

Ömlesztett sajtok elemzése NIR és NIT módszerrel.

*Örsi Ferenc, Ali Hassan El-Sonbaty, Salgó András,
Varga János és Delyné Szabó Györgyi*

Budapesti Műszaki Egyetem, Biokémiai és Élelmiszertechnológiai
Tanszék

Érkezett: 1994. március 18.

Az ömlesztett sajtok növekvő mennyiségben fogyasztott kedvelt tejipari termékek, és fogyasztásuk növekvő tendenciát mutat. Az ömlesztett sajtok értékes fehérje-források táplálkozásunkban. A vizsgálatainkba bevont, a Budapesti Tejipari Vállalat Budafoki Sajtüzemében készült termékek fontosabb összetételi jellemzőit az 1. táblázatban foglaltuk össze.

1.táblázat: Budapesti Tejipari Vállalat Budafoki Sajtüzemében készült termékek fontosabb összetételi jellemzői

| Ömlesztett sajt | Nedvesség % | Zsír % | Nem zsír szá- razanyag % |
|-----------------|----------------|-----------|-----------------------------|
| Frankfurti | 56 | 23 | 21 |
| Olimpiade | 57 | 23 | 20 |
| Camping | 57 | 27 | 16 |
| Kolbászos | 54 | 22 | 24 |
| Budapest | 56 | 25 | 19 |
| Gombás | 56 | 22 | 22 |
| Mackó Δ | 53 | 26 | 21 |
| Mackó \square | 53 | 27 | 20 |
| Sonkás | 56 | 23 | 21 |
| Csárdás | 56 | 25 | 21 |

Az ömlesztett sajtok gyártásközi ellenőrzésének fontos részét képezi a különböző nyersanyagok és a belőlük készített aprított keverék nedvesség- és zsírtartalmának meghatározása. A jelenleg használatos gyorsmódszerek még mindig igen idő és munkaigényesek, ezért gondoltunk a roncsolásmentes fizikai módszerek alkalmazására, amelyekkel rövidebb idő alatt pontosabb eredmények kaphatók.

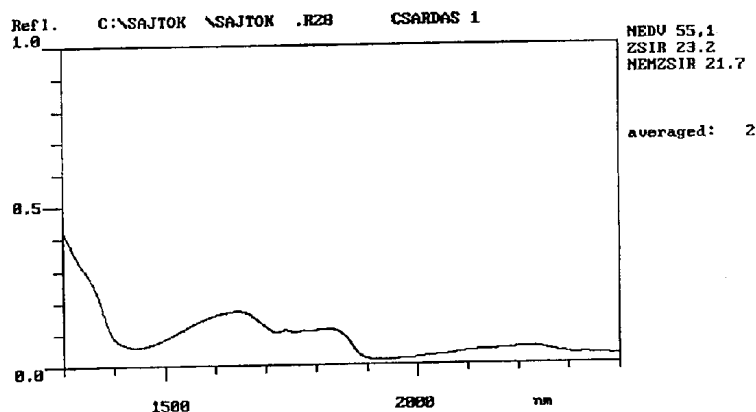
Ezek a vizsgálatok részét képezik a BME és Menoufia Egyetem közötti együttműködés keretében egyiptomi és magyar ömlesztett sajtok

tárolás alatti viselkedésének tanulmányozására végzett vizsgálatoknak. Jelen közleményben azonos mintákra végzett NIR és NIT vizsgálatok tapasztalatairól számolunk be.

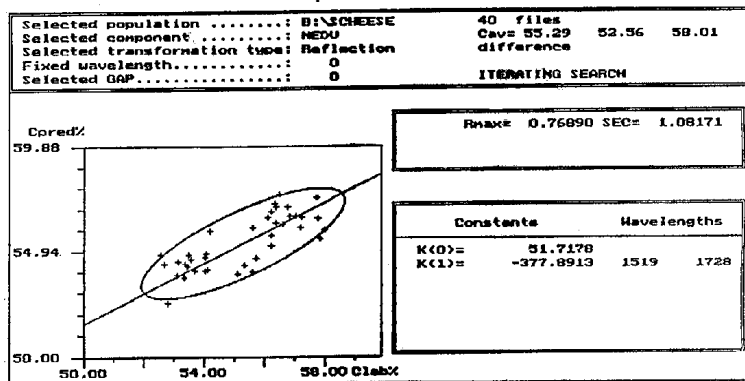
A sajtok nedvességtartalmát 102 °C-on a homokkal elkevert minta súlyvesztéséből számítottuk. A zsírtartalmat Röse-Gottlieb eljárással határoztuk meg. A nem zsír szárazanyag mennyiségét számítással határoztuk meg.

