

# Pörkölt kávé nedvesség- és olajtartalmának közeli infravörös reflexiós (NIR) spektroszkópia meghatározása INFRAPID 31 készülékkel

KEMÉNY GÁBOR\* – POKORNY TIBOR\* – CSERNA GÉZÁNÉ\* –  
KASZIBA KÁROLYNÉ\*\*

Érkezett: 1981. szeptember 22.

## Bevezetés

Mezőgazdasági és élelmiszeripari termékek minőségelemzésének korszerű eszközei a közeli infravörös reflexiós (NIR) elven működő összetétel-analizátorok. Ilyen típusú műszerek segítségével gyorsan, roncsolásmentesen, vegyszerfelhasználás nélkül, ugyanakkor a hagyományos módszerekkel megegyező pontossággal határozható meg a közeli infravörös tartományban elnyeléssel rendelkező vegyületcsoportok mennyisége különféle termékekben. A hetvenes évek közepe óta sikeresen alkalmazták fehérje, nedvesség, olaj, keményítő, rost, hamu, sőt lizin meghatározására a módszert, és ma már több ezerre tehető a világszerte működő NIR műszerek száma.

Örvendetes módon hazánk is bekapcsolódott az e területen folyó kutatási fejlesztési munkákba. A Központi Élelmiszeripari Kutató Intézetben 1978 óta alkalmazták az amerikai NEOTEC cég számítógéppel összekapcsolt fejlesztő rendszerét, a LABOR Műszeripari Művek pedig a NEOTEC cég gabonaelemzőjének licen-sze alapján 1980-ban INFRAPID 31 elnevezéssel NIR elven működő összetétel-elemző műszerrel jelent meg a hazai piacon.

A készüléket elsősorban gabonaőrlemények és olajos magvak minősítésére fejlesztették ki, emellett azonban jól alkalmazható egyes élelmiszer-ipari termékek és alapanyagok, pl: kávé gyorsvizelésére is.

A nyers- és pörköltkávé leggyakrabban mért összetevője a nedvességtartal-ma. Nyers állapotban 9–12 tömeg % között változik, ismerete többek között a pörkölési folyamat szabályozása és a pörkölési veszteség megállapítása miatt fontos. A pörkölés során a kávé nedvességének legnagyobb részét elveszti, amit a csomagolás előtt víz hozzáadásával részben pótolnak. Az értékesítendő kávé nedves-ségét a vonatkozó kávészabvány maximálja (9). Ennek folyamatos elemzése nagy-számú mérést tesz szükségessé.

A kávé nedvességtartalmának meghatározására a szabványban (13) elfogadott döntő módszer a 105 °C-on súlyállandóságig való szárítás. Szilasné és munkatársai (10) nyerskávé nedvességtartalmának meghatározására különböző módszereket

\* Labor Műszeripari Művek

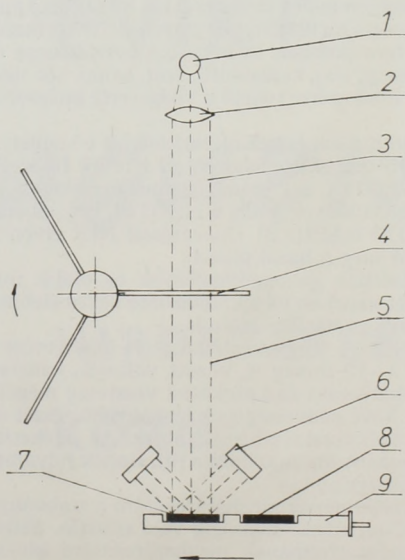
\*\* „COMPACT” Kereskedelmi Csomagoló Vállalat

hasonlít össze, megállapítva, hogy jelentős különbségek lehetnek a többféle módon meghatározott értékek között. Hasonló eredményeket közöl *Kocsisné* (11). Az összehasonlított módszerek körébe bevonták a termogravimetriás módszert is, mely megbízható végpontdetektálást biztosít, ugyanakkor a pörkölés során lejátszódó folyamatok is figyelemmel kísérhetők. A pörkölt kávé nedvességtartalma tárolás során növekszik, *Szcepanik* (12) szerint a vízgőz szorpciós sebessége kávéban viszonylag nagy. A vízgőzfelvétel sebessége függ a csomagolóanyagtól és a kávé minőségétől. Az elsőrendű minőségű kávé lassabban vesz fel nedvességet, mint egy közepes minőségű kávé. Az olajtartalom mérése kávéban szabvány szerint petroléteres extrakciót kell alkalmazni.(13)

