

DETERMINATION OF SUNFLOWER MEAL HUMIDITY BY NIR-SPECTROSCOPY METHOD

S. Litvynchuk, I. Hutsalo, V. Nosenko, T. Nosenko
National University of Food Technologies

Key words:

*Near-infrared spectroscopy
Reflection spectra
Optical density sunflower meal
Humidity*

ABSTRACT

The data of the analysis of near-infrared reflectance spectra of sunflower meal with different humidity that varied in the range from 5 to 19 % are investigated in this article. It is shown that wave lengths at 1.46 and 1.93 μm were characteristic and absorbance at these wave lengths corresponds to moisture content in sunflower meal. On the basis of reflectance coefficient calibration dependences were obtained and corresponding equations are given. Higher accuracy of calibration dependences was obtained when optical density was used for calibration. Dependences of optical density from sunflower meal humidity are also presented in this article. The value of valid approximation is shown for every calibration plot. This method ensures the possibility to determine the moisture content in sunflower meal rapidly and without drying.

Article history:

Received 19.03.2014
Received in revised form
28.03.2014
Accepted 08.04.2014

Corresponding author:

S. Litvynchuk
Email:
Litvynchuk@nuft.edu.ua

ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛОГОСТІ В СОНЯШНИКОВОМУ ШРОТІ МЕТОДОМ БІЧ-СПЕКТРОСКОПІЇ

С.І. Літвинчук, І.В. Гуцало, В.Є. Носенко, Т.Т. Носенко
Національний університет харчових технологій

У статті наведено результати досліджень інфрачервоних спектрів відбивання соняшникового шроту з різною вологістю (від 5 до 19 %). Експериментально встановлено характеристичні довжини хвиль, що відповідають за вміст води в соняшниковому шроті (1,46 та 1,93 мкм). За отриманими коефіцієнтами відбивання побудовано калібрувальні криві та наведено рівняння, що описують їх. Математичний перерахунок коефіцієнтів відбивання на оптичну густину забезпечував більш високу точність при калібруванні. Залежність оптичної густини від вологості також було представлено графічно із зазначенням відповідних рівнянь. Для кожного калібрувального графіка встановлено величину достовірності апроксимації. Даний метод надає можливість швидко та без додаткового висушування визначати вміст води в соняшниковому шроті.

Ключові слова: *ближня інфрачервона спектроскопія, спектри відбивання, оптична густина, соняшниковий шрот, вологість.*

Соняшниковий шрот — цінний, багатий на білок кормовий продукт [1, 2]. Україна є одним з найбільших у світі виробників соняшникового шроту [3], а

тому розроблення методів експрес-аналізу його якості важливе й актуальне завдання. Одним із показників якості шроту є вміст вологи [4], тому що зберігання шроту з підвищеною вологістю негативно впливає на його якість. Крім того, вміст вологи враховується при ціноутворенні. Саме тому нами запропоновано визначати вологість у соняшниковому шроті сучасним фізичним методом ближньої інфрачервоної (БІЧ)-спектроскопії. Вимірювання проводилось на інфрачервоному аналізаторі «Інфрапід-61» в ближній області спектра (в інтервалі довжин хвиль 1,33—2,37 мкм).

Вказаний метод є досить оперативним і перспективним для аналізу вмісту вологи в харчових продуктах та сировині [5, 6]. Дифузна відбиваюча спектроскопія дозволяє здійснювати аналіз лише за одне вимірювання спектра протягом 2 хвилин. Цей метод включає в себе вимірювання спектра еталону (зразка порівняння), який є у приладі, потім спектра досліджуваного зразка й обробку отриманих даних за допомогою комп'ютера, який може бути як вмонтованим у прилад, так і зовнішнім.

Запропонований аналіз виключає складну пробопідготовку та дозволяє проводити вимірювання в широкому діапазоні досліджуваних параметрів. Надійність пристрою досить висока, час підготовки приладу до роботи не перевищує 10 хвилин. Принцип вимірювання має порівняльний характер, тому необхідно провести калібрування за допомогою стандартних методів. Після вимірювання калібрувальної серії зразків (з 30—50 проб) та визначення відсоткового вмісту даного компонента в кожній пробі, розраховується лінійна регресія. Прилад автоматично видає калібрувальні коефіцієнти, а також статистичні параметри, що характеризують процес калібрування. Одним налаштуванням прилад забезпечує надійні результати тривалий час (періодичність калібрування становить не більше одного разу на 6 місяців). Точність методу досить висока. Саме тому останнім часом цей метод використовується як альтернатива класичним методам аналізу.

