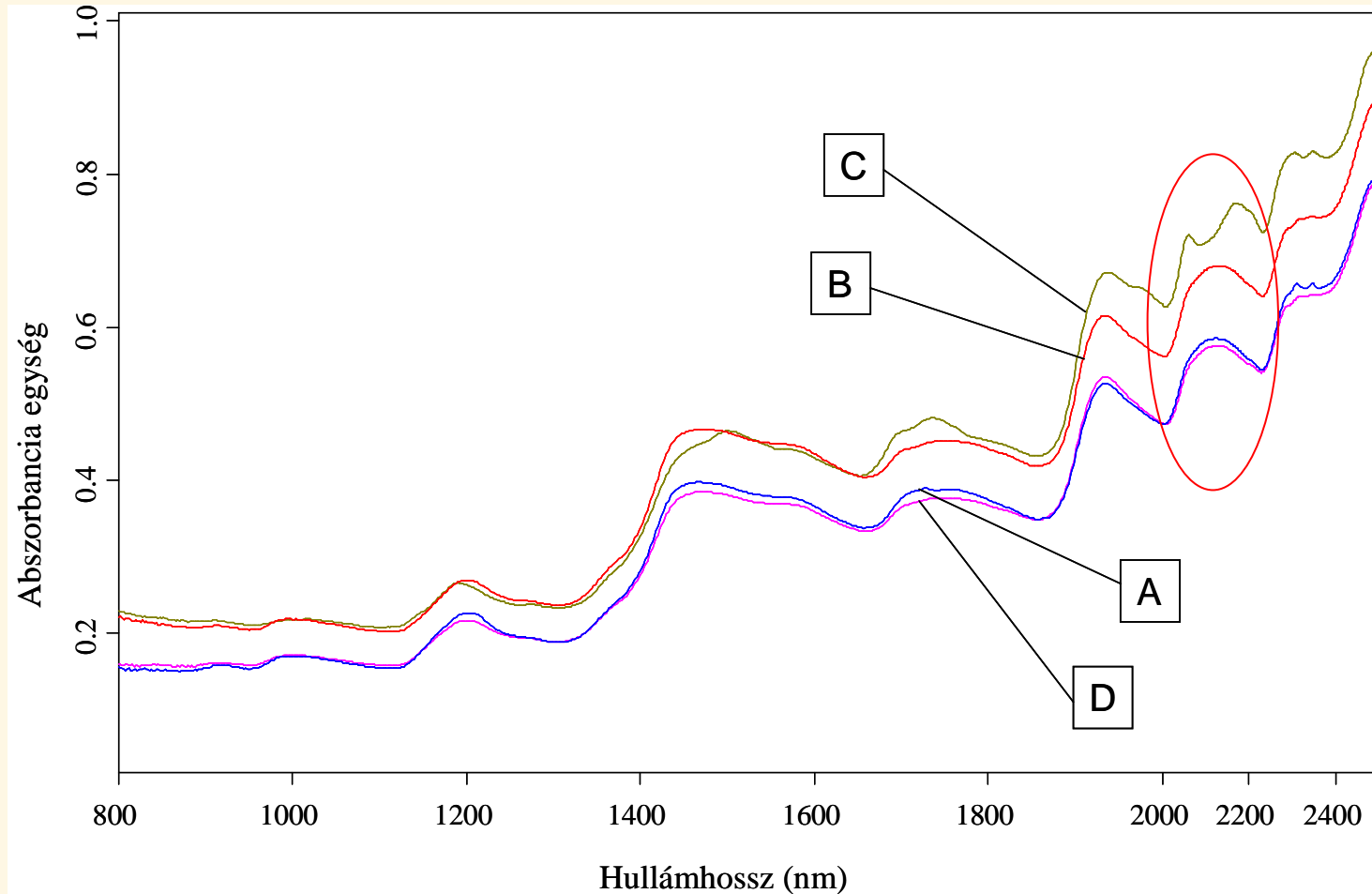


Átlag: 4,278 kcal/g

Min - max: 4,149 – 5,415 kcal/g

SD: 0,204 kcal/g