### Vizsgálati anyagok és módszerek

#### Az INFRAPID 31 mérési elvnek rövid ismertetése

Az INFRAPID 31 közeli infravörös tartományban működő diffúz reflexiós spektrofotométer. Mivel ebben a tartományban a legtöbb vegyületcsoport jellemző elnyelési sávval, vagy sávokkal rendelkezik a hullámhosszak alkalmas megválasztásával egyidejűleg több komponens mérése valósítható meg. A készülék jelenlegi felépítésében fehérje-, nedvesség- és olajtartalom mérésére alkalmas. A mérés alap-



1. ábra

Az INFRAPID 31 készülék optikai felépítése

Jelmagyarázat: 1. Wolfram izzó, 2. Lencse, 3. Szélessávú fénysugár, 4. Billenőszűrő, 5. Keskeny-sávú fénysugár, 6. PbS detektor, 7. Kerámia standard, 8. Minta, 9. Mintatartó fiók

elvé, hogy a szilárd mintára jutó fény részben abszorbeálódik, részben diffúzan szóródik. A reflektált fény arányának méréséből következtetés vonható le a jelenlévő összetevők mennyiségére.

A forgalomban lévő műszerek elsősorban optikai elrendezésükben különböznek egymástól. Egyik lehetséges felépítési mód az ún. billenőszűrős elrendezés, melyet az INFRAPID 31 készülékben is alkalmaznak (1. ábra).

A készülék fényforrása wolfram izzó. A megfelelő hullámhossztartományt három interferenciaszűrő választja ki, amelyen keresztül a monokromatikus fény a mintatartó cellára jut. A forgó kerékre erősített szűrők áteresztési tartománya a fehérje, nedvesség, olaj egy-egy jellemző elnyelési sávjával esnek egybe. Forgatásakor a mintára jutó fény hullámhossza a szűrőkerék szöghelyzetétől függ. A mintáról visszaszórt fényt PbS detektorok érzékelik. A detektorok kimenetén alkalmas pillanatban mintát véve a kívánt komponens mennyiségére jellemző optikai adat nyerhető. A detektor kimenetén a mintavétel időpillanatának megfelelő megválasztásával elvileg más komponensre jellemző optikai jel is nyerhető a fehérje- vagy olajjal helyett, ilyen igény esetében a gyártó cégnek speciális szűrőt kell készítenie és adaptálnia.

### Az INFRAPID 31 kalibrálása

Az optikai adatok kiértékelése többváltozós lineáris egyenlet formájában történik. Általánosságban az  $i$ -edik komponens százalékos mennyisége:

$$p_i = K_{i,0} + K_{i,1}F_1(\lambda) + \dots + K_{i,k}F_k(\lambda) \quad (1)$$

Az egyenletben  $K_{i,0} \dots K_{i,k}$  ún. kalibrációs konstansok,  $F_k(\lambda)$  a készülék által szolgáltatott hullámhosszfüggő optikai jelek.  $p_i$  az  $i$  komponens százalékos mennyisége. Az egyenletben szereplő változók száma ( $k$  értéke) az INFRAPID 31 készülék-nél maximálisan három lehet.