Підготовка проби соняшникового шроту (аналогічного до розробленого раніше авторами експрес-методу аналізу хмелю [7, 8]) полягала в тому, що ослідний зразок розмелювали на дробарці та просіювали крізь металеве пробивне сито з діаметром отворів 1 мм (для забезпечення однорідності помелу). Отриману пробу завантажували в кюветне відділення, після чого спектр відбивання шроту реєструвався в автоматичному режимі через кожні 0,01 мкм в інтервалі довжин хвиль 1,33—2,37 мкм.

З метою визначення вмісту вологи проводилося порівняння зареєстрованих спектрів відбивання (перерахованих на оптичну густину) зі спектром поглинання води. З літературних даних [9] відомо, що інфрачервоний спектр води має ряд характеристичних смуг поглинання, за інтенсивністю яких можна оцінювати вологовміст зразка. Основна смуга поглинання для води, що відповідає основним коливанням молекули, припадає на ділянку спектра 6 мкм. У досліджуваній області спектра в поглинанні беруть участь комбінаційні коливання групи -ОН (при довжині хвилі $\lambda = 1,93$ мкм) та валентні коливання, зокрема, перший обертон (при довжині хвилі $\lambda = 1,45$ мкм). Саме ці коливальні переходи дають змогу аналізувати вміст вологи в досліджуваних зразках.

Наступний етап роботи передбачав кількісне визначення вологи в соняшниковому шроті. Через відсутність стандартних зразків шроту з різними значеннями вологи проводилася підготовка «штучних зразків», виходячи з таких міркувань: якщо вихідний зразок має високу вологість, набір калібрувальних зразків готують шляхом сушіння; якщо вихідний зразок сухий, то, відповідно, зразки потрібно зволожувати [10]. На практиці з метою зволоження сировини користуються способом механічного введення вологи. Це можна здійснювати за допомогою пульверизаторів, тому для підготовки зразків нами було використано даний спосіб зволоження.

Для отримання потрібної вологості зразка необхідно визначити кількість води, що додається. З цією метою при додаванні води використовують формулу (якщо відома початкова вологість зразка):

$$B = B_0 \left(\frac{100 - W_0}{100 - W} - 1 \right),$$

де B — маса води, що додається; B_0 — вихідна маса зразка; W_0 — вихідна вологість, %; W — потрібна (кінцева) вологість, %.

Для отримання зразків з меншою вологістю, ніж стандартна, здійснювали сушіння вихідного зразка з реєстрацією спектра через кожні 5 хвилин висушування. Отримані зразки шроту мали вологість від 5, 9, 13, 17 та 19 % відповідно. Зразки зберігались у герметичних ємностях для підтримання сталої вологості. Вологість підготованих зразків контролювалась методом висушування до сталої маси [11].

Отримані зразки шроту з різним вмістом вологи послідовно завантажували в кюветне відділення та вимірювали інтенсивність спектра дифузного відбивання відповідних зразків.

