



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

NIR Klub
2026. március 26.

Por alapanyagok és keverékeik csomagolóanyagokon keresztüli vizsgálata közeli infravörös spektroszkópiával

SLEZSÁK JÁNOS, SALGÓ ANDRÁS, GERGELY SZILVESZTER

BME Alkalmazott Biotechnológia és Élelmiszertudományi Tanszék
NIR Spektroszkópia Csoport

(Por)keverés, mint művelet

- ...**Avoiding segregation is a challenge** in food industry where materials with a wide range of properties are often mixed.
 - LINDLEY, J. A. (1991):
Mixing Processes for Agricultural and Food Materials: 3. Powders and Particulates
Journal of Agricultural Engineering Research, 49, 1-19
- Diversity of chemical composition, variability of raw materials, heterogeneity of native structures and different physicochemical reactivity under hydro-thermal stresses are all factors that lead to **complexity in the behaviour of food powders.**
- ...The **diverse characteristics** of food powders mean that **mixing is a complicated** operation.
 - Cuq, B., Berthiaux, H., & Gatumel, C. (2013):
Powder mixing in the production of food powders
Handbook of Food Powders, 200–229. doi:10.1533/9780857098672.1.200
- ...powder mixing is a **crucial** unit operation in the food industry...
 - Caetano da Silva Lannes, S., & Elena Del Dolores Bernal Gómez, M. (2020):
Powder Technology
Food Processing. doi:10.5772/intechopen.90715

Porkeverékek vizsgálatának jelentősége

3



- Szilárd porkeverékek homogenitása: kiemelt fontosságú minden ágazatban:
 - alap- segéd- és hatóanyagok elkeverése
 - cél a tökéletes homogenitás
 - kis koncentrációk esetén kritikus
- PAT eszközök lehetőségei:
 - real-time ellenőrzés, roncsolásmentes módon
 - azonnali beavatkozás lehetősége
 - NIR spektroszkópia: kémiai és fizikai információ egyaránt



Minősítés csomagoláson keresztül

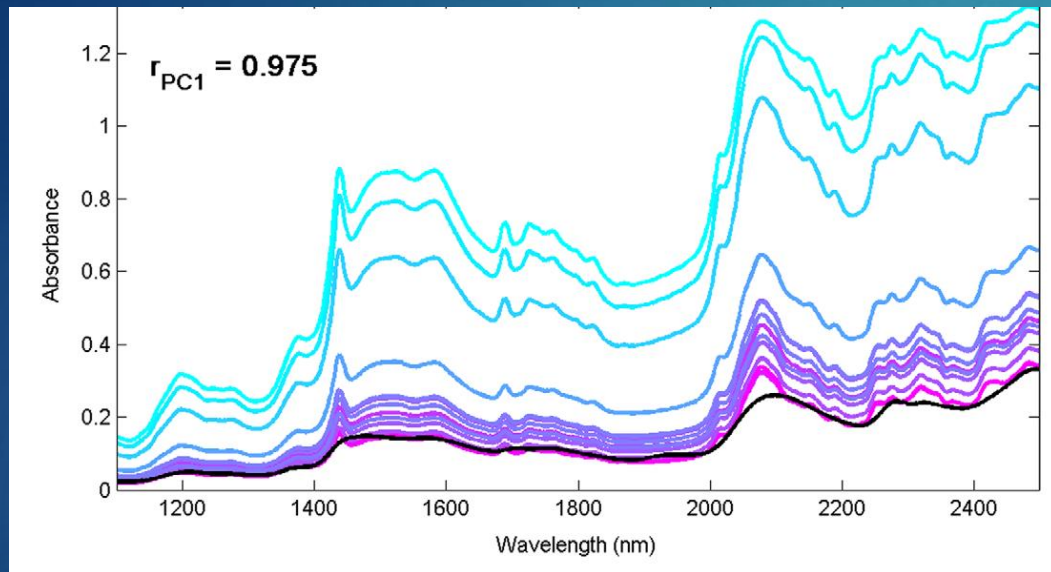
A csomagolás megbontása kockázati tényező!

- időigény
- biztonság — pl. veszélyes hatóanyagok
- több művelet = több hibalehetőség
- keresztzennyezések
- reklamációk kezelése?

Probléma: a csomagolás zavaró hatása

- direkt elnyelés (NIR-aktív csomagolás)
- látens abszorbancia, fényszóródás
- szétosztályozódás, szemcseméret-hatások

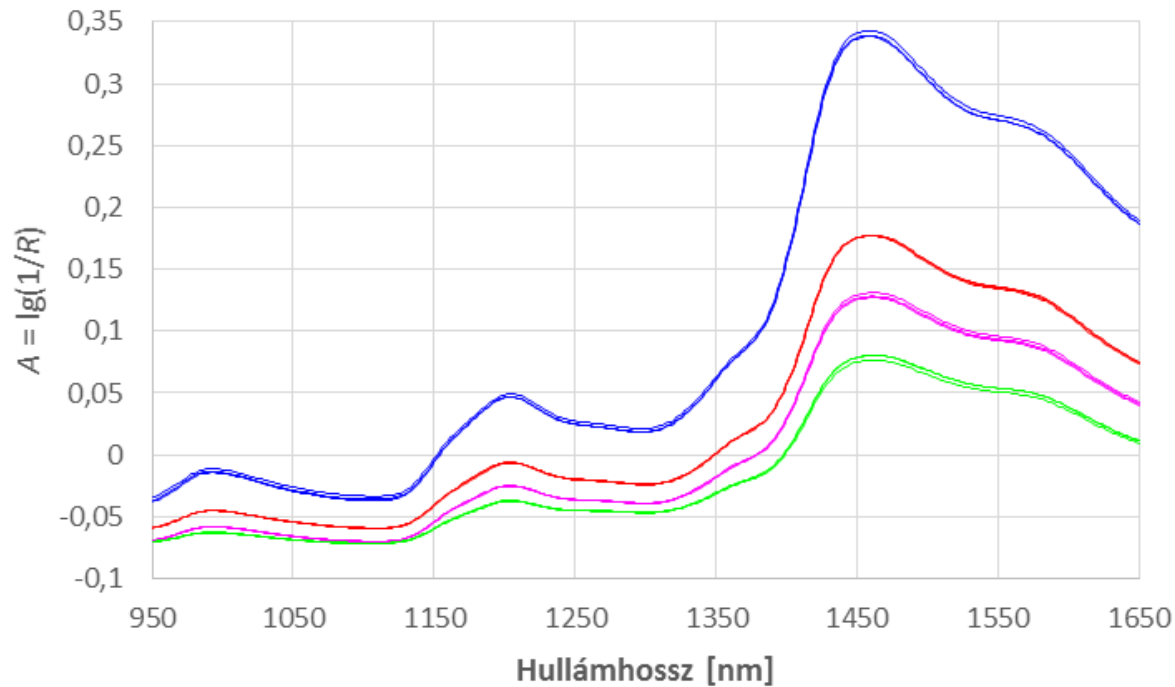




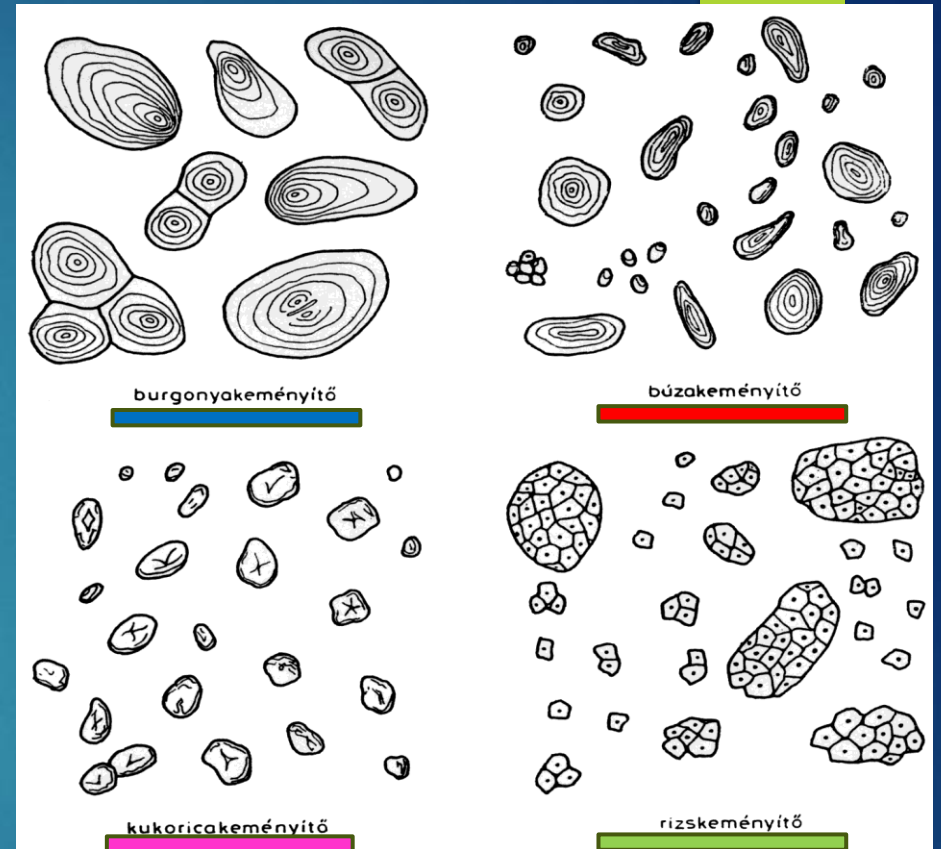
Rinnan, Åsmund, Berg, F. van den, & Engelsens, S. B. (2009): Review of the most common pre-processing techniques for near-infrared spectra. *Trends in Analytical Chemistry*, 28(10), 1201–1222. doi:10.1016/j.trac.2009.07.007

- NIR spektrum: kémiai ÉS fizikai információ
- ...spectral transformations are routinely used **to suppress the physical information** in NIR spectra because it obscures the chemical information.
Ely, D. R., Thommes, M., & Carvajal, M. T. (2008): Analysis of the effects of particle size and densification on NIR spectra. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 331(1-2), 63–67. doi:10.1016/j.colsurfa.2008.07.01
- Ez a hatás (pozitív vagy negatív) a célkitűzés függvénye, porkeverékek esetén kritikus szempont lehet a szemcseméret kérdése.

Fizika & kémia – kéz a kézben a kettő!



Különböző eredetű keményítőtípusok diódasoros NIR spektrumai (950-1650 nm)



Granules: Polyhedral;
Diameter: 2-12 μm ;
Components: 2-150;
Hilum: Minute, central point, rarely conspicuous;
Striations: Absent

B

Granules: Round or Polyhedral;
Diameter: 5-35 μm ;
Hilum: Distinct, central, triangular;
Striations: Absent

A

Granules: Lenticular circular or oval in shape;
Diameter: 5-50 μm ;
Hilum: Central Concentric;
Striations: Faintly marked;
Components: 2-4

C

Granules: Simple; irregularly avoid or spherical and subspherical;
Diameter: 30-100 μm ;
Hilum: Eccentric;
Striations: well marked and concentric;

D

- ▶ NIR spektroszkópia lehetőségeinek vizsgálata, mint lehetséges kvantitatív és kvalitatív meghatározási módszer
 - ▶ Tiszta, por állagú alapanyagok azonosítására
 - ▶ Porkeverékek minőségi és mennyiségi vizsgálatára
- ▶ Optikai konfigurációk összehasonlítása (diszperziós, Fourier-transzformációs és diódasoros)
- ▶ Modellrendszerek létrehozása
 - ▶ Alapanyag-könyvtárak, fólia-könyvtárak...
 - ▶ Keverékek (szénhidrátok, különböző lisztek)
 - ▶ Csomagoláson keresztül való mérés modellezése
- ▶ „Nemmodell” ipari minták vizsgálata – mintatartóban és az eredeti csomagolásban
- ▶ Mintakezelés (mintaelőkészítés) jelentőségének vizsgálata
- ▶ Változószelekció (fóliahatás kiküszöbölése)
- ▶ Matematikai előkezelések (normálások, deriválások) hatásának vizsgálata

Vizsgált minták I. – alapanyagok

I. rendszer: diverz (eltérő, „nem rokon”) anyagok

- Aszkorbinsav, carbopol, cetil-sztearil-alkohol, citromsav, glükóz, keményítő, laktóz, talkum
- Vizsgálat „hagyományosan” és fólián keresztül (30-70 μm PE)

II. rendszer: rokon vegyületek

- Keményítő, cellulóz, maltodextrin, laktóz, szacharóz, fruktóz, glükóz
 - Vizsgálat mintatartóban és fólián keresztül (100 és 200 μm PE)
-
- Profilozás, fóliák elnyelési karakterisztikájának vizsgálata
 - Optikai konfigurációk összehasonlítása

Vizsgált minták II. – keverékek és ipari minták

Szénhidrátkeverékek:

- Glükóz (G), fruktóz (F) és szacharóz (SZ),
„Egy-”, két- és háromkomponensű modellkeverékek („háromszög modell”)
- Mérések mintatartóban és fólián keresztül (100 µm PE)
- Elkülöníthetőség vizsgálata, nem irányított (minőségi) kiértékelés

Lisztkeverék modellrendszerek:

- Búzaliszt, kukoricaliszt és rovarliszt keverékei különböző arányokban
- Mintatartós és fóliás mérések (30, 60 és 100 µm PE)
- Mennyiségi kalibrációk – referencia: a rovarliszt-tartalom

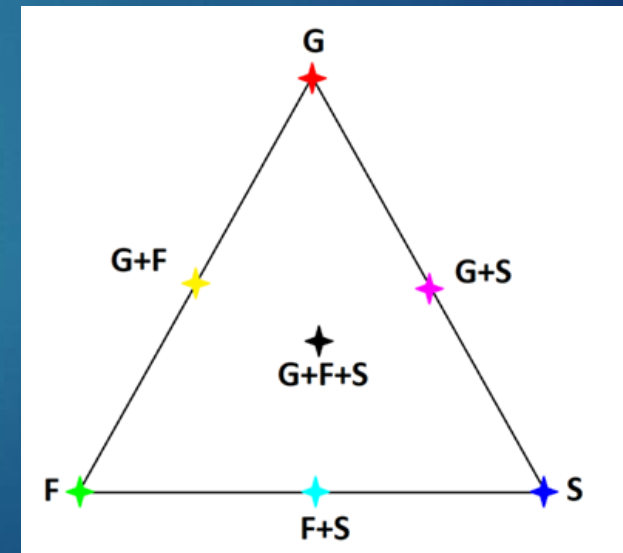
Élelmiszeripari aroma minták

- 73 eltérő minta (kémiai és fizikai tulajdonságok), referencia adatok a gyártó által meghatározva:
 - maltodextrin (35 eset, 7,5-90% tartományban)
 - gumiarábikum (24 eset, 2,5-84,5%)
 - triacetin (glicerol-triacetát) (18 eset, 1,9-18%)
- Mérések mintatartóban és polietilén csomagolásban (tasakokban)

Eltérő kémiai és fizikai jellemzők:

- 3 tiszta minta (glükóz [G], fruktóz [F], szacharóz [S])
- 4 keverék minta (G+F, G+S, F+S, G+F+S) azonos tömegarányokkal
- Mérések szemcsés és finomra őrölt formában

