

Ing. Olga Kukačková:

Školitel:

Studijní program:

Studijní obor:

Datum obhajoby:

Aplikační možnosti NIR spektroskopie při kontrole mléka a mlékárenských výrobků

Ing. Ladislav Čurda, CSc.

Chemie a technologie potravin

Technologie potravin

11.10.2001

SOUHRN

Předkládaná práce se zabývá využitím blízké infračervené (NIR) spektroskopie v mlékárenské analýze a rychlé kontrole mlékárenských výrobků. Na toto téma byla vypracována rešerše, která shrnuje obecné poznatky o NIR spektroskopii a konkrétní aplikace v potravinářství a mlékárenství. Byly provedeny kalibrace dvou typů NIR spektrometrů pro stanovení složek (včetně minoritních) mléka a různých mlékárenských výrobků. Referenční hodnoty pro tyto kalibrace byly získány laboratorními metodami běžně používanými pro analýzu těchto výrobků.

Prvním typem přístroje byl disperzní NIR spektrometr NIRSystems 6500. Byly vytvořeny kalibrační modely pro stanovení obsahu majoritních i minoritních složek a fyzikálně-chemických vlastností syrového mléka, kalibrační modely sledování štěpení močoviny enzymem ureasou v plnotučném pasterovaném mléce, sledování průběhu hydrolýzy koncentráту syrovátkových bílkovin a dále kalibrační modely stanovení obsahu jednotlivých složek a fyzikálně-chemických vlastností sušeného mléka a kojenecké a dětské výživy, sýrů a tavených sýrů. VIS-NIR spektra byla měřena v rozsahu vlnových délek 400 - 2500 nm. Kalibrace byly zpracovány metodou částečných nejmenších čtverců (PLS). Spolehlivost kalibračních modelů byla ověřena křížovou validací, u sýrů také nezávislou validací.

Druhým typem přístroje byly NIR spektrometry s Fourierovou transformací – Nicolet Protégé 460, Nicolet Avatar 360N a FT NIR System 2000. Přístroje byly kalibrovány pro stanovení složení a fyzikálně-chemických vlastností syrového mléka, celkového složení a fyzikálně-chemických vlastností sušeného mléka a kojenecké a dětské výživy, sýrů a tavených sýrů a dále byl sledován vliv teploty vzorku při snímání spektra UHT mléka. NIR spektra vzorků byla měřena v rozsahu 900 - 2500 nm. Kalibrační modely vytvořené pomocí metody PLS byly ověřeny křížovou validací.

Zhodnocení výsledků bylo provedeno na základě korelace mezi referenčními a hodnotami vypočtenými z kalibračních rovnic a na základě směrodatných odchylek kalibrace a validace (*SEC*, *SEP*). Správnost a přesnost provedené kalibrace byla ověřována kalibračním a predikčním variačním koeficientem (*CCV*, *PCV*), *z*-testem a testováním koeficientů regresní přímky. Pro většinu sledovaných parametrů byla dosažena dobrá korelace mezi referenčními a vypočtenými hodnotami z kalibračních rovnic. Směrodatné odchylky kalibrace a validace mají nízké hodnoty pro majoritní složky a dokazují tak dobrou spolehlivost kalibračních modelů. Pro méně zastoupené složky a fyzikálně-chemické vlastnosti mléka a mlékárenských výrobků dosáhly tyto odchylky vyšších hodnot a menší spolehlivosti modelu.

Klíčová slova: NIR, FT NIR, blízká infračervená oblast, analýza, mléko, mlékárenské výrobky, sušené mléko, kojenecká a dětská výživa, sýry, tavené sýry, močovina, pH, zvodnění mléka, ureasa, proteasa.

Ing. Olga Kukačková: **Application of NIR Spectroscopy in Analysis of Milk and Dairy Products**
Supervisor: **Ing. Ladislav Čurda, CSc.**
Study programme: **Food chemistry and technology**
Study subprogramme: **Food technology**
Date of defence: **11.10.2001**

SUMMARY

The aim of this work was to study possibility of using near infrared (NIR) spectroscopy in dairy analysis and dairy technology process control. A literature review which summarized basis of NIR spectroscopy and its application in food and dairy analysis was worked out. Two types of NIR spectrometers were proved to determine the composition (including minor components) of milk and different kinds of dairy products. The concentrations of determined components analyzed by common laboratory methods were considered as references relative to NIR spectroscopy.

The NIRSystems 6500 monochromator was used for development of calibration models for determination of content of main and minor components and physical-chemical properties of raw milk, for calibration models of urea decomposition by enzyme urease in whole milk, for monitoring of whey protein concentrate hydrolysis by proteolytic enzymes and for calibration models of determining individual components and physical-chemical properties of dried milk and baby food, cheeses and processed cheeses. The VIS-NIR spectra were measured in the wavelength range of 400 – 2500 nm. Partial least squares (PLS) regression was used to create calibration models. The calibration models were verified by cross-validation above it, for cheeses validation set of samples was used.

The other NIR instruments were Nicolet Protège 460, Nicolet Avatar 360N and FT NIR Systems 2000 – near infrared Fourier transform spectrometers. Instruments were used for developing of calibration models for determination composition and physical-chemical properties of raw milk dried milk and baby food, cheeses and processed cheeses and for study of temperature influence on NIR spectrum of UHT milk sample. The NIR spectra were measured in the wavelength range of 900 - 2500 nm. Partial least squares (PLS) regression was used to create calibration models relating chemical reference values to the spectral data. The calibration models were verified by cross-validation.

The capability of the calibration models to predict component concentrations based on spectral data was expressed as standard error of calibration (*SEC*), standard error of prediction (*SEP*) and correlation coefficient between estimates and chemical reference values. The accuracy and precision of the calibration was verified by calibration coefficient of variation (*CCV*), prediction coefficient of variation (*PCV*), *z*-test and by testing of coefficients of regression line. Good correlation results were achieved for most parameters. The standard error of calibration and prediction were sufficiently low for main components. Those for minor components and physical-chemical properties of milk and dairy products were higher and they proved smaller reliability of models.

Keywords: NIR, FT NIR, near infrared spectroscopy, analysis, milk, dairy products, water addition, dried milk, baby food, cheeses, processed cheeses, urea, pH, urease, protease.