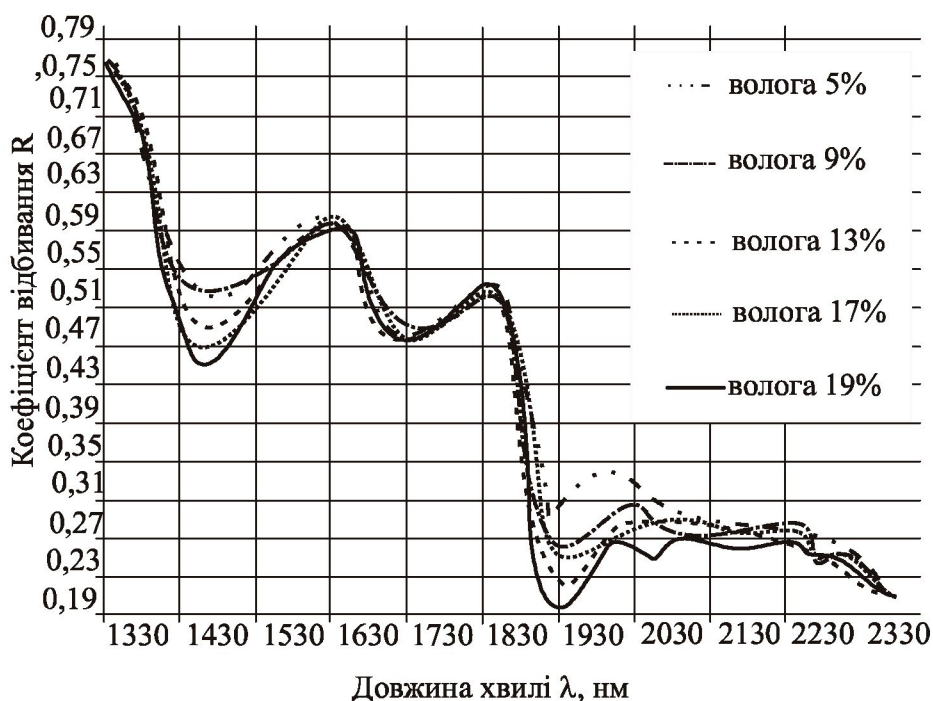


Рис. 1. Інфрачервоні спектри відбивання соняшникового шроту залежно від вмісту вологи

На рис. 1 представлені спектри відбивання, які відповідають різним значенням вологості соняшникового шроту. Наведені дані свідчать, що спектри відбивання мають характеристичні мінімуми інтенсивності відбивання на довжинах хвиль в інтервалі $\lambda = 1,46\text{—}1,49$ мкм і на довжині хвилі 1,93 мкм. Аналіз спектрів відбивання зразків шроту з різною вологістю показав, що коефіцієнт відбивання на даних довжинах хвиль зростає із зменшенням вологості. Причому в першій області довжин хвиль із збільшенням вологи мінімум відбивання дещо зміщується в короткохвильову область. Слід відмітити, що саме довжина хвилі $\lambda = 1,93$ мкм використовується для визначення вмісту вологи і в інших харчових продуктах (сухе молоко, зерно, борошно тощо).

Після вибору характеристичних довжин хвиль для аналізу вологості шроту наступним етапом є побудова калібрувальних кривих з визначенням рівнянь і довірчої ймовірності на основі регресійного аналізу (рис. 2).