Az INFRAPID 31 készüléken 3 termény 3–3 kémiai összetevőjének kalibrációs konstansait lehet egyszerre beállítani. A kalibrációs konstansok meghatározása általában 20–50 db ismert összetételű minta mérését követő regressziós analízissel történik. Mátrixinvertáló szubrutinnal is rendelkező zsebszámológépek (pl.: HP-67, TI-59) már alkalmasak kalibrációs egyenletek kiszámítására INFRAPID 31 készülékekhez. A kalibrációs egyenletek jóságát a valódi és a konstansokkal kiszámított százalékos értékek átlagos eltéréseivel, illetve a kettő közötti korrelációs együtthatóval szokás jellemezni. Az átlagos eltérés (a kalibráció hibája), melynek szokásos szakirodalmi jelölése a megfelelő angol kifejezés kezdőbetűi alapján „SEC” (standard error of calibration)

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - Y_i)^2}{n - k - 1}} \quad (2)$$

összefüggéssel adható meg, ahol

$y_i$  = a hagyományos laboratóriumi mérési eredmény

$Y_i$  = a regressziós (kalibrációs) egyenlettel számított eredmény

$n$  = mintaszám

$k$  = az egyenletben szereplő független változók száma

A kalibrációs egyenletek érvényességét a kalibrációhoz nem használt ismert összetételű minták mérésével is ellenőrizni kell. Ha az alábbi képlettel megadott átlagos becslési hiba „SEP” (standard error of prediction).

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - Y_i)^2}{n - 1}} \quad (3)$$

nem nagyobb a „SEC” értékénél, a kalibrációt érvényesnek tekintjük.

A diffúz reflexió méréséhez mintaelőkészítésként csak őrleést kell alkalmazni. Mivel a mintáról szórt fényenergia erősen függ a minta aprítottságától is, ezért a kalibrációhoz és a tényleges mérésekhez azonos őrleőberendezést kell használni. Egy méréshez kb. 10–15 g minta szükséges, a mérés időtartama az előkészítéssel együtt néhány perc.

A témával kapcsolatos magyar nyelvű szakirodalom – eltekintve a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet belső jelentéseitől – meglehetősen szűkös, mindössze néhány közlemény jelent meg (1, 2) a nemzetközi publikációk száma viszont gyorsan növekszik. E cikk keretében nem vállalkozhatunk a teljes szakirodalom bemutatására, mindössze néhány áttekintő közleményre szeretnénk felhívni a figyelmet. Gabona- és olajosmagvak összetételének mérésével legalaposabban *Williams* közleménye (3, 4) takarmánykeverékek minősítésével *Shenk és munkatársai* (5), lizintartalom meghatározásához árpában *Gill és munkatársai* (6) foglalkoztak. Édesipari alapanyagok közül kakaóbab minősítését *Kaffka és munkatársai* (7) dolgozták ki, húsipari alkalmazásra mutat be példát *Keller* (8).

A LABOR MIM INFRAPID 31 műszere elsősorban gabona- és olajosmagvak gyorselemzésére készült, azonban alkalmas más pl. élelmiszeripari termékek elemzésére is. Dolgozatunkban pörkölt kávé nedvesség- és olajtartalmának meghatározásával foglalkozunk.

### Mérési eredmények és értékelésük

A mérések elvégzéséhez szükséges mintákat – összesen 40 db-ot – a „COM-PACK” Kereskedelmi Csomagoló Vállalat bocsátotta rendelkezésünkre. Ebben 20 db Omnia, 9 db Rio, 8 db Karaván, és 3 db Columbia kávékeverék volt, melynek szemes állapotban mért nedvességtartalma 3–4 tömeg% között változott. Mivel a gyakorlatban előforduló tartomány jóval szélesebb, ezért a minták nedvesítésével és szárításával kiterjesztettük a mérési tartományt. A szabvány szerint mért olajtartalom 10,3–18,6 tömeg% között változott, ami elegendően széles a kalibráció elkészítéséhez. Az Omnia és Columbia keverékek a magas, a Rio és Karaván keverékek az alacsony olajtartalmú minták voltak. Ezen belül is a Rio keverékek általában magasabb értéket mutattak, mint a Karaván. A mintákat Keripar gyártmányú (KÖ–25–Z típusú) kávéőrleő legfinomabb szemcseméretet adó állásánál daráltuk meg, majd az őrleményeket két részre osztottuk. Az őrlemény egyik felét változatlanul hagytuk, a másik részét pedig vagy benedvesítettük, vagy exikátorban CaCl<sub>2</sub> felett szárítottuk. A 40 db őrleményből 30 db-ot nedvesítettünk 10 db-ot pedig szárítottunk. A nedvesítést változó mennyiségű víz fecskendővel való hozzáadásával végeztük. Az őrleményeket légmentesen lezártuk, és naponta gondosan megkevertük. A szárítást 2–7 napos exikátorban való tartással érték el. A minták tárolására csavaros fedelű üvegeket alkalmaztunk. A nyert 40 db mintapárból (eredeti és nedvesített, vagy szárított) véletlenszerűen 20 párat kiválasztottunk a kalibráció céljára, a másik 20 párat pedig a kalibráció ellenőrzésére félretettük.