# Spektrumfelvétel



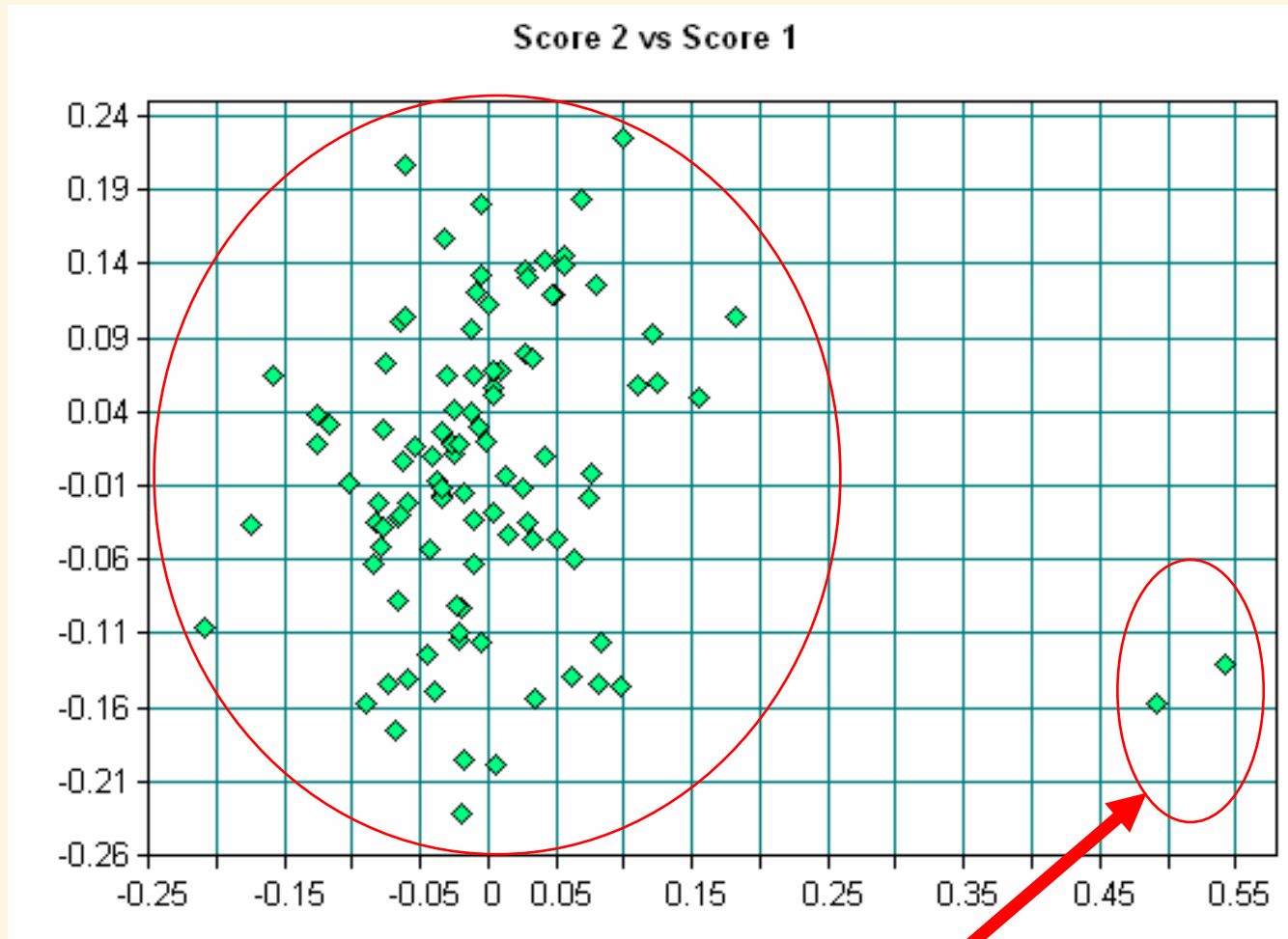
A: babminták átlagspektruma (N=40 db)

C: szójaminták átlagspektruma (N=8 db)