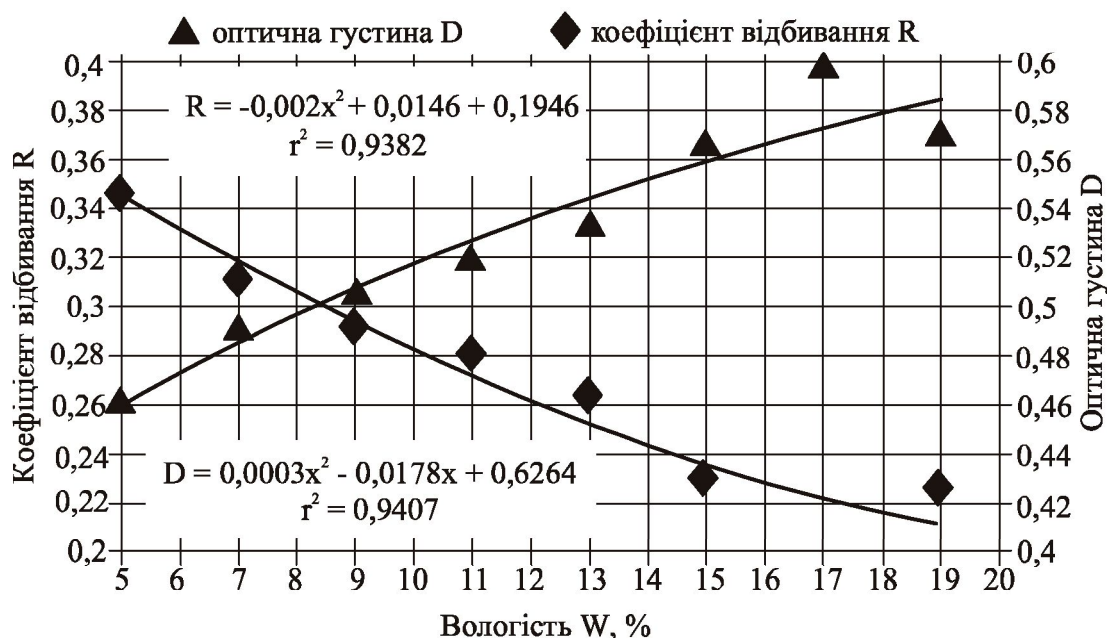


Рис. 2. Залежність коефіцієнта відбивання і оптичної густини від вмісту вологи соняшникового шроту при $\lambda=1,46$ мкм

Перша калібрувальна крива показує залежність коефіцієнта відбивання R від вмісту вологи на довжині хвилі 1,46 мкм. Вона описується поліноміальною залежністю з величиною достовірності апроксимації $r^2=0,9382$, тобто довірчою ймовірністю 94 %.

Замість коефіцієнта відбивання як характеристику також можна використовувати оптичну густина D, яка вимірюється безпосередньо на ІЧ-аналізаторі або розраховується як $\lg(1/R)$, тому друга калібрувальна крива побудована за залежністю оптичної густини від масової частки вологи. Вона має вже степеневу залежність із довірчою ймовірністю також 94 %.

Аналогічним чином отримано калібрувальні криві, представлені на рис. 3, але для іншої характеристичної довжини хвилі — 1,93 мкм. Побудовані криві описуються логарифмічним і поліноміальним рівнянням з довірчою ймовірністю 97 та 96 % відповідно.

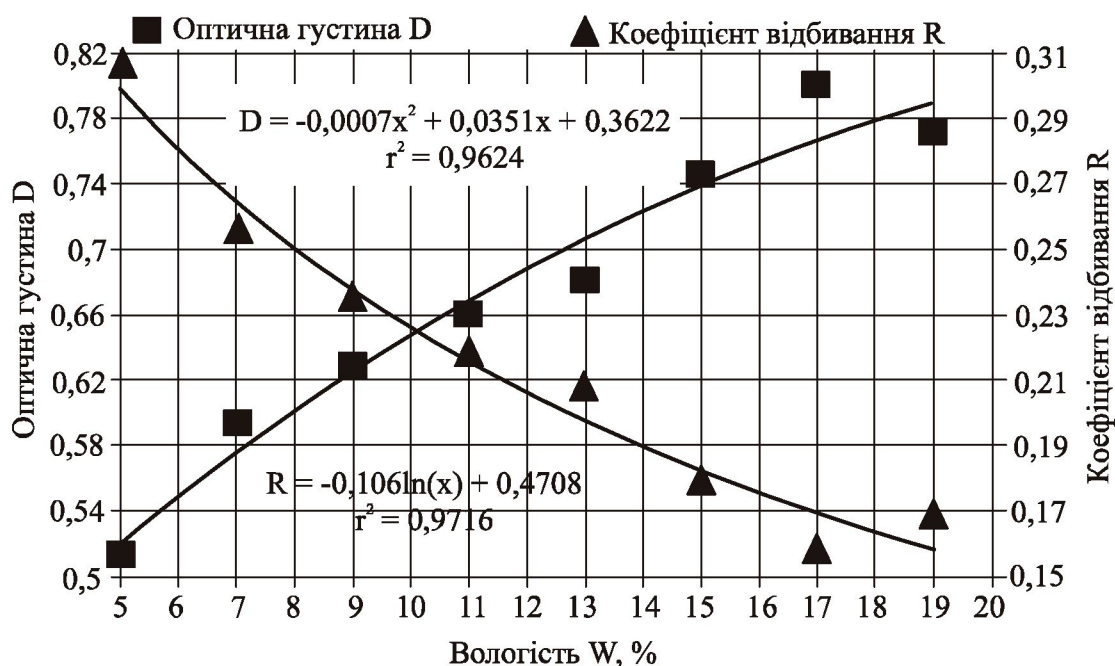


Рис. 3. Залежність коефіцієнта відбивання і оптичної густини від вмісту вологи соняшникового шроту при $\lambda=1,93$ мкм