Az ömlesztett sajtok NIR és NIT vizsgálatához 49 különböző, a kereskedelemből, a gyártótól, valamint a tárolási kísérletből származó késztermék, ill. gyártásközi féltermék mintát használtunk fel. A minták nedvességtartalma 50-58%, a zsírtartalma 22-28% között változott. A nedvesség meghatározások szórása 0,29 volt a zsíré 0,11%.

A NIR spektrumok felvételét INFRAPID 61 típusú LABOR MIM gyártmányú NIR analizátorral végeztük. A sajtmintát légbuborékmentesen a mintatartóba kentük és a spektrum felvételét többször megismételtük, majd az átlagolt spektrumot használtuk. Az 1. ábrán Csárdás sajt minta spektrumát mutatjuk be.



1. ábra: Ömlesztett sajt minta NIR spektruma



2. ábra: Ömlesztett sajtok nedvességtartamának meghatározása NIR módszerrel

A spektrumadatok és az összetéti jellemzők összefüggését hazai fejlesztésű keresőprogrammal különböző matematikai spektrum-transzformációk mellett végeztük a jellemző hullámhosszak és az összetétel számításához szükséges együtt-hatók meghatározására.

A 2. ábrán a nedvesség meghatározására végzett számítások eredményét mutatjuk be Rdiff transzformáció mellett. A nedvességtartalmat a két kiválasztott hullámhosszon mért reflexzió különbségéből határozzuk meg a kiszámított együtt-hatók felhasználásával.

A 2. táblázatban az ömlesztett sajtok NIR módszerrel végzett elemzésének pontosságára és reprodukálhatóságára vonatkozó jellemzőket mutatjuk be.

2. táblázat: A NIR módszerrel végzett meghatározások jellemzői (n=40)

| Komponens | Rmax | SEC |
|----------------------|--------|-------|
| Nedvesség | 0,8286 | 0,925 |
| Zsír | 0,9478 | 0,897 |
| Nem zsír szárazanyag | 0,9321 | 1,078 |

Az Rmax a korrelációs koefficiens a mért és becsült összetételi jellemző között, SEC a mért és becsült jellemző eltéréséből számított szórás.

A NIR spektrumok felvételét Tecator gyártmányú INFRATEC 1255 FOOD&FEED ANALYSER berendezéssel végeztük.

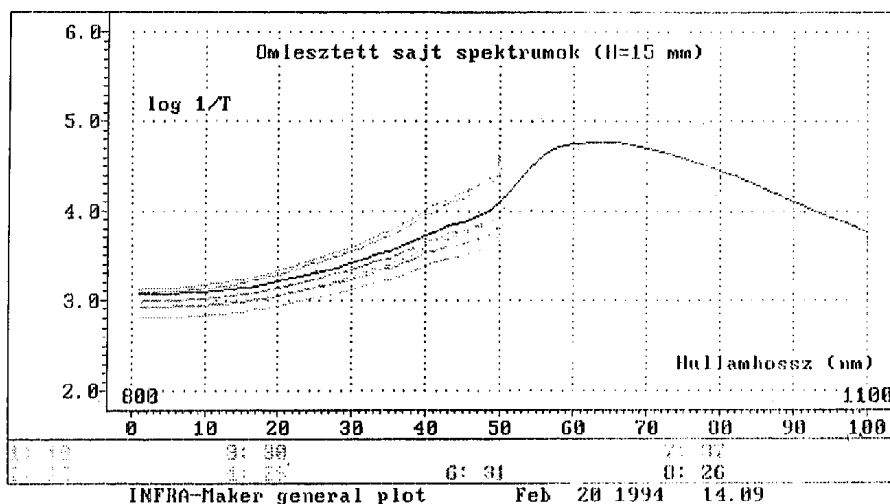
Az ömlesztett sajtok transzmissziós közeli infravörös módszerekkel történő minősítésének első kritikus kérdése a mintavétel és a mintakezelés.

A szobahőmérsékleten végzett mintavételi módszerek közül legalkalmasabb a mintakivágás vagy dugófúróval történő mintakiszúrás (magasabb hőmérsékleten ez a technika nem alkalmazható). Mivel a transzmissziós mérés során a vizsgálati rétegvastagság is optimalizálendő ez a mintavételi módszer lehetőséget nyújt a változó mintaméret előállítására.