Komponens	Jelölés	Szín
tiszta glükóz	G	Red
tiszta fruktóz	F	Green
tiszta szacharóz	S	Blue
glükóz-fruktóz keverék (1:1 m/m)	GF	Yellow
glükóz-szacharóz keverék (1:1 m/m)	GS	Magenta
fruktóz-szacharóz keverék (1:1 m/m)	FS	Cyan
glükóz-fruktóz-szacharóz keverék (1:1:1 m/m)	GFS	Black

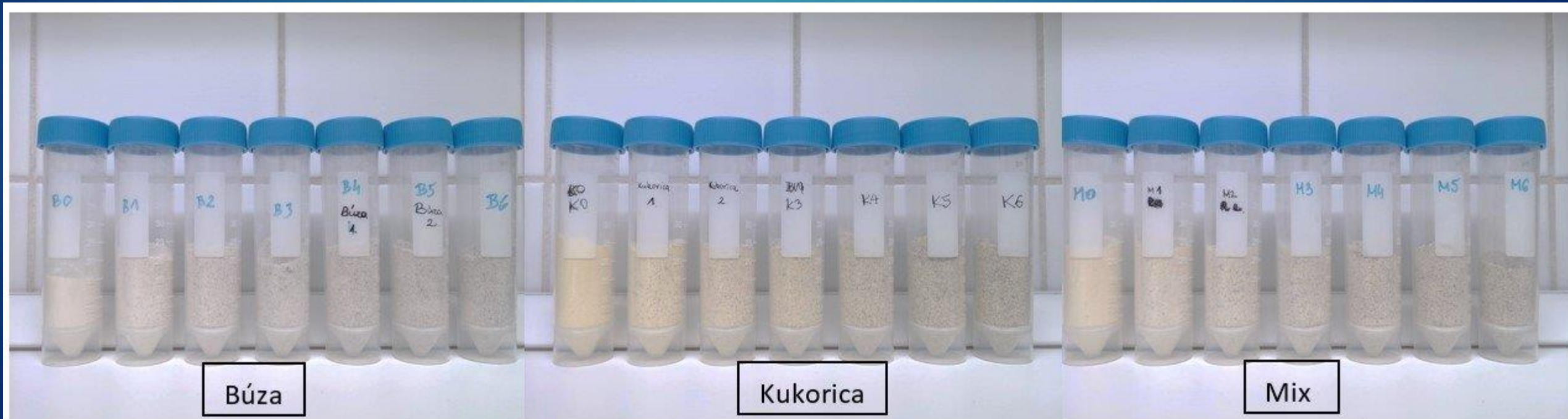


Modellrendszer - lisztkeverékek

11

3 különböző „liszt” minta:

- Búzaliszt [BL], kukoricaliszt [KL], BL+KL [M] (1:1) mátrixok
- Rovarliszt adalékolás (0-30%, @5%)



Spektroszkópiai mérések

12



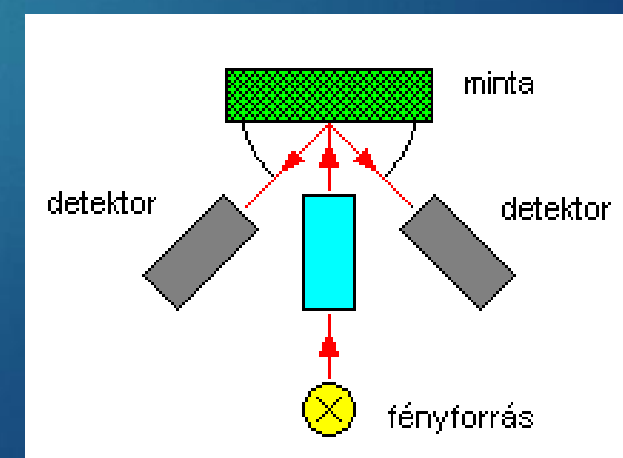
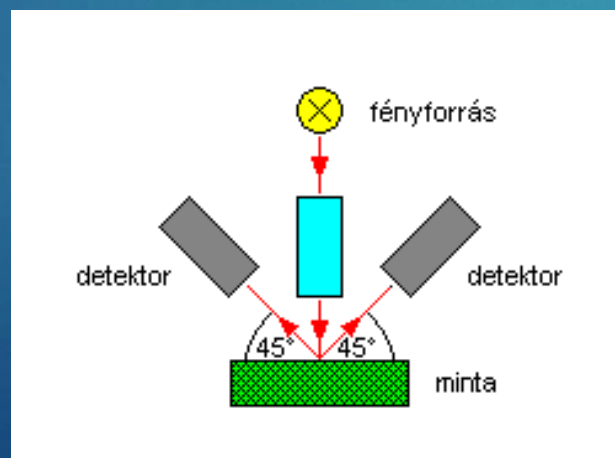
Foss NIRSystems 6500
+Rapid Content Analyser
Diszperziós (**DS**) konfiguráció
400-2498 nm



PerkinElmer Spectrum400
Fourier-transzformációs (**FT**)
konfiguráció
10000-4000 1/cm



Perten DA 7250 NIR Analyser
Diódasoros (**DA**) konfiguráció
950-1650 nm



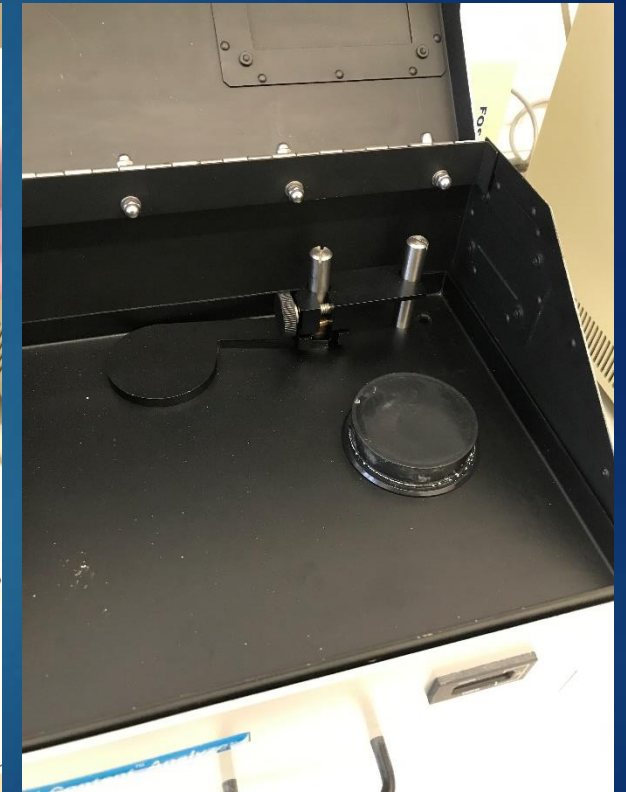
Mérési elrendezés (fólia nélkül)

13

diódasoros spektrométer



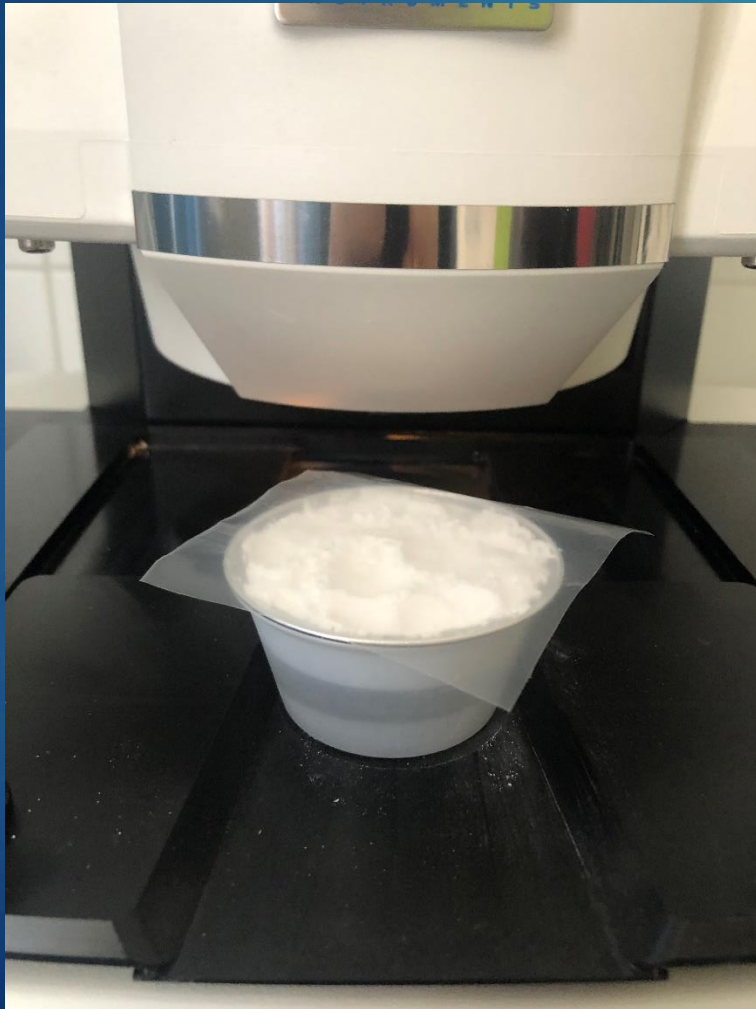
diszperziós spektrométer



Mérési elrendezés (fóliával)

14

diódasoros spektrométer



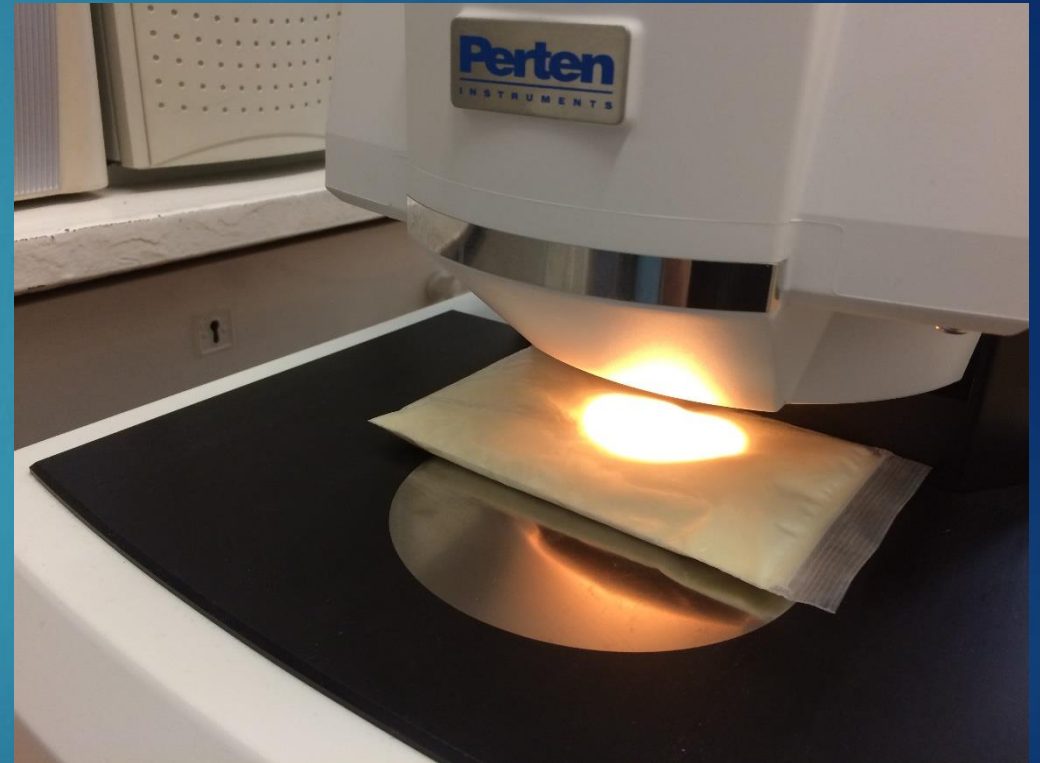
diszperziós spektrométer



Mérési elrendezés (csomagolásban)

15

diódasoros spektrométer



- ▶ Standard normál változó (SNV) és többszörös szóráskorrekció (MSC)
 - ▶ **egyedi spektrumok** normálása VAGY normálás egy populáció átlaga alapján (centrálás)
 - ▶ korrekció a spektrumok szórásával
- ▶ Simítással kombinált deriválás
 - ▶ **átlapolások**, finom különbségek **kiemelése** a deriválással
 - ▶ 2. derivált, simítás 1 pontos réssel, 5 pontos kapuval (D2g1s5)
- ▶ Főkomponens-elemzés (PCA)
 - ▶ **dimenziócsökkentés** a változékonyság feltárásával
 - ▶ súlyfüggvény (*loading*): eredeti változók (hullámhosszok) jelentősége
 - ▶ *score plot*: trendek, **csoportosulások** észlelhetők
- ▶ Részleges legkisebb négyzetek módszerén alapuló regresszió (PLSR)
 - ▶ **Mennyiségi** kalibrációk
 - ▶ Látens változókkal (*Faktor*) **kapcsolat** a spektroszkópiai mátrix és a referencia adat között
 - ▶ Minősítés **teljesítménymutatókkal**: hiba (RMSE) és determinációs együttható (R^2)

Modellrendszer I.