Висновки

Запропонований метод інфрачервоної спектроскопії в ближній області спектра для аналізу шроту є перспективним і дозволяє проводити визначення його вологості лише за кілька хвилин замість класичного тривалого висушування до сталої маси. При цьому вказаний метод не призводить до фізико-хімічних змін показників зразка, що спостерігається при традиційному вимірюванні вологи. Експериментально визначено характеристичні смуги відбивання, які відповідають за вологість у шроті. Вони знаходяться у межах 1460 і 1930 нм при вимірюванні коефіцієнта відбивання й оптичної густини. За виміряними значеннями оптичних показників на вказаних довжинах хвиль можна швидко й точно визначити вміст вологи у будь-якому зразку шроту.

Література

1. *Рослинництво*: Підручник / О.І. Зінченко, В.Н. Салатенко, М.А. Білоножко — К.: Аграрна освіта, 2001. — 591 с.
2. *Маковецький В.Т.* Економічна ефективність виробництва свинини на комбікормах із різними білковими добавками: автореф. Дис. ... канд. екон. наук: 08.07.02 / Харк. нац. аграр. ун-т ім. В.В.Докучаєва. — Х., 2004. — 20 с.
3. *Павлусенко М.* Аналітичний огляд ринку олійних культур у жовтні 2012 року // Моніторинг біржового ринку. — 2012. — № 6. — С. 12—15.
4. *Пешук Л. В., Носенко Т. Т.* Біохімія та технологія олієжирової сировини: Навч. посіб. — К.: ЦУЛ, 2011. — 296 с.
5. *ИК-анализаторы* — перспективные приборы для анализа качества сырья и готовой продукции пищевой промышленности/ К.Г. Панкратова, В.И. Щелочков, Л.О. Плеханова // Пищ. пром-сть (Москва). — 1999. — № 10. — С. 30—31.
6. *Посудін Ю.І.* Методи неруйнівної оцінки якості та безпеки сільськогосподарських і харчових продуктів: Навч. посібник. — К.: Арістей, 2005. — 408 с.

7. *Воронцова (Литвинчук) С.І.* Удосконалення технології пива з використанням фізико-хімічних методів: автореф. дис. ... кандидата техн. наук: 05.18.07 / Національний університет харчових технологій. — К., 2004. — 20 с.

8. *Пат. 62607 А України, МПК⁷ С12С3/00, G01J3/00.* Експрес-метод визначення вологості хмелю / Воронцова С.І., Носенко В.Є., Носенко Т.Т., Мельтьєв А.Є., Троценко П.О. — № 2003043386; Заявл. 15.04.2003; Опубл. 15.12.2003, Бюл. № 12.

9. *Инфракрасные спектры пищевых продуктов* / А.А. Авраменко, М.П. Есельсон, А.А. Заика. — М.: Пищ. пром-сть, 1974. — 176 с.

10. *ДСТУ ISO 771:2006.* Макуха та шроті олійного насіння. Визначення вмісту вологи та летких речовин.

11. *Берлинер М.А.* Измерения влажности. — М.: Энергия, 1973.— 400 с.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ В ПОДСОЛНЕЧНОМ ШРОТЕ МЕТОДОМ БИЧ-СПЕКТРОСКОПИИ

С.И. Литвинчук, И.В. Гуцало, В.Е. Носенко, Т.Т. Носенко
Национальный университет пищевых технологий

В статье приведены результаты исследований инфракрасных спектров отражения подсолнечного шрота с разной влажностью (от 5 до 19 %). Экспериментально установлено характеристические длины волн, которые отвечают за содержание влажности в подсолнечном шроте (1,46 и 1,93 мкм). По полученным коэффициентам отражения построены калибровочные кривые и приведены уравнения, которые описывают их. Математический пересчет коэффициентов отражения на оптическую плотность обеспечивал более высокую точность при калибровке. Зависимость оптической плотности от влажности также была представлена графически с указанием соответствующих уравнений. Для каждого калибровочного графика установлена величина достоверности аппроксимации. Данный метод даёт возможность быстро и без дополнительного высушивания определять содержание влаги в подсолнечном шроте.

Ключевые слова: ближняя инфракрасная спектроскопия, спектры отражения, оптическая плотность, подсолнечный шрот, влажность.