B: lencseminták átlagspektruma (N=12 db)

D: borsóminták átlagspektruma (N=20 db)

# PCA – OPUS 6.5-tel



**2 minta spektrális kieső**

# Populáció osztás

Két szoftverrel két módon

**OPUS 6.5 Quant 2  
modul**

**Automata alcsoport választás**

**WinISI II. Center  
algorithmus**

**Populáció sorbarendezés,  
alapja a GH**

**52 kalibráló minta**

**26 validáló minta**

# Rendelkezésre álló mintakészletek

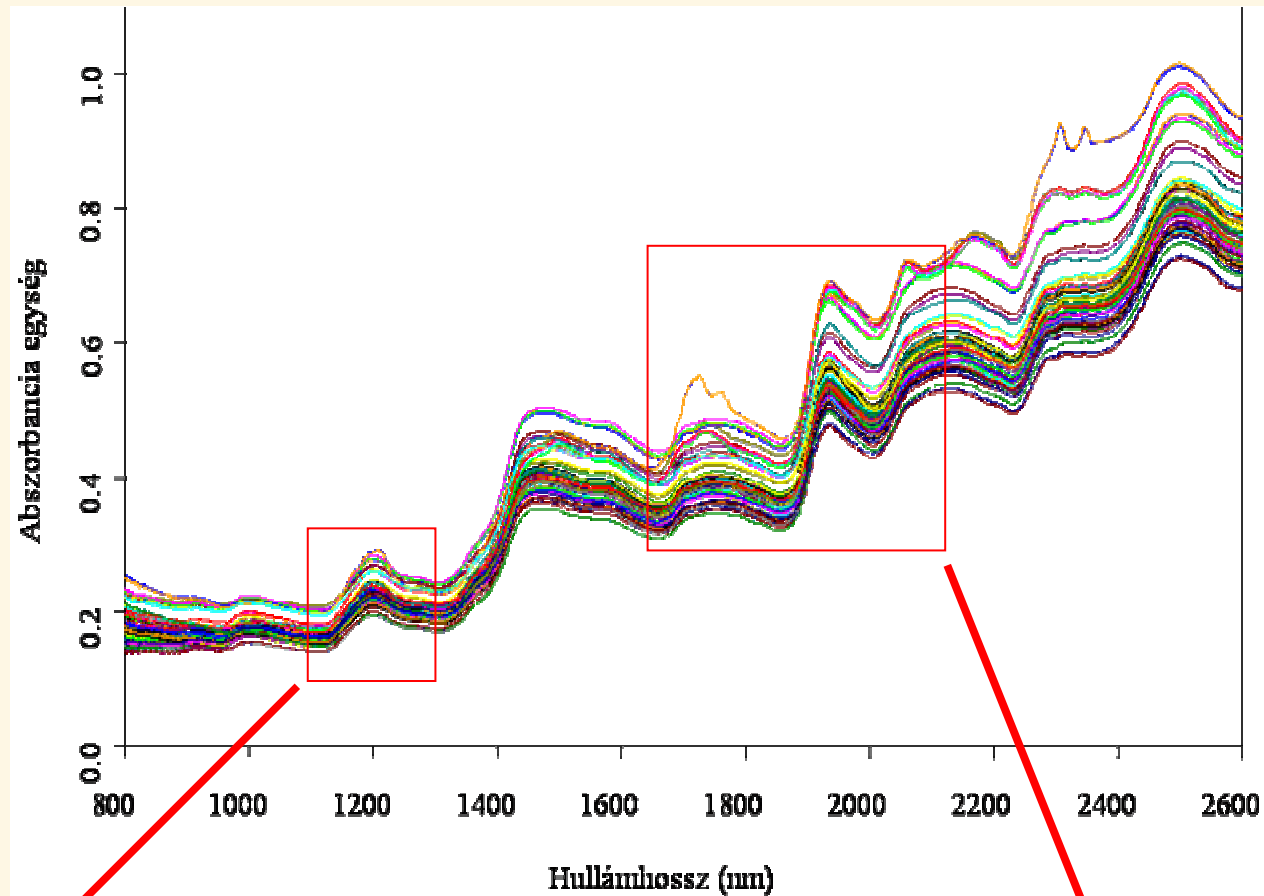
OPUS

WinISI

Teljes populáció	Cal 1	Val 1	Cal 2	Val 2
N = 78				
Átlag (kcal/g)	4,249	4,241	4,240	4,267
Tartomány (kcal/g)	4,149-4,511	4,149-4,510	4,149-4,511	4,164-4,510
Szórás	0,097	0,091	0,092	0,105