A minták kezelését követő egyhetes pihentetés után a kalibrációhoz kiválasztott minták optikai adatait INFRAPID 31 készüléken megmértük, egyúttal az őrleményeket laboratóriumi elemzésre is kiküldtük. A méréseket két párhuzamos minta betöltéssel és a mintatartó háromszori elforgatásával végeztük. 10 nap elteltével hasonló módon ismét megmértük a mintákat, és azt tapasztaltuk, hogy a nedvességtartalommal arányos optikai adatok kis mértékben megváltoztak. Elsősorban a szárított és a nem nedvesített mintáknál tapasztaltunk eltérést, ugyanakkor a magas víztartalmú minták értékei nem változtak, vagy némileg csökkentek. Ez egyértelműen arra utal, hogy a mintatartók lezárása nem volt tökéletes, az őrlemények nedvességet szívtak magukba, illetve a legjobban benedvesített minták veszítettek nedvességükből. Az időközben kapott laboratóriumi eredmények és az utóbb meghatározott optikai adatok között többváltozós lineáris regresszióval kerestünk összefüggéseket.

A nedvességadatokat a „COMPACT” Kereskedelmi Csomagoló Vállalat MEO Laboratóriuma és Növényolajipari Vállalat Központi Laboratóriuma az olajtartalom adatokat az utóbbi labor bocsátotta rendelkezésünkre. A „COMPACT” laboratóriumában mért adatok szerint a kalibrációs minták nedvességtartalma 3,1–11,4 tömeg%, a Növényolajipari Vállalat mérései szerint 3,2–9,9 tömeg% között változott. Az olajtartalom 10,3–18,6 tömeg% között mozgott. A két különböző laboratóriumban mért nedvességértékek szisztematikus eltérést mutatnak. Ez azonban nem meglepő, figyelembe véve, hogy a „COMPACT” laboratóriuma Brabender készüléket, a Növényolajipari labor hagyományos szárítószekrényt használt a mérésekhez. A háromfelé analitikai adata (2 nedvesség, 1 olaj) 3 különböző regressziós egyenest számítottunk. Az (1) alakú kalibrációs egyenlet konstansai és statisztikai paraméterei az 1. táblázatban láthatók.

1. táblázat

A nedvesség és olajtartalom mérésére számított regressziós egyenletek konstansai és statisztikai paraméterei

	Nedvesség (Brabender)	Nedvesség MSZ 20681	Olaj MSZ 20681
Korrelációs együttható .....	0,982	0,982	0,971
A kalibráció hibája % „SEC”	0,49	0,36	0,69
$K_0$ .....	- 7,1	- 5,4	- 15,2
$K_1$ .....	- 4,1	- 3,2	- 34,7
$K_2$ .....	12,9	10,1	0
$K_3$ .....	- 17,6	- 14,7	- 3,2

A kalibrációs egyenletek maradó hibája elsősorban a labormérések hibáját hordozza magában. A nedvességtartalom két párhuzamos mérése közötti eltérés néhol a 0,6 tömeg%-ot is elérte, az olajtartalom-mérés párhuzamos eredményei között 1 tömeg% különbség is előfordult. Mivel több mintánál is előfordultak hasonló különbségek párhuzamos mérések között, ezek kihagyását nem tartottuk célszerűnek.