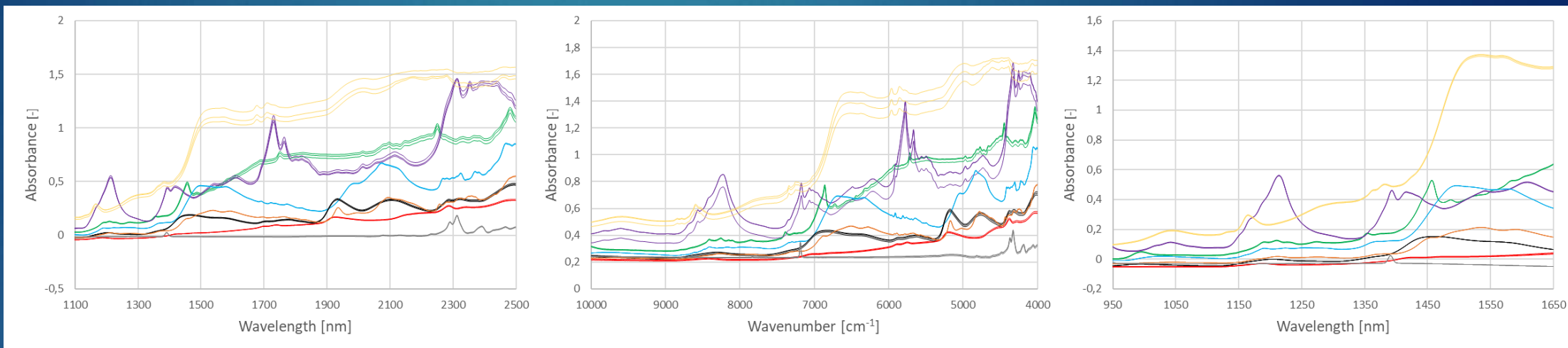
Alapspektrumok

aszorbinsav
carbopol
cetil-sztearil alkohol
citromsav

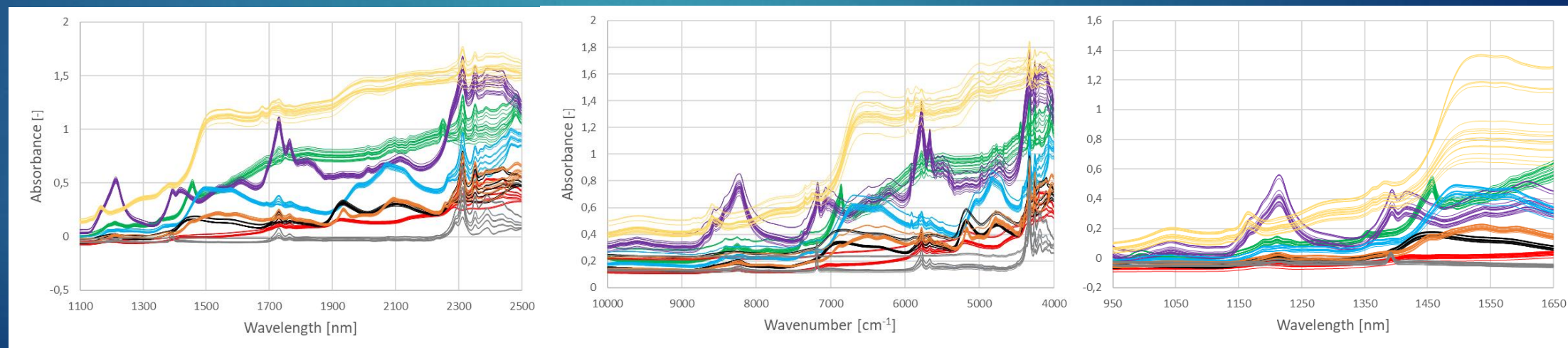
glükóz
keményítő
laktóz
talkum

17

Mintatartóban



Fóliákon át



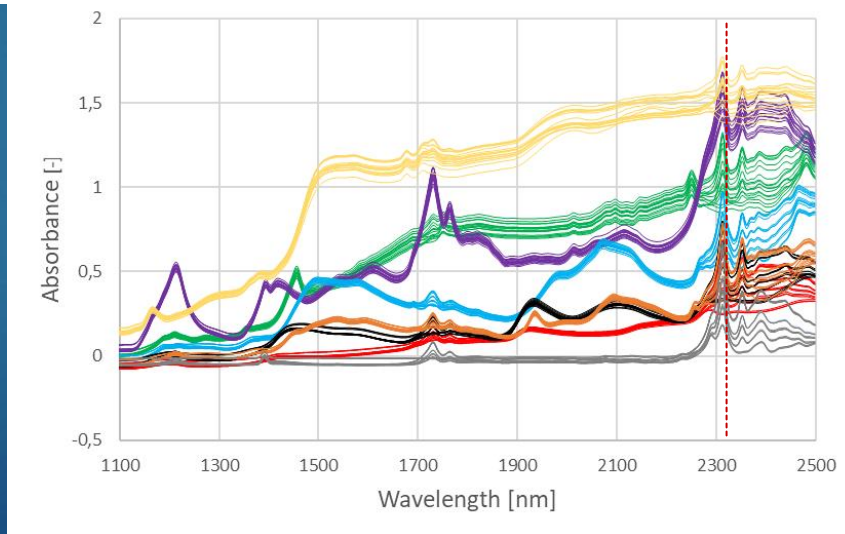
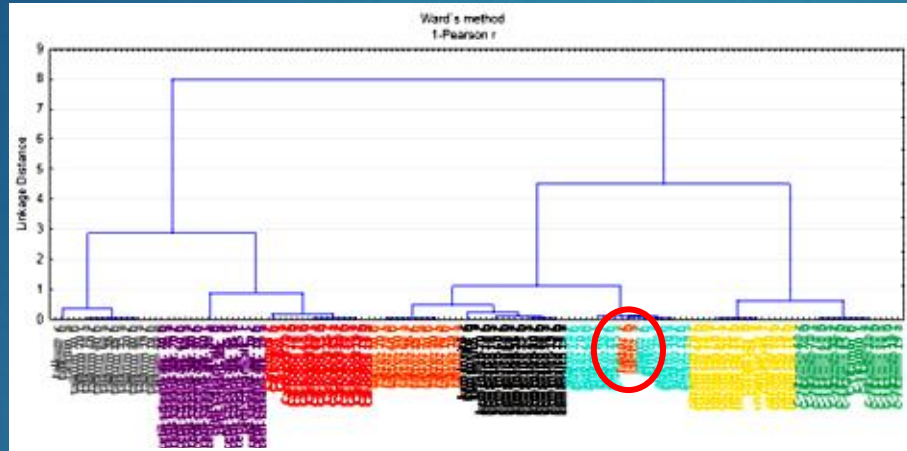
DS

FT

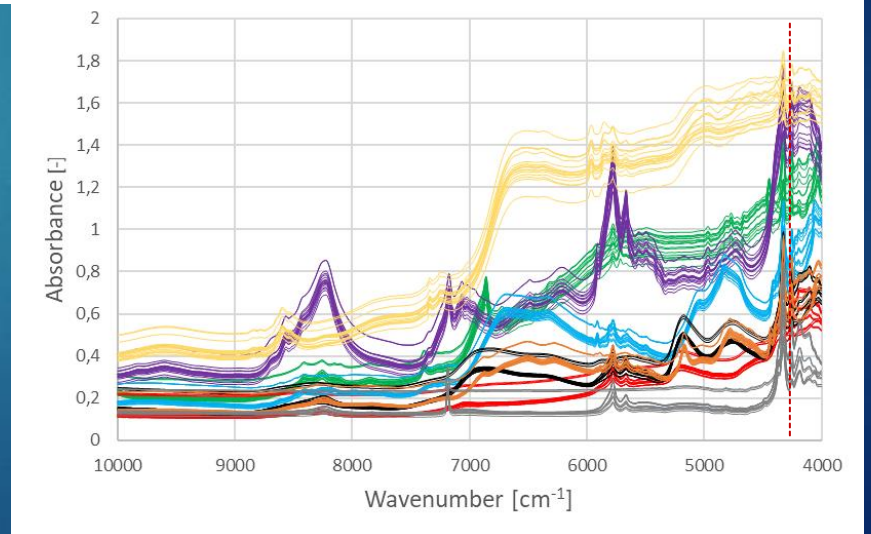
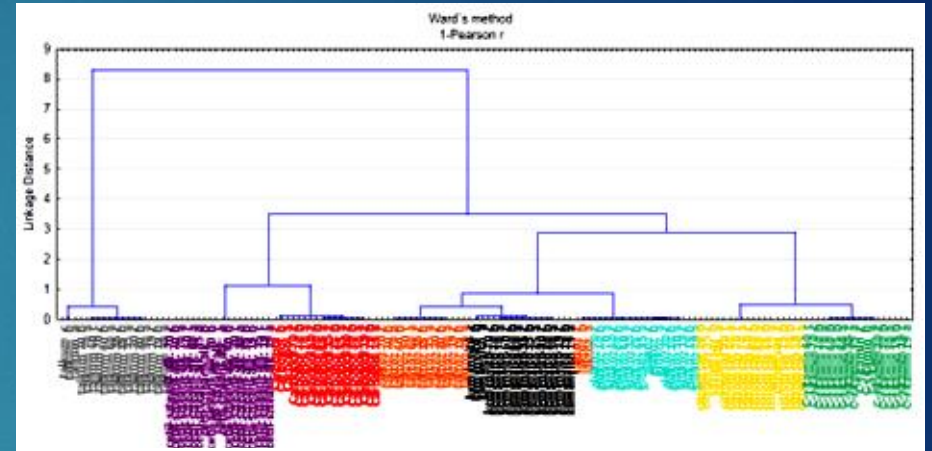
DA

CA – DS & FT, „as is”

- Minták:**
aszorbinsav
carbopol
cetil-szt. alk.
citromsav
glükóz
keményítő
laktóz
talkum



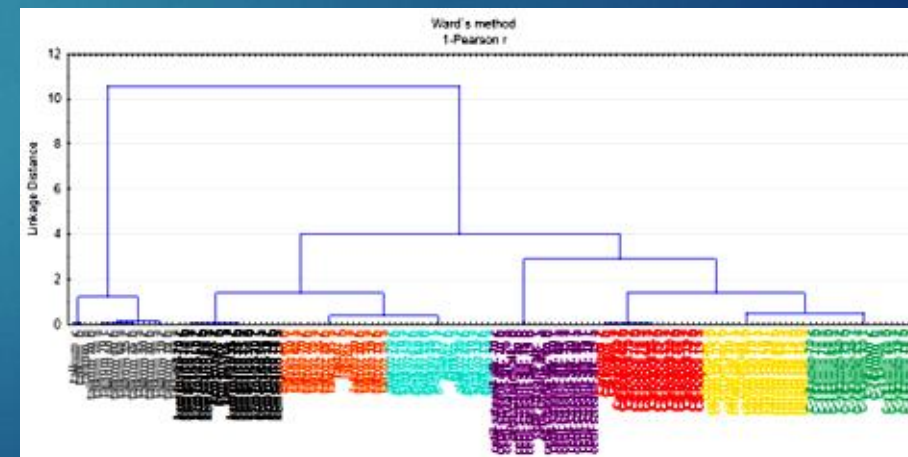
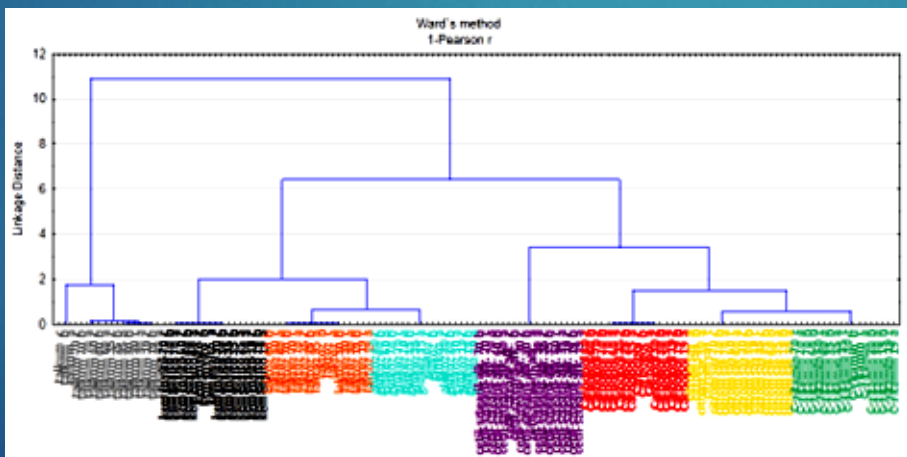
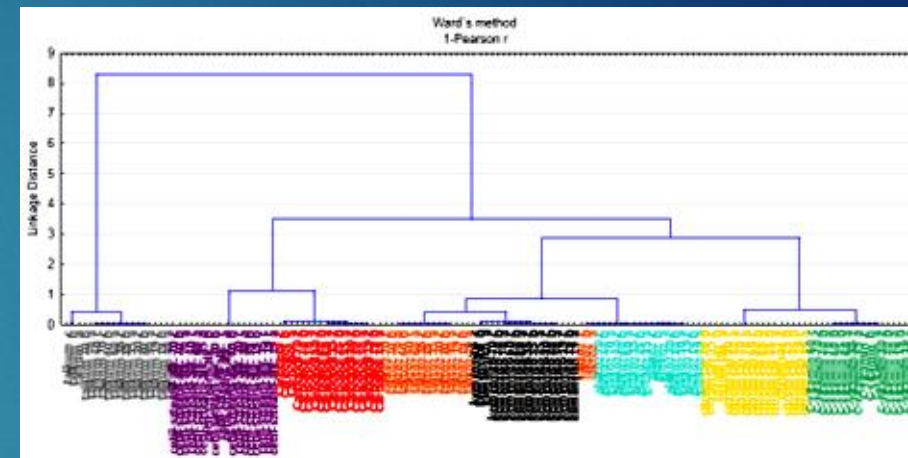
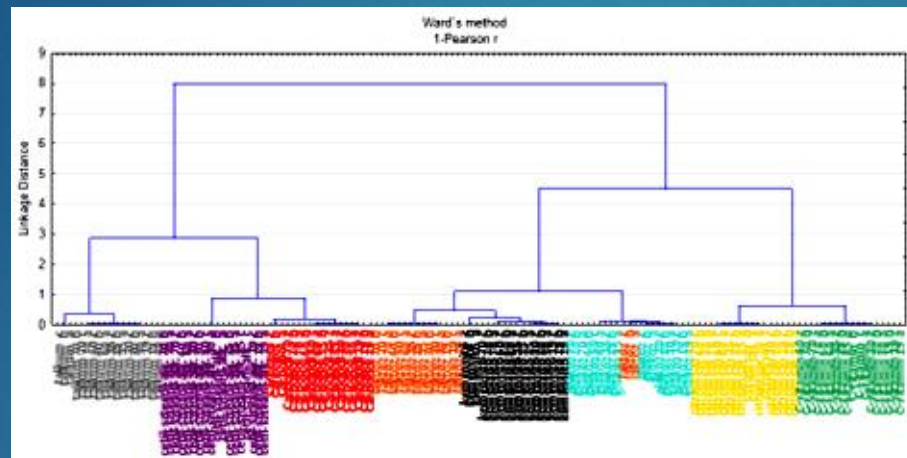
DS



FT

CA – DS & FT, as is, „-PE (2270-2500 nm)”

Minták:
aszorbinsav
carbopol
cetil-szt. alk.
citromsav
glükóz
keményítő
laktóz
talkum

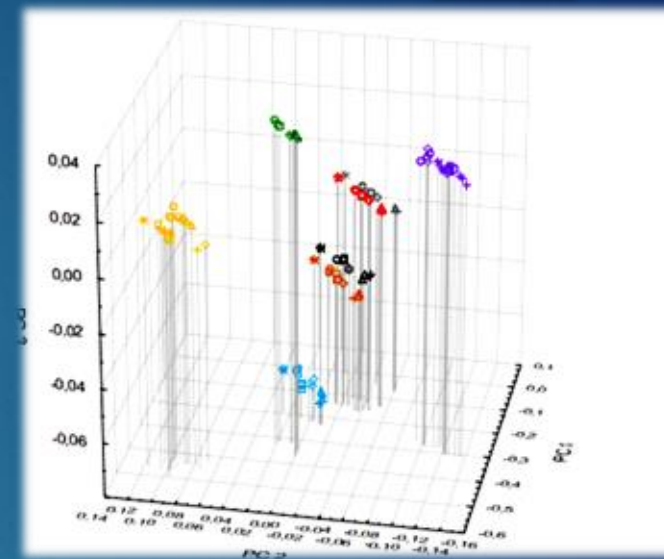
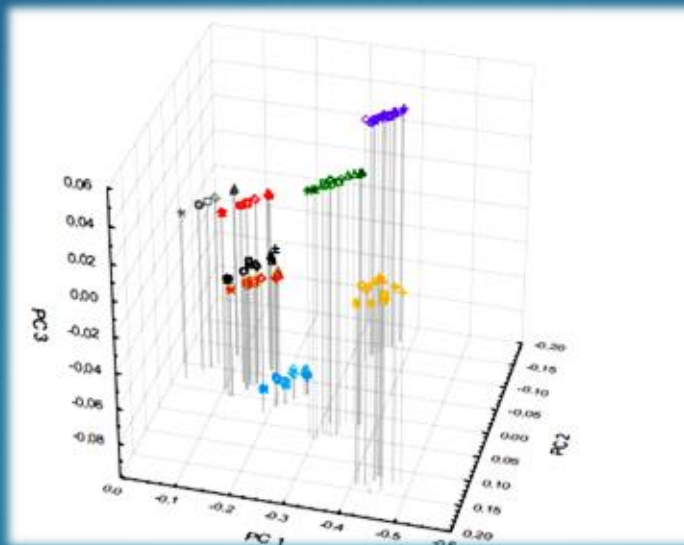