**Teljes kereszt-validáció 52 mintával**

# Spektrumvizsgálat



1110 - 1337 nm

1638 - 2175 nm

# **PLS regresszió OPUS 6.5**



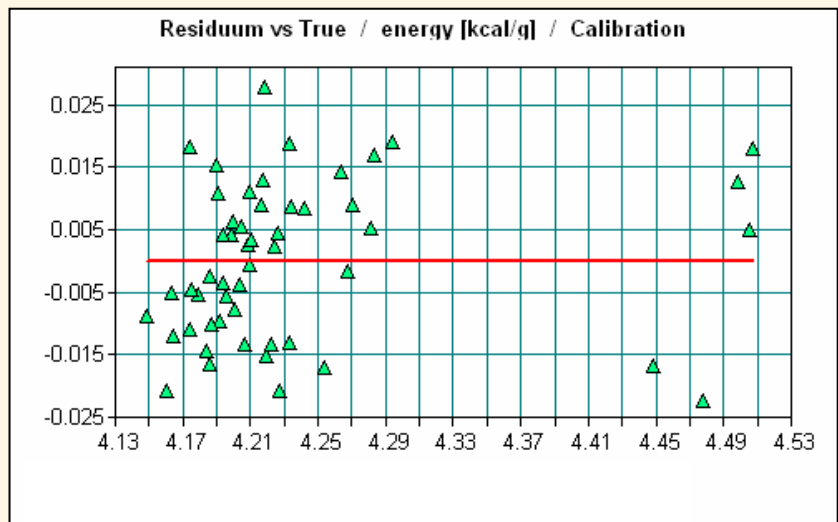
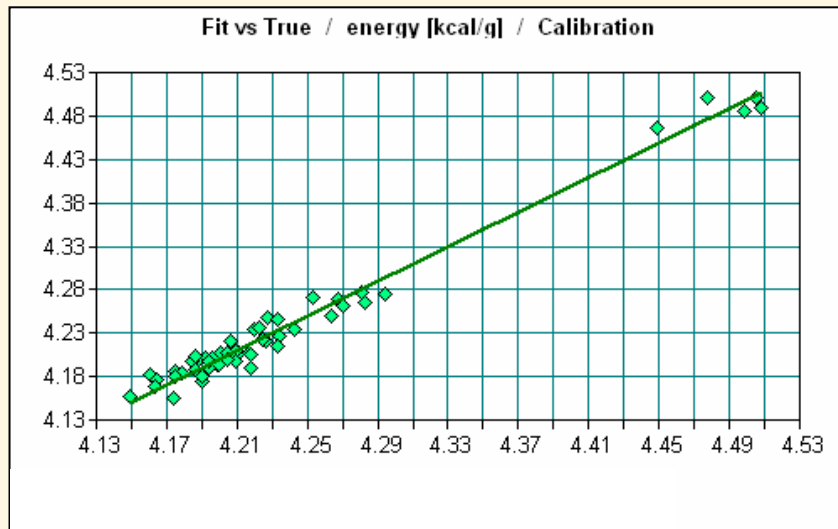
# Becslési függvények

	Kalibrációs sor Cal 1.				Kalibrációs sor Cal 2.			
	Első derivált	Második derivált	Első derivált plusz MSC	Első derivált plusz SNV	Első derivált	Második derivált	Első derivált plusz MSC	Első derivált plusz SNV
R2	98,32	95,67	97,63	98,16	96,70	98,26	95,82	96,02
RMSEC	0,0124	0,0195	0,0147	0,0128	0,0156	0,0123	0,0201	0,0184
RPD	7,7	4,8	6,5	7,4	5,5	7,6	4,9	5,0
R2CV	95,44	91,01	94,69	95,68	94,24	93,68	94,03	92,48
RMSECV	0,0187	0,0263	0,0201	0,0182	0,0192	0,0217	0,0226	0,0235
RPD	4,7	3,3	4,3	4,8	4,2	4,0	4,1	3,7
PLS faktorok száma	7	5	7	6	5	6	5	6