Valószínűleg további hibát jelentett az őrlemények már említett vízfelvétele, illetve leadása, célszerű az optikai és analitikai méréseket egyidejűleg végezni. A laboratóriumi eredmények és az optikai adatokból (1) egyenlettel számított értékek közötti korrelációs együttható mindhárom esetben megfelelően magas.

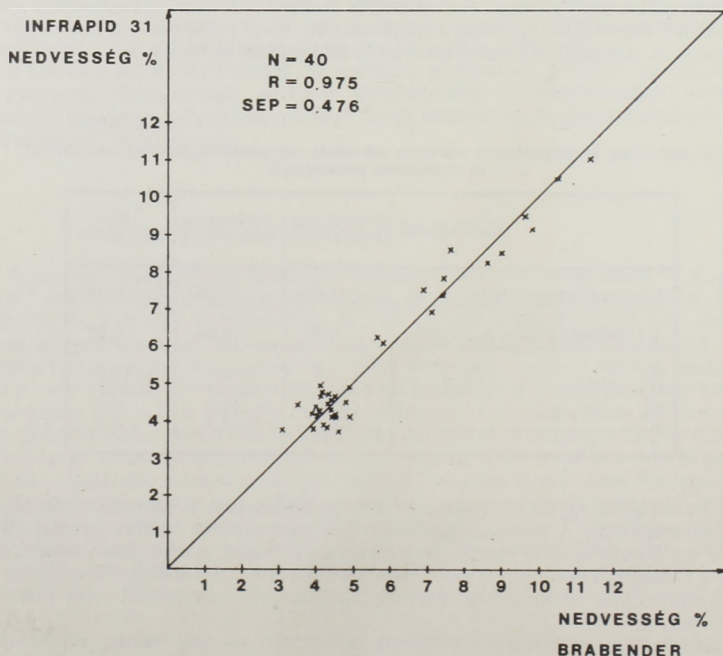
A kalibrációhoz nem használt 20 mintapár leméréseivel győződünk meg a számított kalibráció egyenletek helyességéről. Kiszámítottuk a laboreredmények és az INFRAPID 31 által mért adatok közötti korrelációt és maradó eltérést (SEP).

A nedvességekalkalibrációt 40 mérés alapján, az olajkalibrációt 38 mérés alapján ellenőriztük (2 mintát durva laboratóriumi mérési hiba miatt kihagytunk). Az eredményeket a 2. táblázat tartalmazza.

2. táblázat

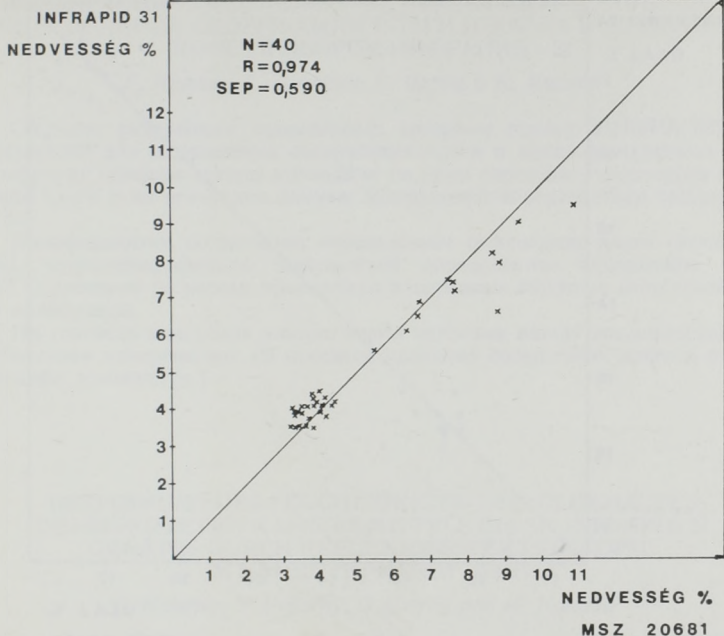
A kalibrációs egyenletek ellenőrzésének statisztikai paraméterei