DS

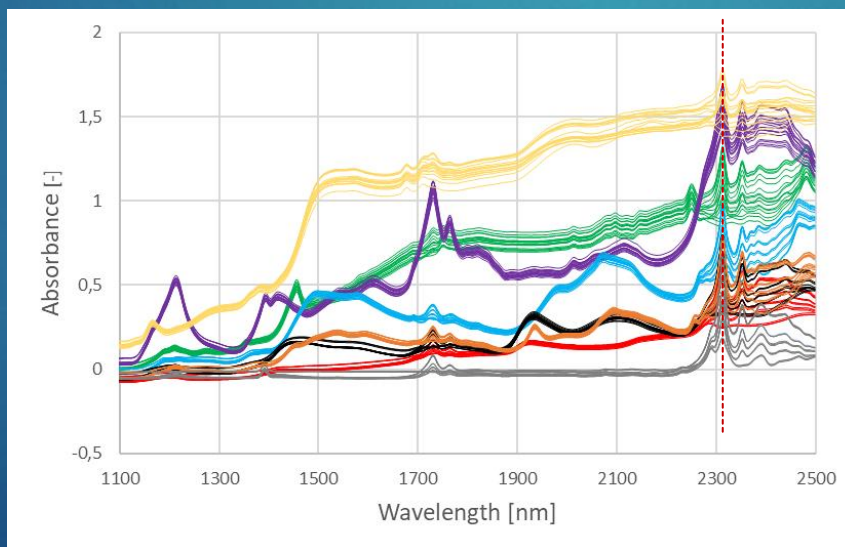
FT

PCA – DS & FT, „as is”

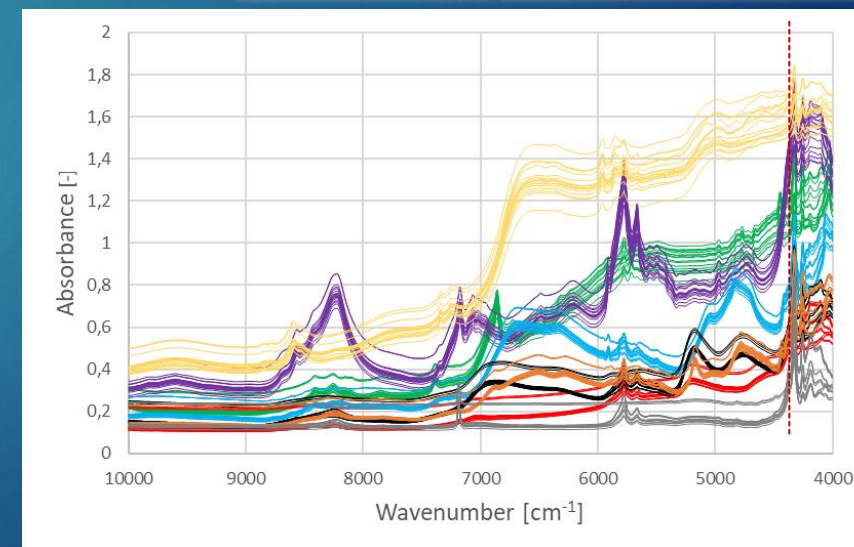
20



Minták:
aszorbinsav
carbopol
cetil-szt. alk.
citromsav
glükóz
keményítő
laktóz
talkum



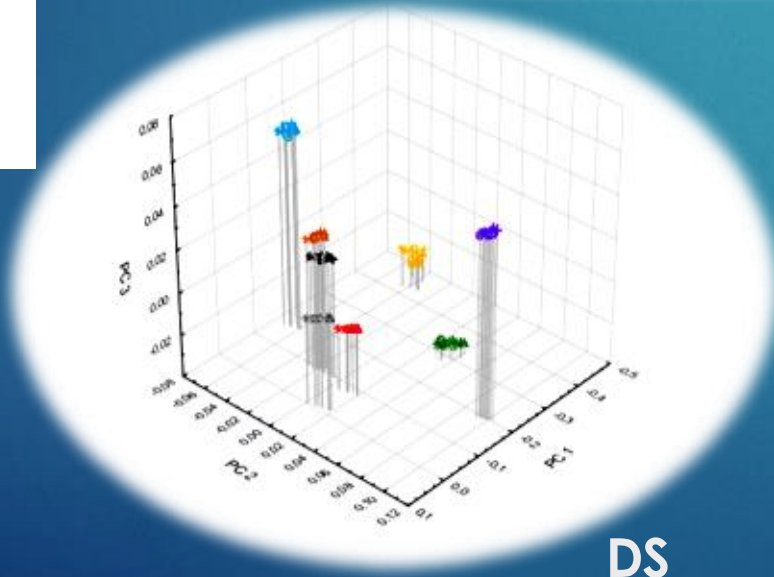
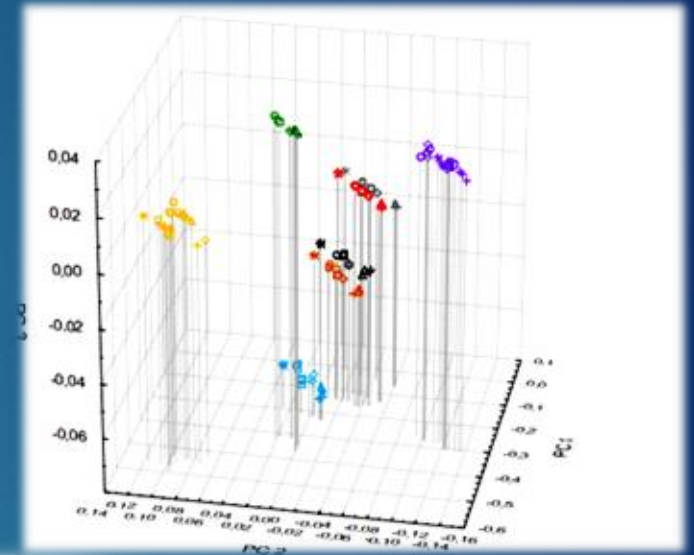
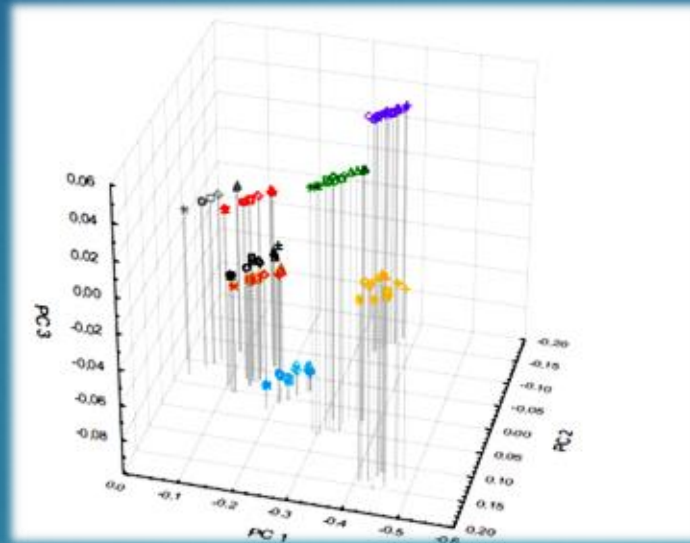
DS



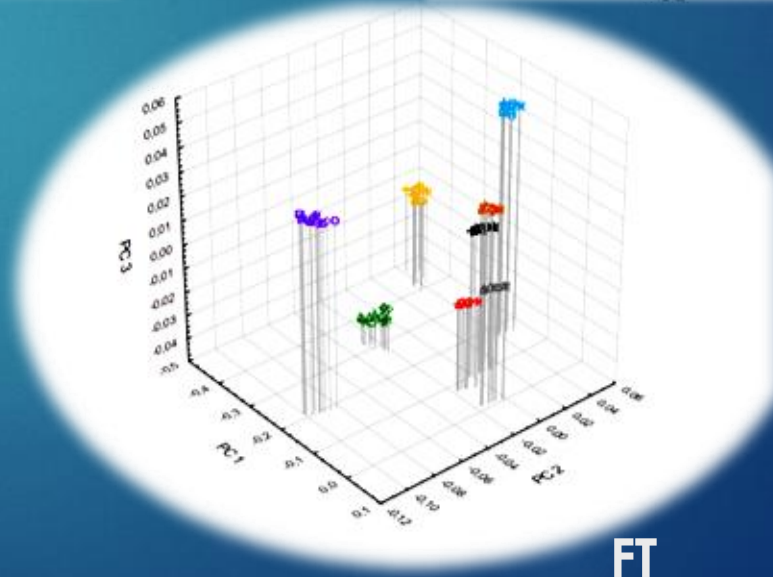
FT

PCA – DS & FT, as is, „-PE (2270-2500 nm)”

- Minták:**
aszorbinsav
carbopol
cetil-szt. alk.
citromsav
glükóz
keményítő
laktóz
talkum



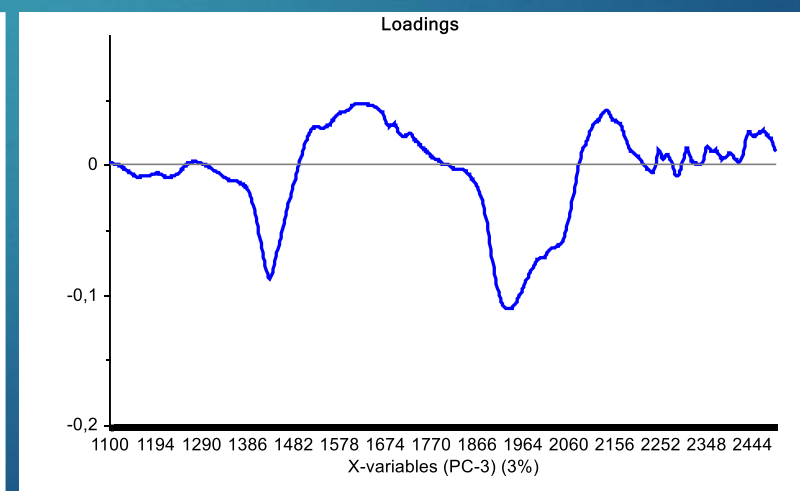
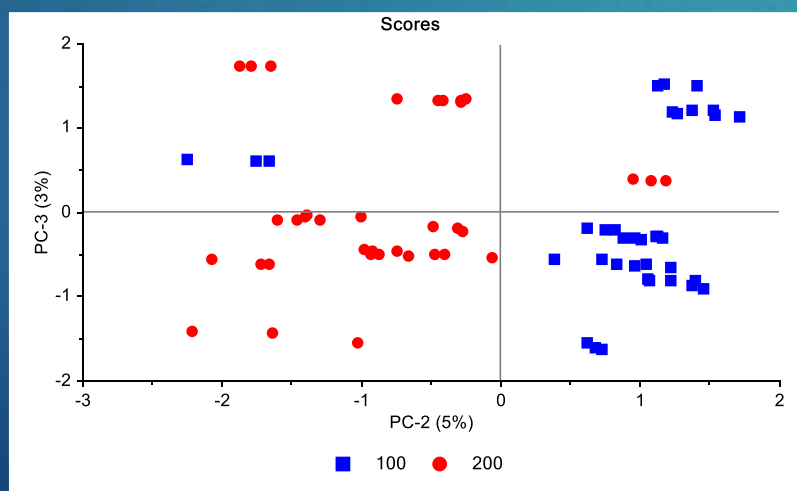
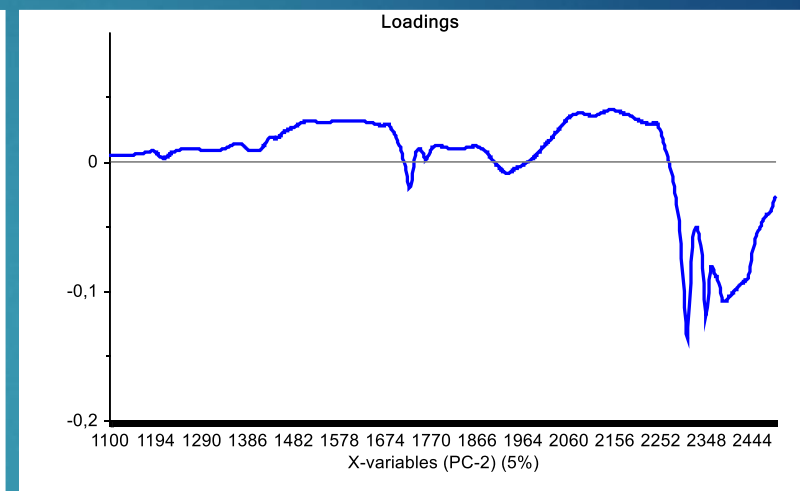
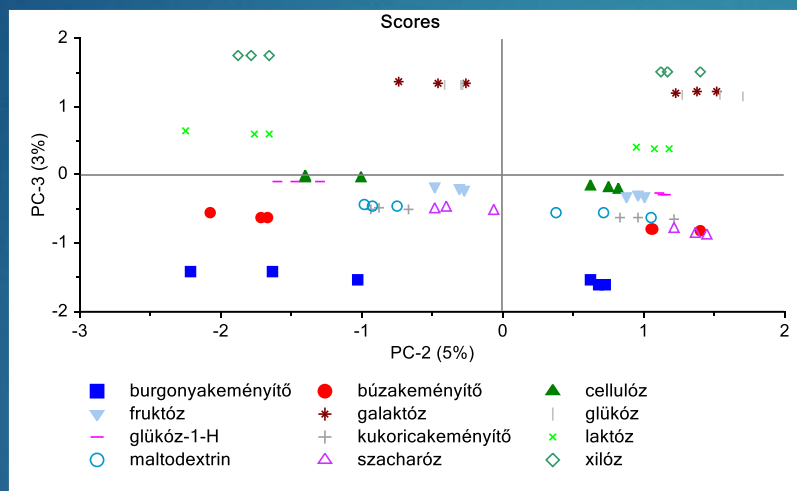
DS