Vizsgálataink szerint ömlesztett sajtok esetén 15 mm vagy ennél kisebb rétegvastagságú minta alkalmazható ($\log 1/T=2-5$) biztonságosan. Az alkalmazott módszerrel az ömlesztett sajtminák esetén jellemző "felületi fényesedés" okozta optikai zavarás kiküszöbölhető. A 3. ábrán

egy ömlesztett sajt-minta NIR spektrumát mutatjuk be.

A zsírtartalomra D1Rdiff, a nem zsír szárazanyag tartalomra az ODlin transzformációt találtuk megfelelőnek.



3. ábra: Ömlesztett sajt NIR spektruma

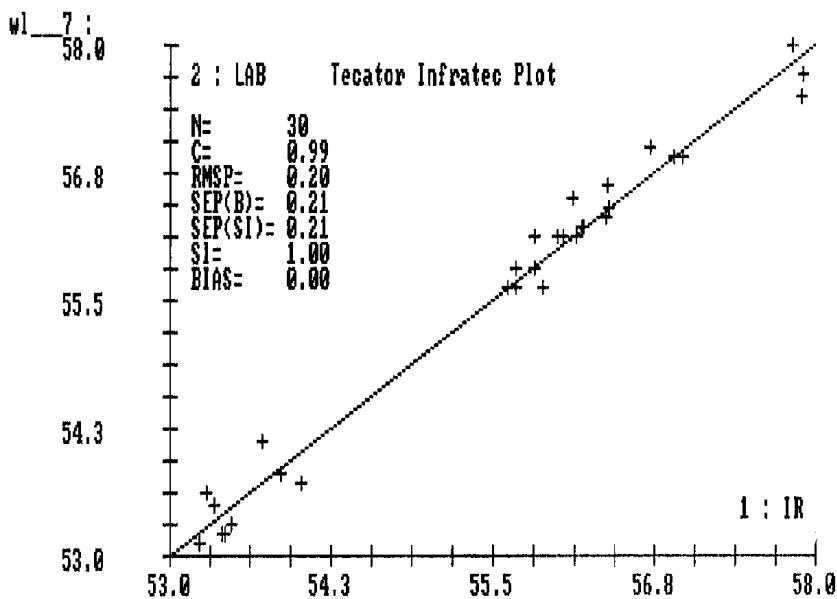
Az egyes kémiai paraméterekre kidolgozott, részleges legkisebb négyzet (PLS) módszerrel számított kalibrációs összefüggések statisztikai adatait a 3. táblázat foglalja össze.

3. táblázat: Ömlesztett sajtok kémiai összetevőinek meghatározására kidolgozott kalibrációs összefüggések statisztikai jellemzői (n=30)

| Paraméter | Faktor-szám | Kalibrációs hiba SEC | Korr. koeff. R | Tartomány % |
|------------------|-------------|----------------------|----------------|-------------|
| Nedvesség | 7 | 0,24 | 0,992 | 53-58 |
| Zsírtartalom | 8 | 0,74 | 0,945 | 22,4-27,5 |
| Zsír/szárazanyag | 9 | 0,78 | 0,986 | 48,7-62,4 |
| Nem zsír | 9 | 0,35 | 0,989 | 16,2-23,6 |

A kalibrációs eredmények szerint a nedvességtartalom és a nem zsír komponensek mennyisége pontosan adható meg, a zsírtartalom és az ebből számított további paraméterek megbízhatósága lényegesen kisebb. Figyelembe véve a referenciamódszerek pontatlanságait (a zsírtartalom meghatározás szórása=0,5 %) az eredmények nem meglepőek. A nedvességtartalom meghatározására alkalmas kalibrációs összefüggést a 4. ábra mutatja be.

A független mintakészlettel végzett ellenőrző mérések alapján (4. táblázat) a kidolgozott kalibráció jól használható a nedvességtartalom pontos, a többi paraméter tájékoztató jellegű meghatározására.



4. ábra: Ömlesztett sajtok nedvességtartamának meghatározása NIT módszerrel

A kalibráció és a teszt-eredmények jelentős különbségei elsősorban a kis mintaszámmal és a referenciamódszer pontatlanságaival magyarázhatók. A meghatározások pontosságának javíthatóságát jelzik az elfogadható eltolódás értékek.