	Nedvesség Brabender	Nedvesség MSZ 20681	Olaj MSZ 20681
Korrelációs együttható .....	0,975	0,974	0,972
Maradó hiba (SEP) .....	0,48	0,59	0,63



2. ábra

INFRAPID 31 készülékkel és Brabender-mérleggel mért nedvességtartalom közötti összefüggés pörkölt kávénál

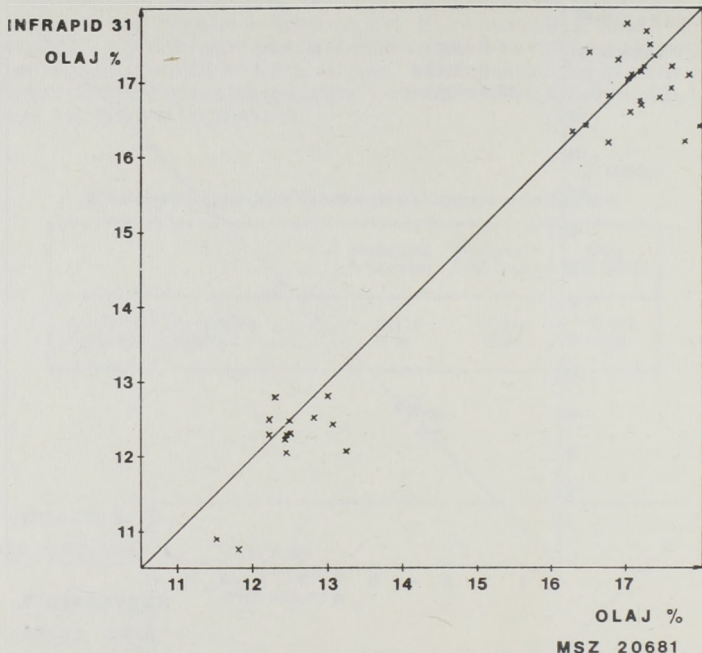


3. ábra

INFRAPID 31 készülékkel és szabvány szerint mért nedvességtartalom közötti összefüggés pörkölt kávénál

A kétfajta nedvességkalibrációból a Brabender mérlegen nyert adatokra számított adja a pontosabb eredményt. A szabvány szerinti nedvességmérés adataiból a valamivel nagyobb hibával, az olajtartalomnál a vártnál kisebb hibával lehet mérni a megfelelő összetevőt. A laboratóriumi nedvességek függvényében ábrázoltuk az INFRAPID 31 műszerrel visszamért értékeket. A 2. ábrán a Brabender-készülékkel mért nedvességtartalom, a 3. ábrán a szabvány szerint mért nedvességértékek, a 4. ábrán pedig a szabvány szerint mért olajtartalom-adatok szerepelnek függő változóként.

A NIR technika ezek alapján alkalmasnak látszik a kávé nedvesség- és olajtartalmának gyors, roncsolásmentes becslésére, amely a pörkölési folyamat szabályozása szempontjából jelentős. Az alkalmazási példák és a vizsgálatokba bevont termékek és összetevők számának gyarapodásával remélhetően a mezőgazdaságon kívül az élelmiszervizsgálatokban és élelmiszer-kémiában is hasznos eredményeket szolgáltat majd.



4. ábra

INFRAPID 31 készüléssel és szabvány szerint mért olajtartalom közötti összefüggés pörkölt kávénál