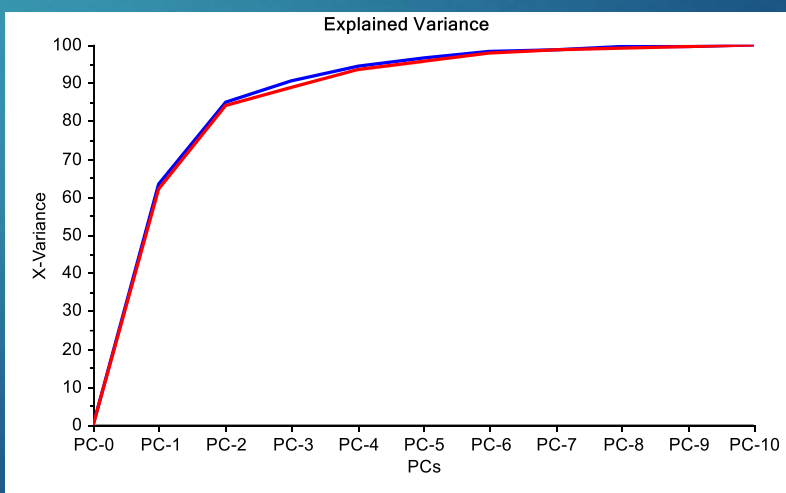
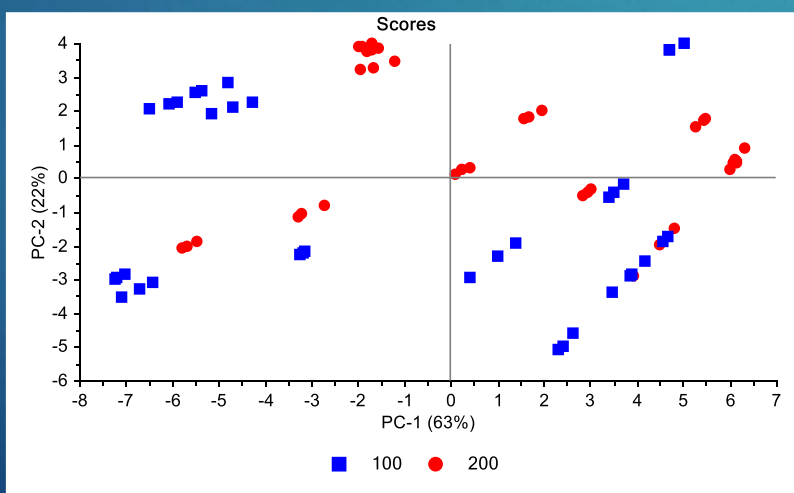
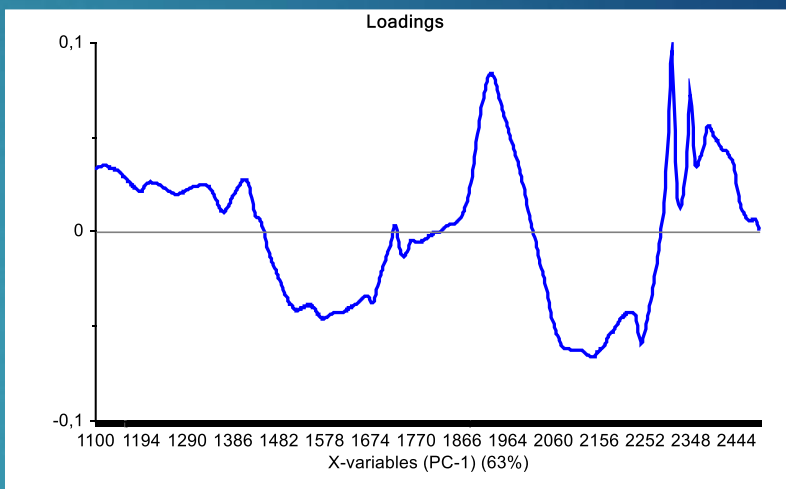
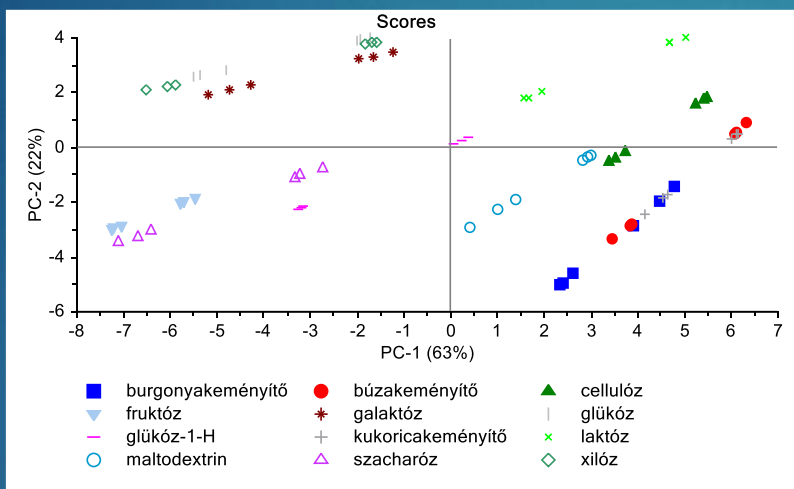
FT

Modellrendszer II. – szénhidrátok – PCA kimenetek (DS, fólián át, „as is”)

22

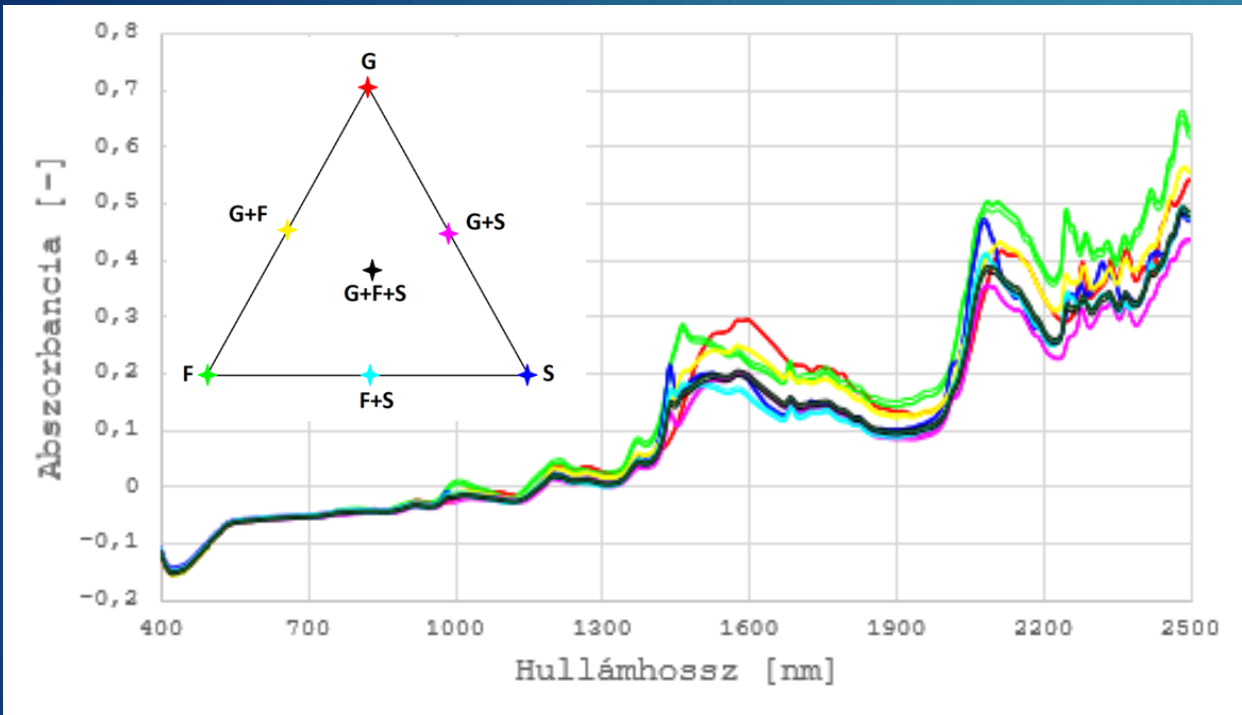


Modellrendszer II. – szénhidrátok – PCA kimenetek (DS, fólián át, SNV)

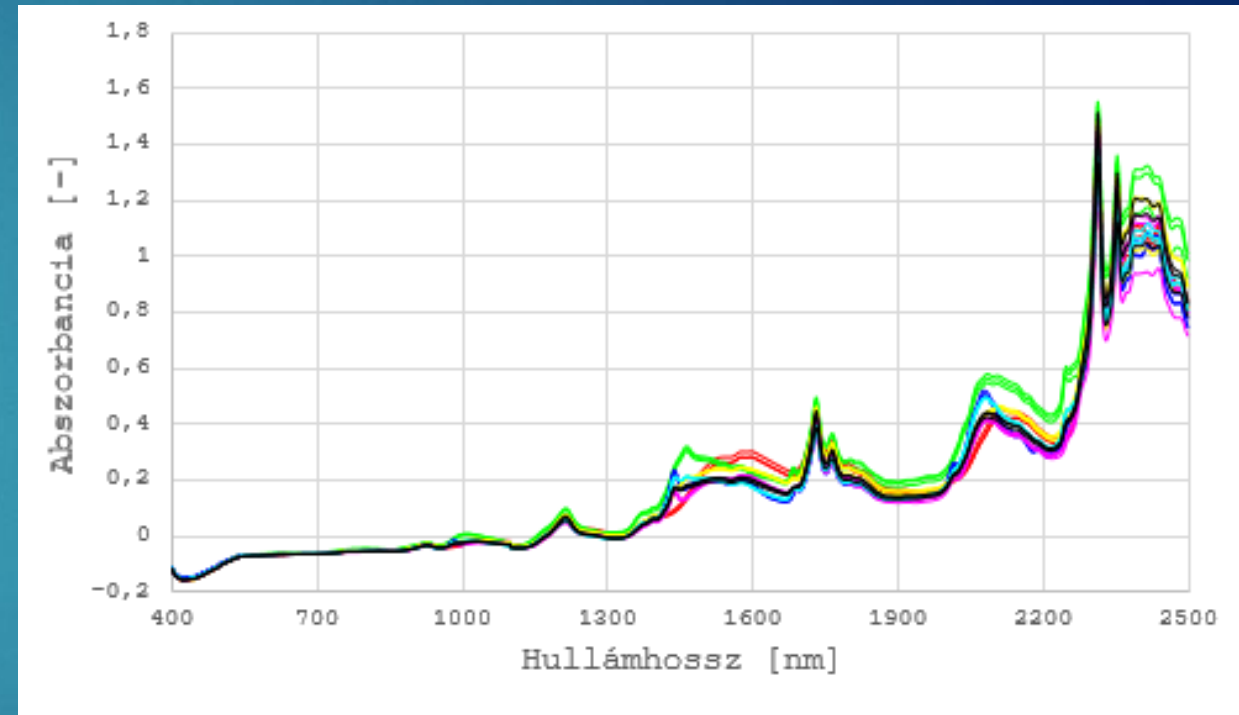


Szénhidrátkeverékek (őrölt minták) „as is”

24



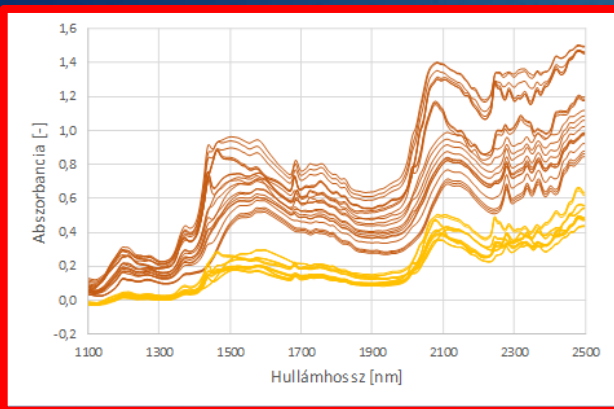
400-2498 nm
mintatartóban



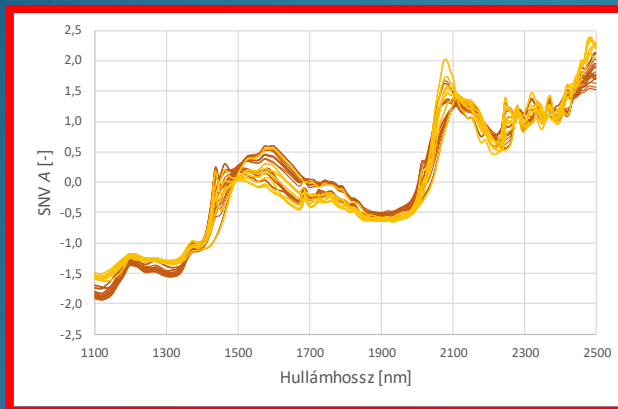
400-2498 nm
200 µm-es PE fólián keresztül

DS és DA spektrumok összehasonlítása, spektrumkezelés (fólia nélkül)

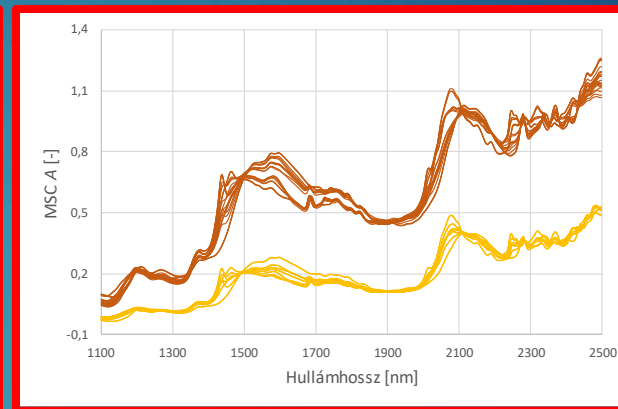
25



kezeletlen spektrumok



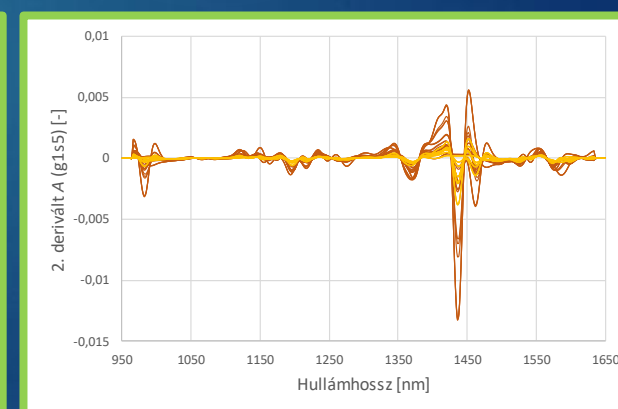
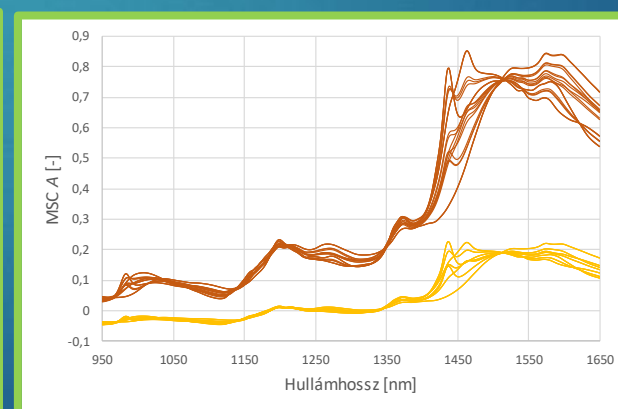
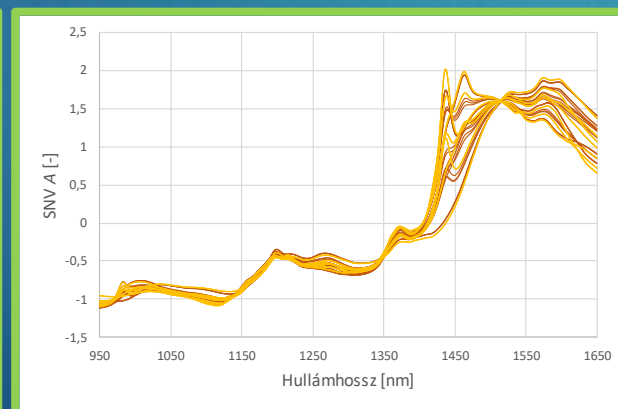
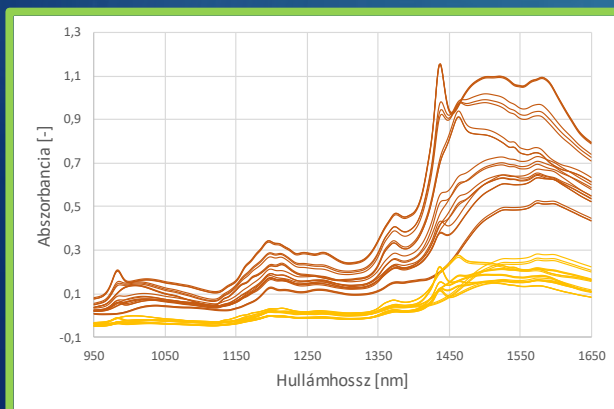
SNV korrekció