4. táblázat: Ömlesztett sajtok összetevőinek predikciós statisztikai eredményei (n=10)

| Paraméter | A predikció hibája SEP | Eltolódás BIAS |
|----------------------|------------------------|----------------|
| Nedvesség | 0,16 | 0,00 |
| Zsírtartalom | 1,02 | 0,20 |
| Zsír/szárazanyag | 1,00 | 0,22 |
| Nem zsír komponensek | 0,95 | 0,17 |

A pontosság javítására elvégeztük a fenti kalibrációs számításokat a spektrumok többszörös szóródási korrekciójának (MSC) transzformált adataival is.

Eredményeink szerint az MSC alkalmazása nem eredményezett pontosság-javulást a nedvességtartalom meghatározása esetén, ugyanakkor a zsírtartalom és a szárazanyagra vonatkoztatott zsírtartalom esetében 5-8 %-os SEC csökkenést tapasztaltunk.

Fenti eredmények is azt támasztják alá, hogy a pontosság-javítás forrása elsősorban a kémiai adatbázis lehet.

Összefoglalóan megállapítható hogy a transzmissziós közeli infravörös spektroszkópia - összevetve a reflexiós módszerekkel - jól alkalmazható ömlesztett sajtok gyors roncsolásmentes vizsgálatára, az adatbázis kibővítésével ipari célokra is használható kalibráció építhető fel.

IRODALOM

1. Goulden, J.D.S.: Diffuse reflectance spectra of dairy products. J. Dairy Sci. **24** (1957) 242
2. Sherbon, W-et.al.: Comparison of rapid methods for determining fat in milk. J. Dairy Sci. **50** (1967) 936
3. Biggs, D. A.: Precision accuracy of infrared milk analysis. J. Assoc. Offic. Anal. Chem. **55** (1972) 488
4. Weyer, L.G.: Near-Infrared Spectroscopy of organic Substances. Applied Spectroscopy Reviews (1985) 1-43
5. NIRSystems, Inc.: Application profile 11.
6. Handbook of near-infrared analysis. Szerkesztő: Burns, D.A.-Ciurczak E.W. Marcel-Dekker, New york 1992. 630-641. old.

Ömlesztett sajtok elemzése NIR és NIT módszerrel *Örsi F., El-Sonbaty A.H., Salgó A., Varga J. és Delyné Sz.Gy.*

Ömlesztett sajtok NIR összetételi vizsgálatához 49 késztermékeket, ill. gyártásközi félterméket használtak. A minták nedvesség- és zsírtartalmát nemzetközileg elfogadott szabványos módszerekkel határozták meg. A NIR spektrumadatok és összetételi jellemzők összefüggését hazai fejlesztésű keresőprogrammal, különböző matematikai spektrumtranszformációk felhasználásával állapították meg. A minták NIT spektrumát ugyancsak meghatározták, kiszámítva az összefüggést az összetételi és a spektrumjellemzők között. Mind a NIR, mind a NIT módszerrel végzett vizsgálatok pontosságára és reprodukálhatóságára vonatkozó értékeket meghatározták.

The Analysis of Processed Cheese by NIR and NIT Methods *Örsi, F., El-Sonbaty, A.H., Salgó, A., Varga, J. and Delyné, Sz.Gy.*

For the study of composition of processed cheese by NIR 49 final products as well as intermediate products were used. The water and fat content of samples were determined by internationally accepted methods. The correlation of NIR spectral data and compositional characteristics was determined by a search program developed in Hungary, using different mathematical spectrum transformations. The NIT spectra of samples were also measured, the correlation of compositional and spectral characteristics calculated. The parameters of accuracy and reproducibility for both NIR and NIT investigations were determined.

Analyse von Schmelzkäse mit NIR- und NIT-Methoden *Örsi, F., El-Sonbaty, A.H., Salgó, A., Varga, J. und Delyné, Sz.Gy.*

Zur Untersuchung der Zusammensetzung von Schmelzkäse mit der NIR-Methode wurden 49 Fertigprodukte bzw. Zwischenprodukte verwendet. Der Wasser- und Fettgehalt der Proben wurden mit international anerkannten Standardmethoden ermittelt. Der Zusammenhang der NIR-Spektrumdaten und der Zusammensetzung wurde mit einem Suchprogramm eigener Entwicklung und unter Verwendung verschiedener mathematischer Spektrumtransformationen bestimmt. Das NIT-Spektrum der Proben wurde ebenfalls bestimmt und der Zusammenhang zwischen der Zusammensetzung und den Spektrumdaten berechnet. Die Werte in Bezug auf die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der sowohl mit der NIR-, als auch mit der NIT- Methode durchgeführten Untersuchungen wurden bestimmt.