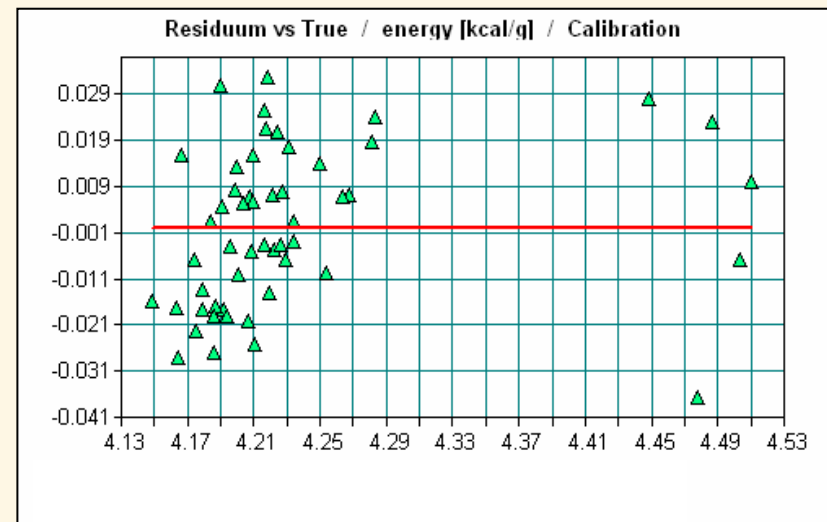
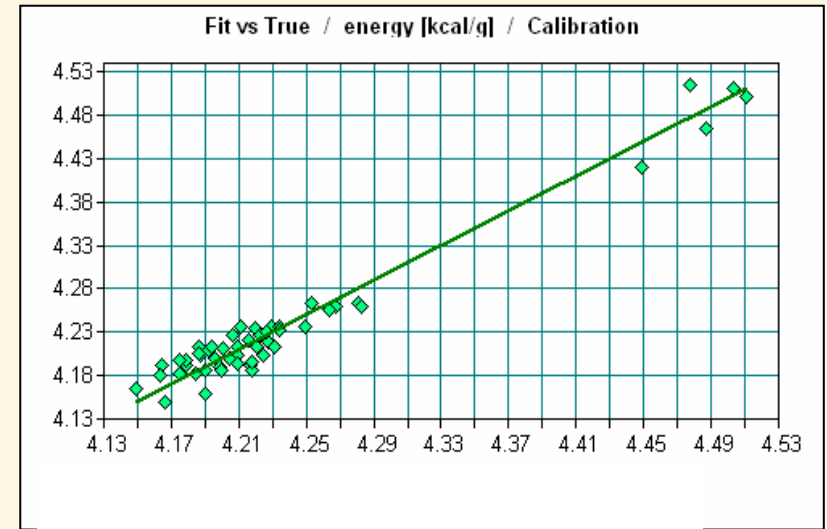
↓
↓

validálás
validálás

## Kalibrációs sor Cal 1. Első derivált



## Kalibrációs sor Cal 2. Első derivált



# Validálás

	Validációs sor Val 1.	Validációs sor Val 2.
	Első derivált	Első derivált
r <sup>2</sup>	96,6	93,72
SEP	0,0253	0,0264
RMSEP	0,0248	0,0259
RPD	4,2	4,0

**Nincs különbség a két módszer között!**

**Mintapopuláció kiegészítése további mintákkal!**

# Összefoglalás



**Sikeres file-konverzió OPUS és WinISI között.**



**Becslési függvény felállítása hüvelyes minták energiataralmának meghatározására.**



**Becslési függvények validálása.**

**További minták bevonása a kalibrációba!**

**Köszönöm a figyelmet!**