MSC korrekció



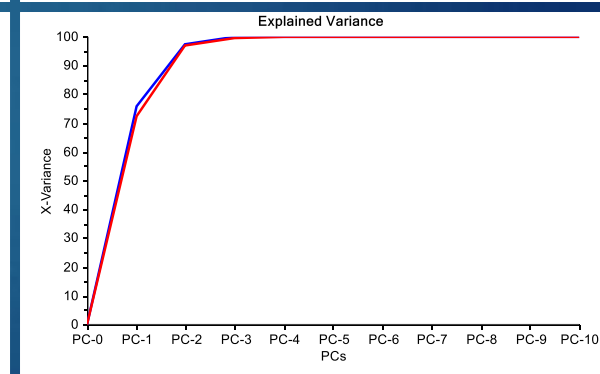
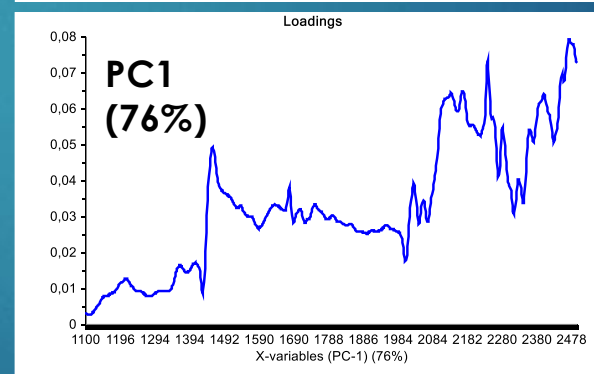
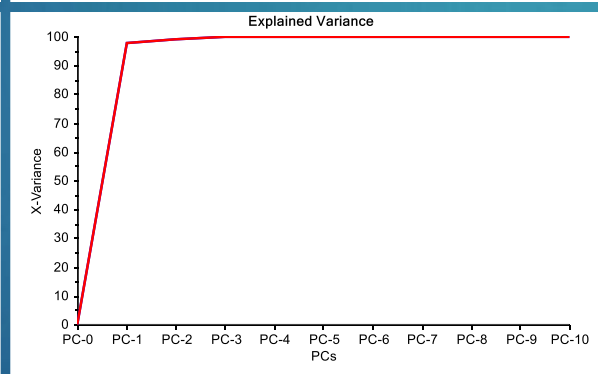
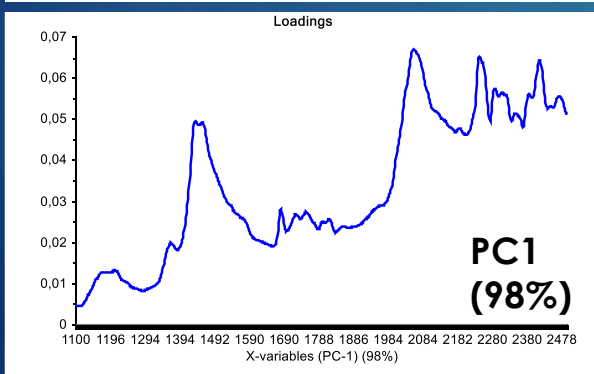
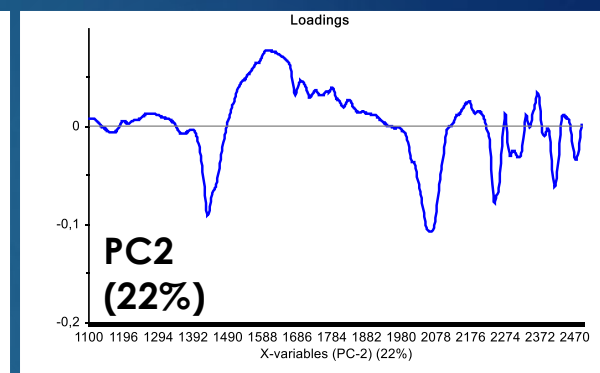
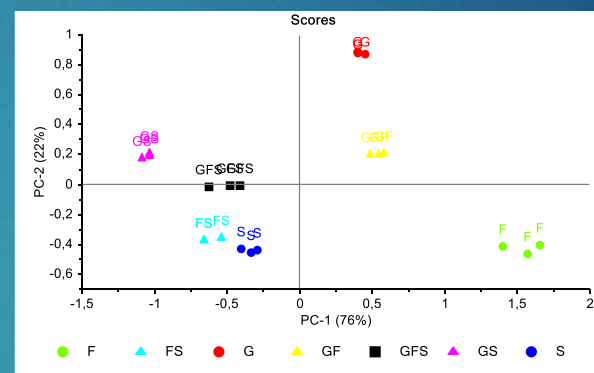
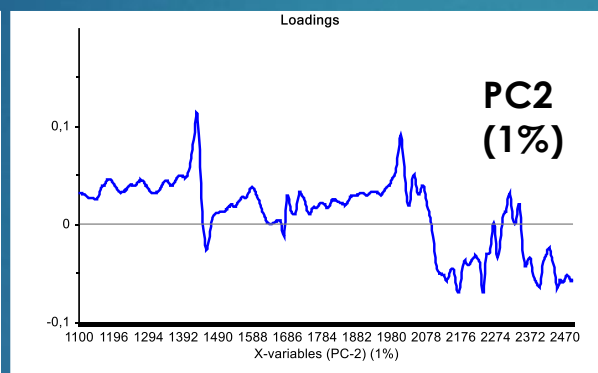
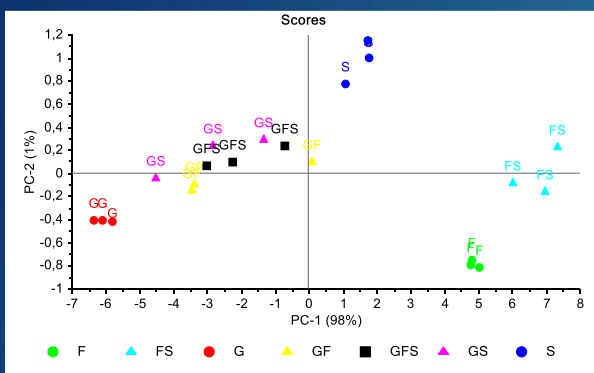
D2g1s5



PCA (DS) – kezeletlen spektrumok (fólia nélkül)

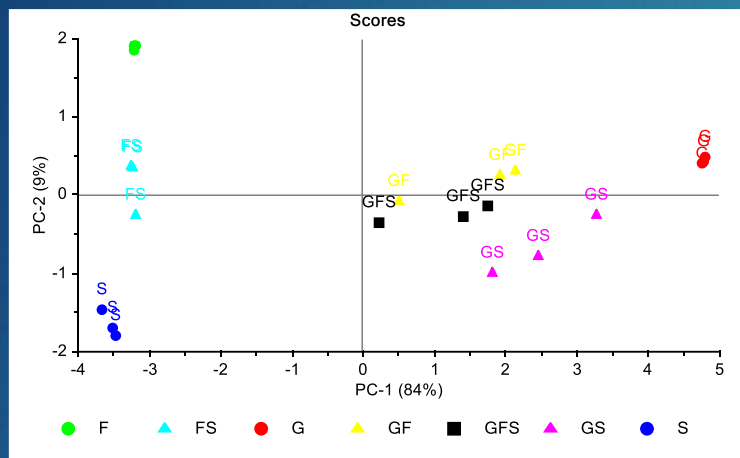
Szemcsés minták kimeneti eredményei NIR tartományban vizsgálva

Őrölt minták kimeneti eredményei NIR tartományban vizsgálva

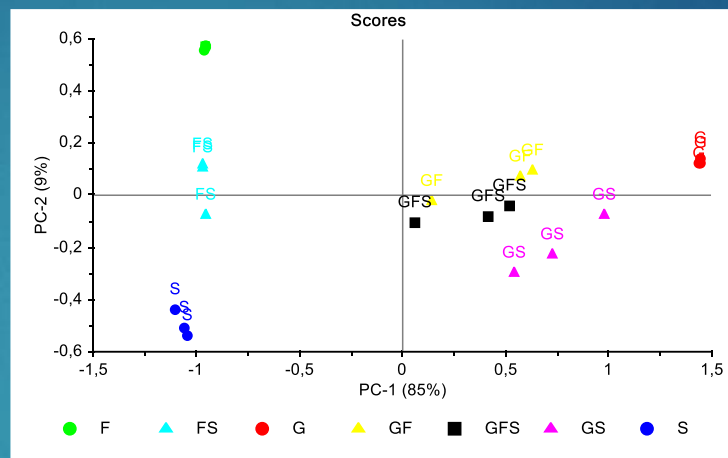


PCA – előkezelt DS spektrumok score értékei (fólia nélkül)

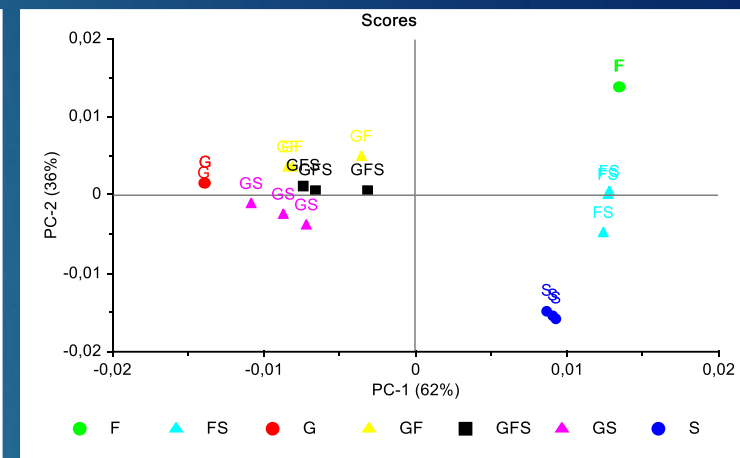
szemcsés minták



SNV

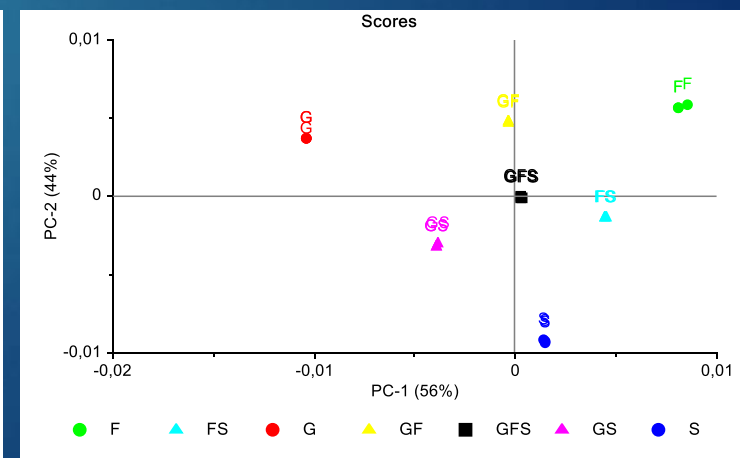
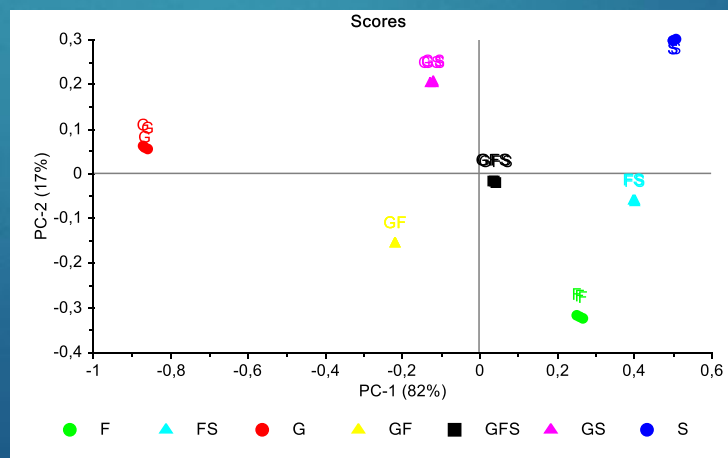
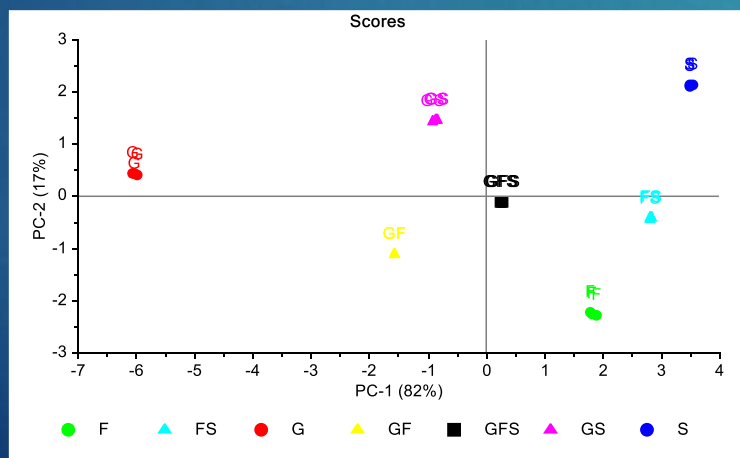