#### IRODALOM

- (1) Rosenthal, R. D.: Élelmezési ipar 33, 371, 1979.
- (2) Szalánczy, É.: Gabonaipar 27, 67, 1980.
- (3) Williams, P. C., Starkey, P. M.: J. Sri. Food Agric. 31, 1201, 1980.
- (4) Williams P. C.: Cereal Chem. 52, 561, 1975.
- (5) Shenk, J. S., Westerhaus, M. O., Hoover, M. R.: J. Dairy Sci. 62, 807, 1979.
- (6) Gill, H. A., Starr, C., Shmith, D. B.: J. Agric. Sri., Camb. 93, 727, 1979.
- (7) Kaffka, K. J., Norris, K. M., Kulcsár, F., Draskovits, F.: Acta Alimentaria 1981. (közlés alatt)
- (8) Keller, M.: Die Fleischwirtschaft 3, 452, 1978.
- (9) MSZ 20662-73 Pörkölt kávé Magyar Népköztársasági Országos Szabvány.
- (10) Szilasné, Kelemen M., Órsi F., Ravasz L.: ÉVIKE 17, 169, 1971.
- (11) Kocsis Gy-né: Import nyersanyagok minőségi átvételének fejlesztési lehetőségei az édesiparban. Doktori értekezés, BME, Budapest, 1979.
- (12) Szepeanik, P.: Édesipar 30, 14, 1979.
- (13) MSZ 20681-72. Kávé mintavétele és vizsgálata Magyar Népköztársasági Országos Szabvány



ИНФРАКРАСНО-РЕФЛЕКСИОННОЕ (NIR) СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ И МАСЛА В ЖАРЕННОМ  
КОФЕ ПРИБОРОМ ИНФРАПИД – 31

*Г. Кемэнь, Т. Покорни, Г. Черна и К. Касиба*

Согласно измерениям проведенных авторами прибор ИНФРАПИД – 31 подходящий для определения содержания влаги и масла в жаренном кофе. Калибровку прибора авторы проводили по двум способам определения содержания влаги и на основании данных экстракцией определенного содержания масла.

Коэффициентом корреляции определенное содержание влаги составляло 0,982, петролейно-эфирной экстракцией определенное содержание масла 0,971. Уравнение регрессии проверяли измерением образцов неприменяемых для калибровки.

На точность измерения влияло время истекшее между аналитическими и приборными измерениями. (В процессе хранения содержание влаги в жаренном кофе изменяется.)

BESTIMMUNG DES FEUCHTIGKEITS- UND ÖLGEHALTES  
DES GERÖSTETEN KAFFEES MITTELS EINEN INFRAPID 31  
GERÄTES DURCH REFLEXIONSSPEKTROSKOPIE  
IM NAHEN INFRAROT (NIR)

*G. Kemény, T. Pokorny, G. Cserna und K. Kasziba*

Das Gerät INFRAPID 31 erwies sich nach den Befunden der Verfasser auch zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes und des Ölgehaltes vom gerösteten Kaffee fähig. Die Kalibrierung des Geräts wurde auf Grund des durch zwei unterschiedlichen Methoden bestimmten Feuchtigkeitsgehaltes und des durch Extraktion bestimmten Ölgehaltes durchgeführt. Der Korrelationskoeffizient war bei den bestimmten Feuchtigkeitsgehalt 0,982 bzw. bei den mittels Extraktion mit Petroläther bestimmten Ölgehalt 0,971. Die Regressionsgleichungen wurden durch Messung von solchen Mustern kontrolliert, die zur Kalibrierung nicht benutzt wurden. Die Genauigkeit der Messungen wurde durch die Länge der zwischen den analytischen und die instrumentalen Bestimmungen vergangener Zeit beeinflusst (der Feuchtigkeitsgehalt des gerösteten Kaffees verändert sich während seiner Lagerung).

DETERMINATION OF THE HUMIDITY AND OIL  
CONTENT OF ROASTED COFFEE BY MEANS OF AN  
INFRAPID 31 INSTRUMENT WITH THE USE OF  
NEAR-INFRARED REFLEXION (NIR) SPECTROSCOPY

*G. Kemény, T. Pokorny, G. Cserna and K. Kasziba*

The instrument INFRAPID 31 proved to be suitable – according to the measurements of the authors – also for the determination of the moisture content and oil content of roasted coffee. The calibration of the instrument was carried out on

the basis of the moisture content determined by two different methods and of the oil content determined by extraction. The coefficient of correlation was at the determined moisture content 0,982 whereas at the oil content determined by extraction with petroleum ether 0,971. The regression equations were checked by measurement of samples which has not been used for calibration. The accuracy of the measurements was affected by the length of the time passed between the analytic and the instrumental determinations (the moisture content of roasted coffee changes during its storage).