MSC

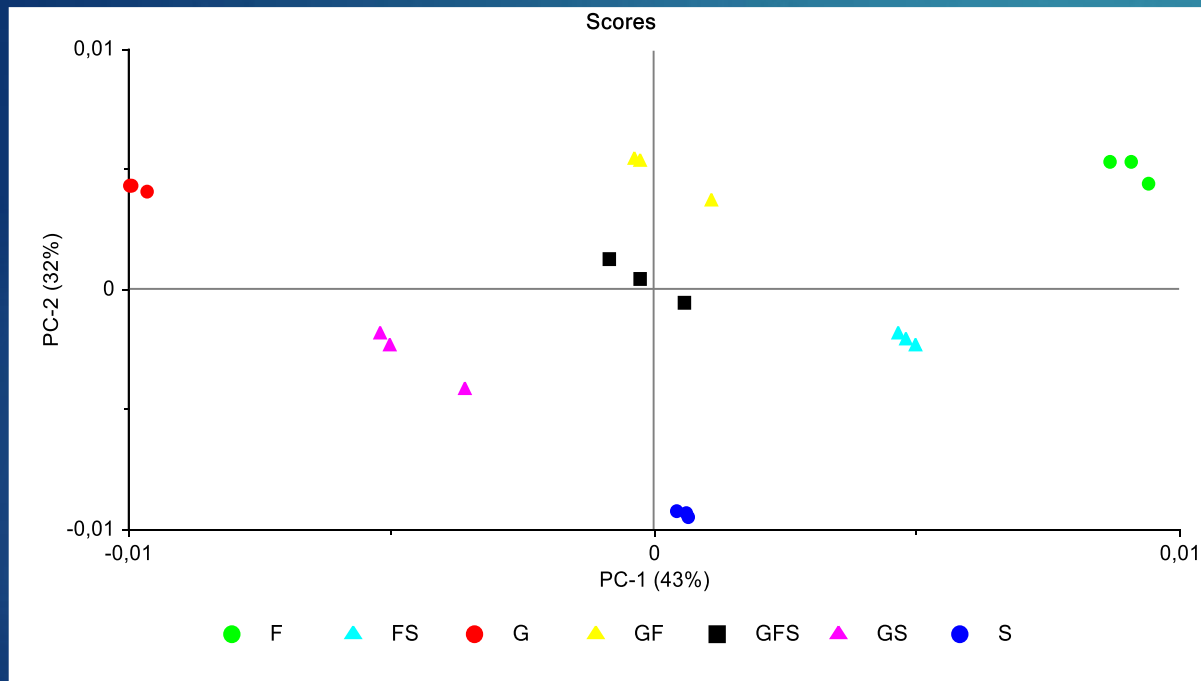


D2g1s5

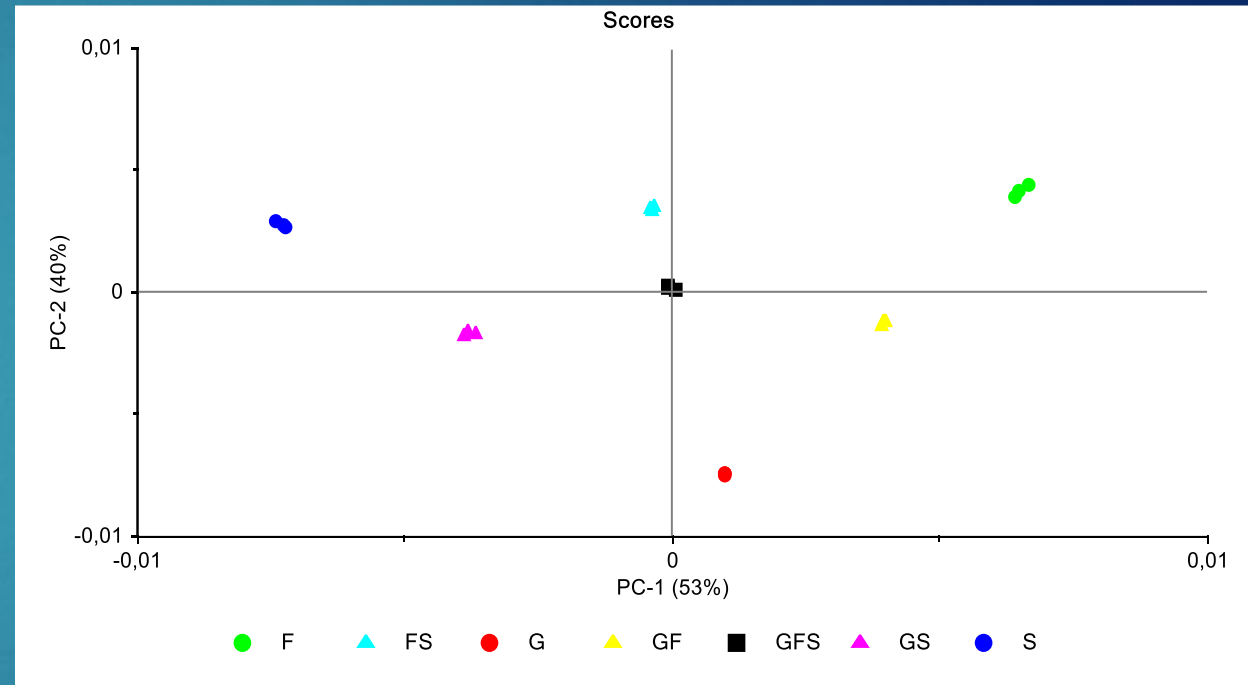
őrölt minták



PCA – változószelekció, örölt minták (DS, második derivált spektrumok – fólián át)



Fólián keresztüli mérések,
1100-2500 nm



Fólián keresztüli mérések,
1100-2270 nm

Lisztkeverék modellrendszer

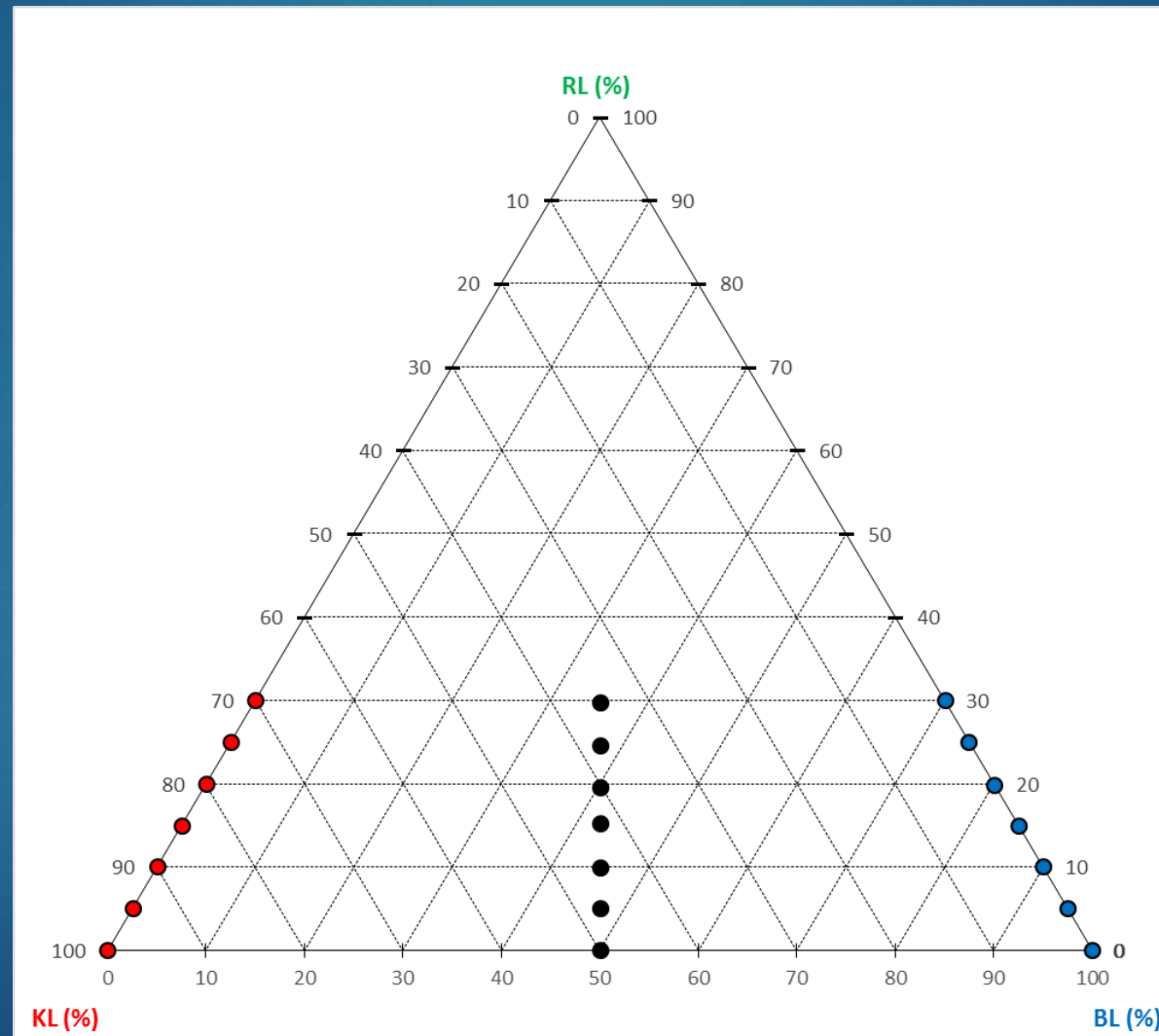
29

alapanyagok:

RL – rovarliszt

BL – búzaliszt

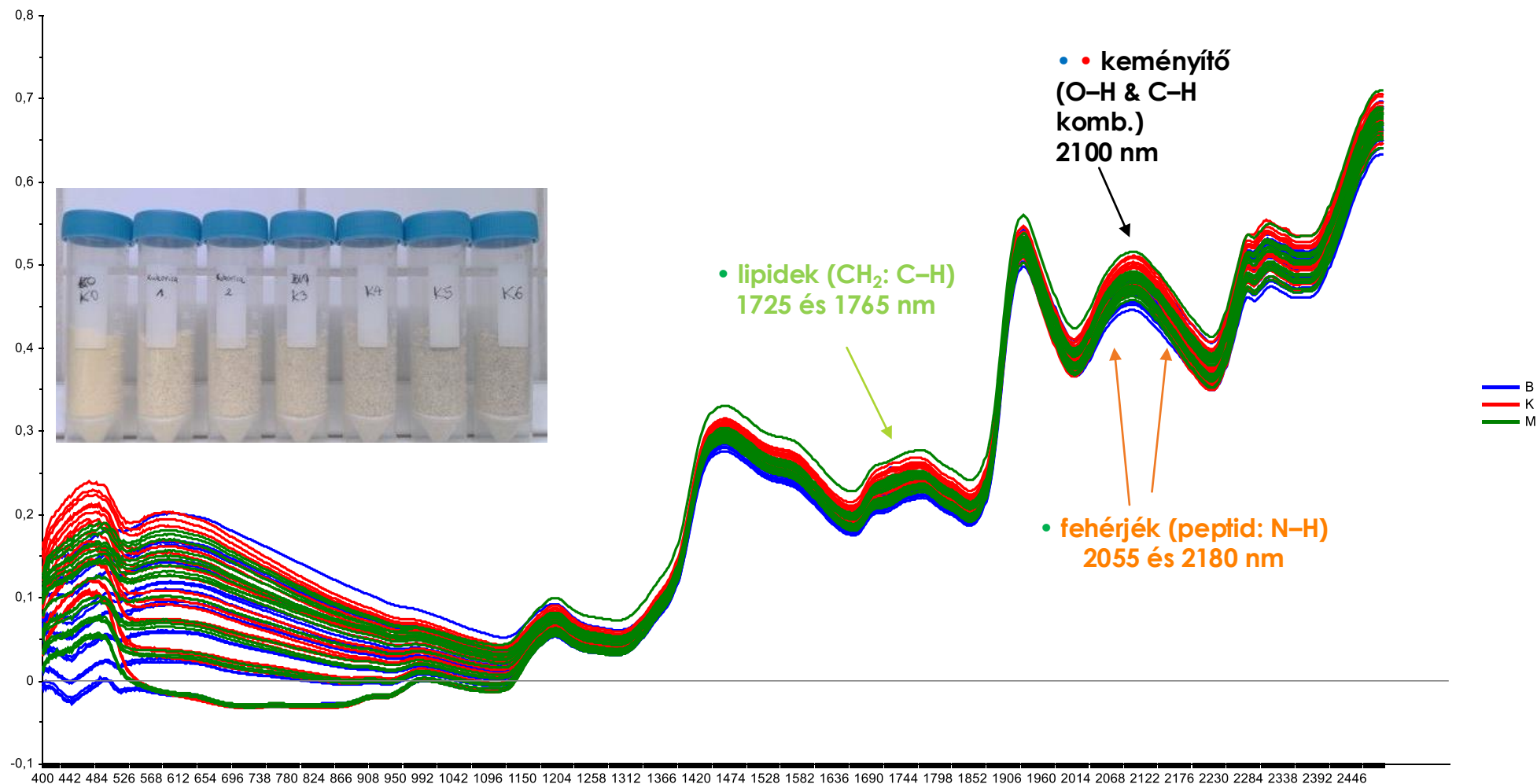
KL – kukoricaliszt



0-30@5% RL
keverési sorok,
ahol a mátrix:
csak BL – B sorozat
csak KL – K sorozat
BL : KL = 1 : 1 –
M (mix) sorozat

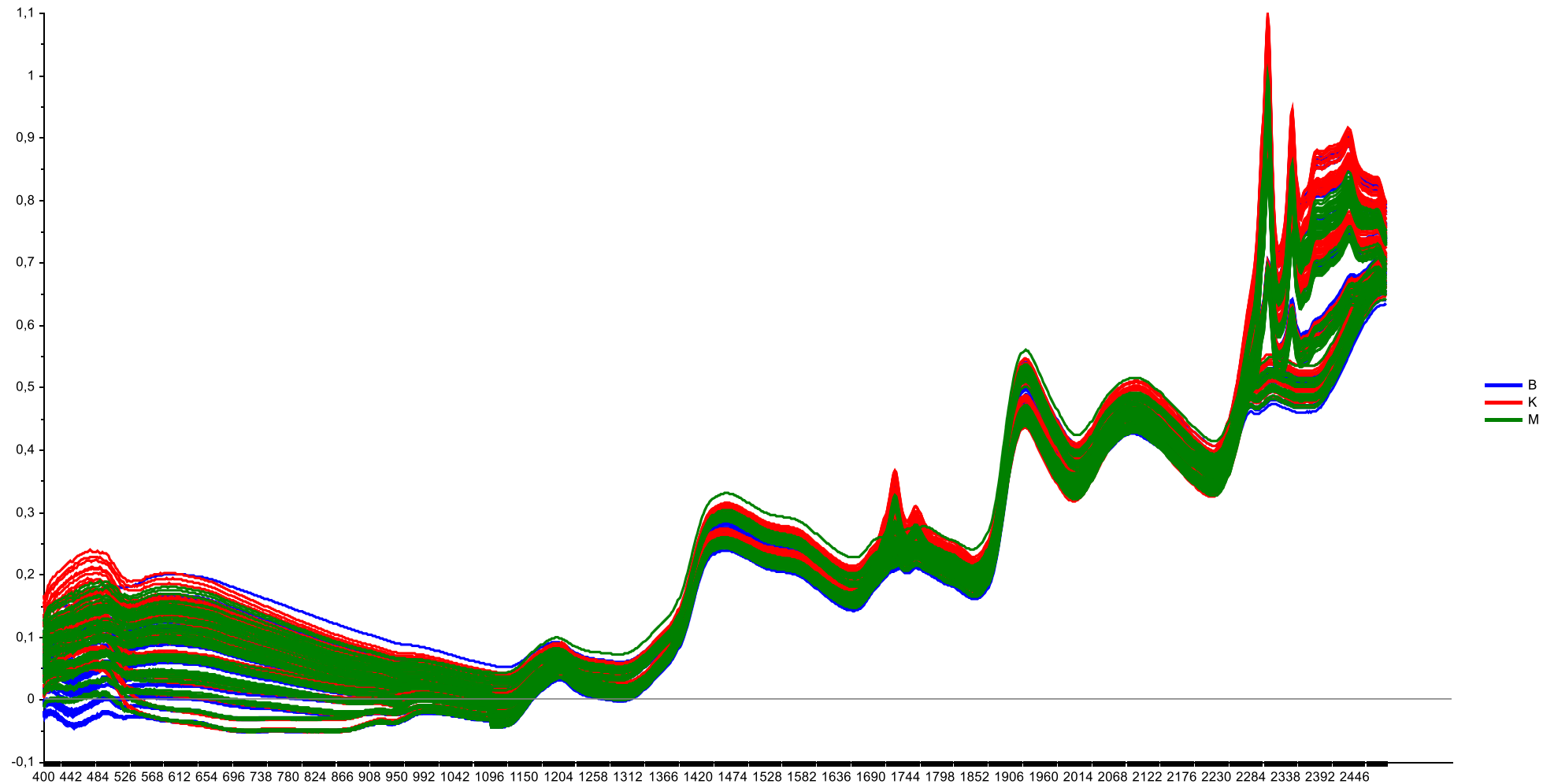
Diszperziós spektrumok (fólia nélkül)

30

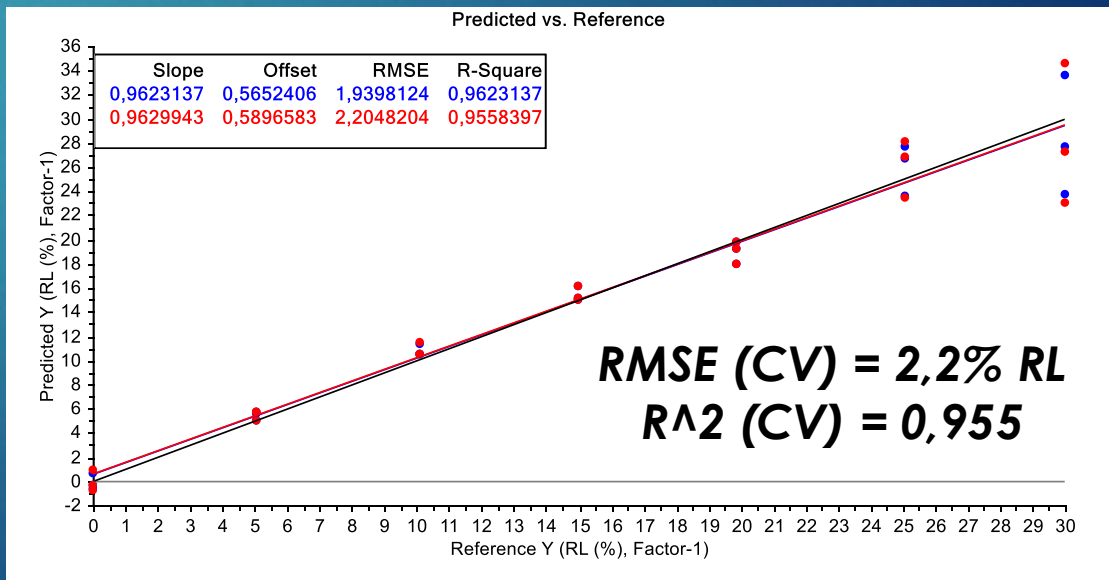
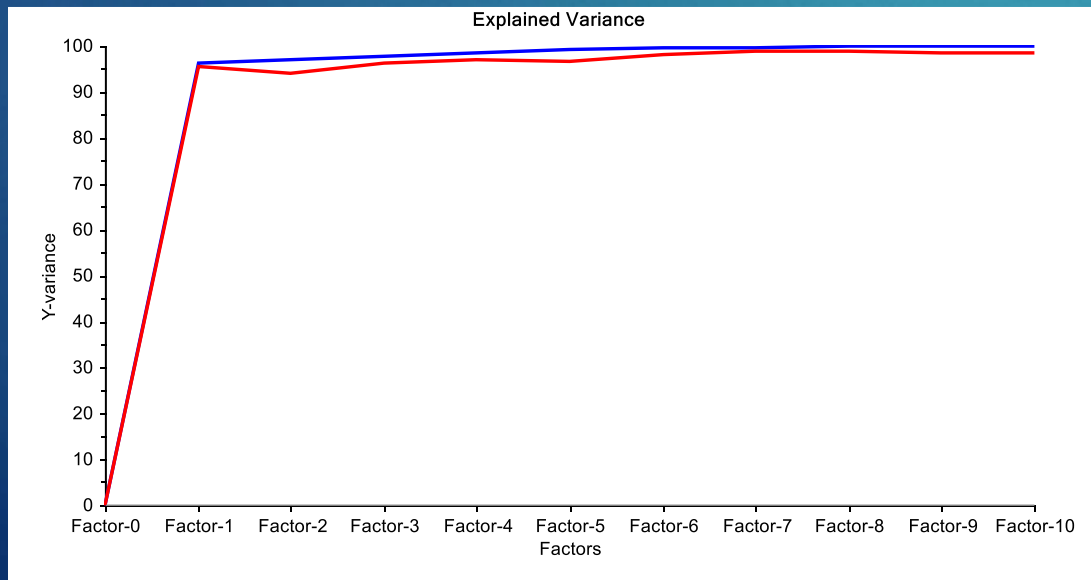
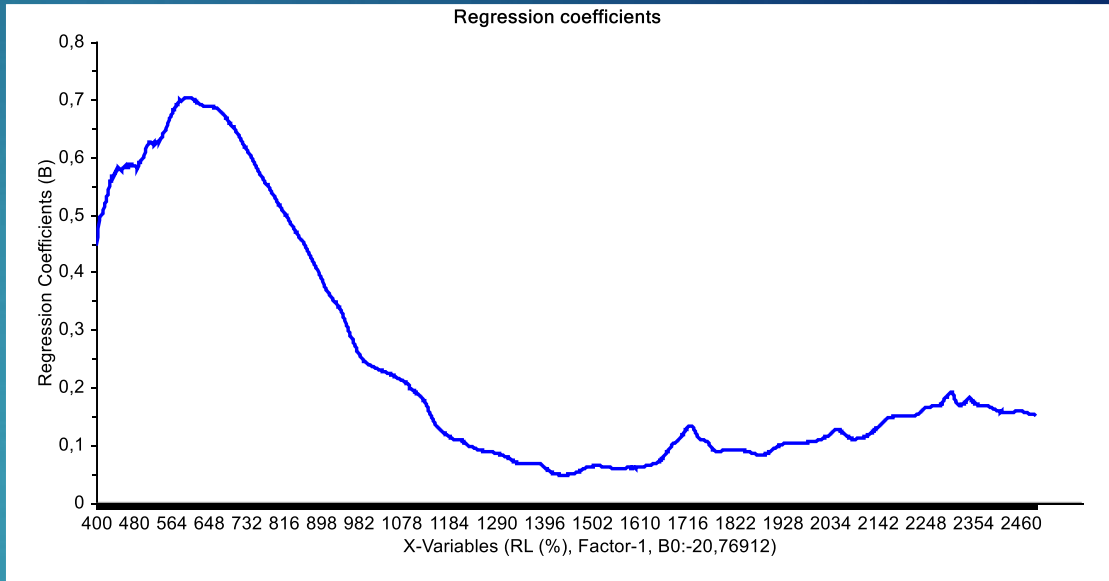
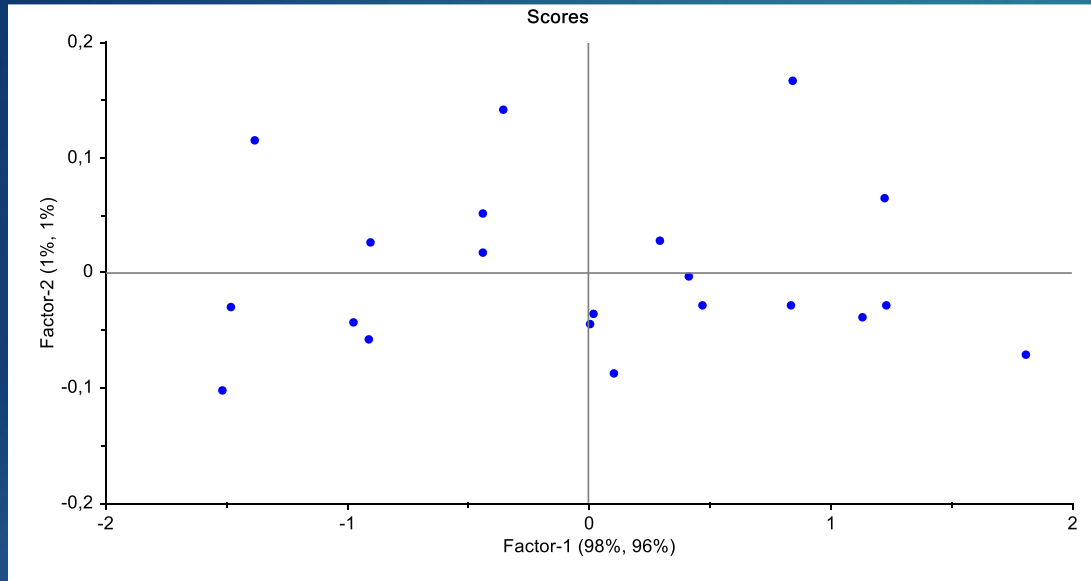


Diszperziós spektrumok (fólián át)

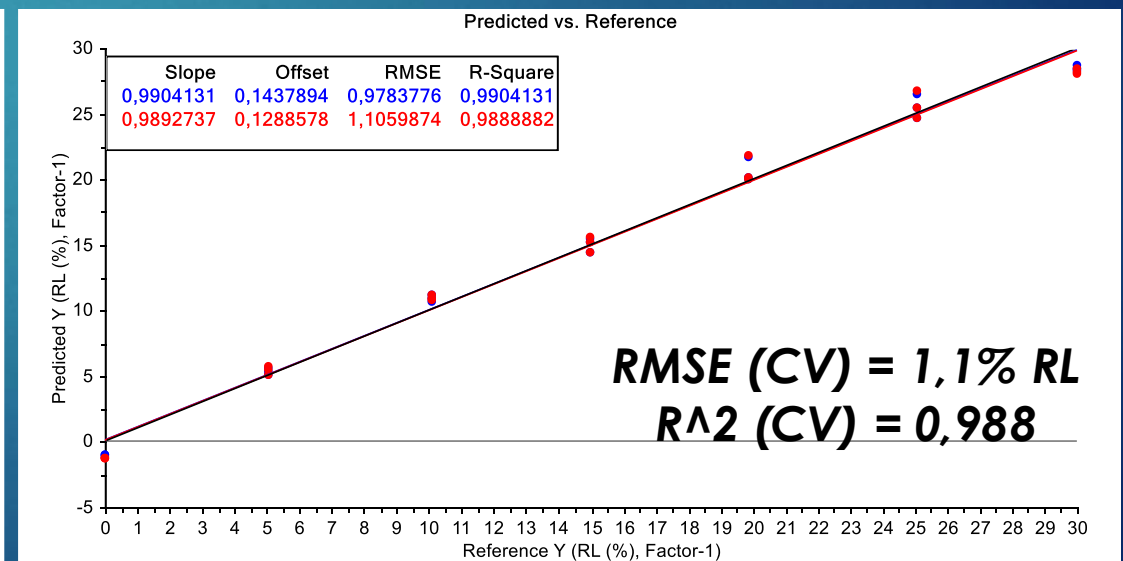
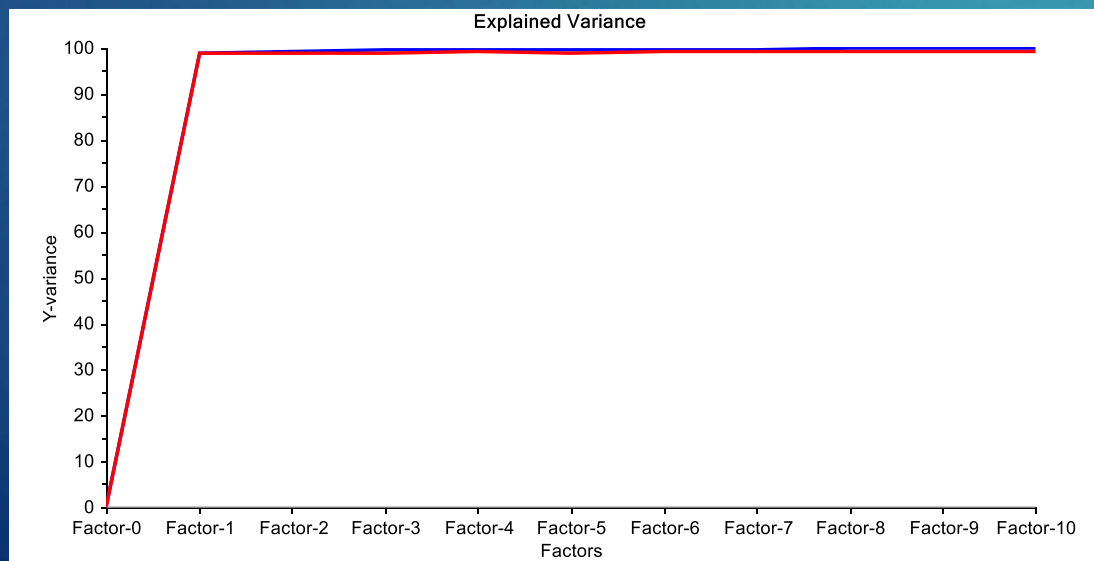
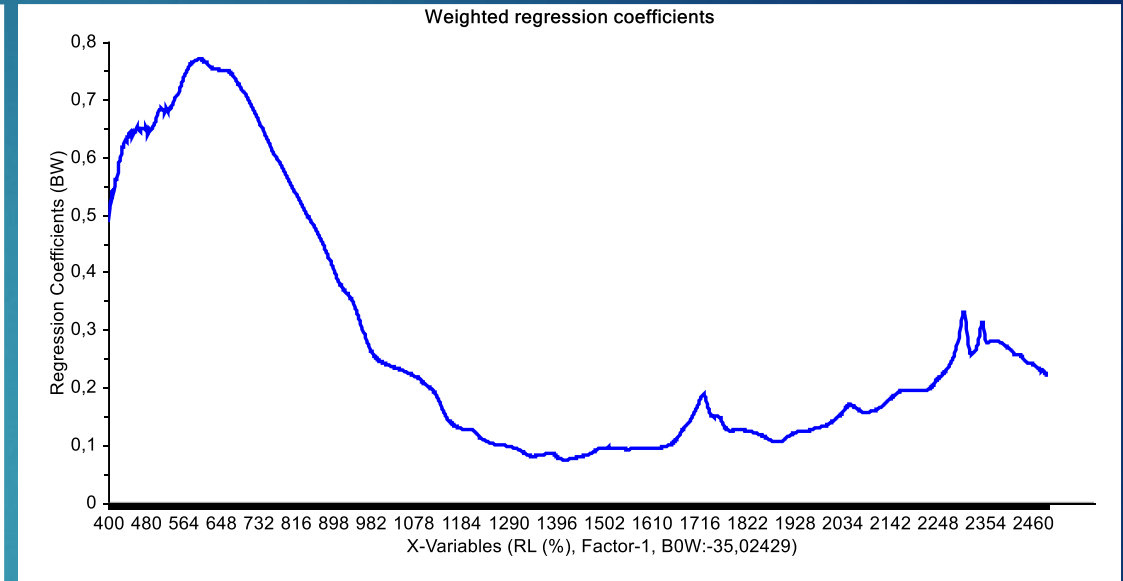
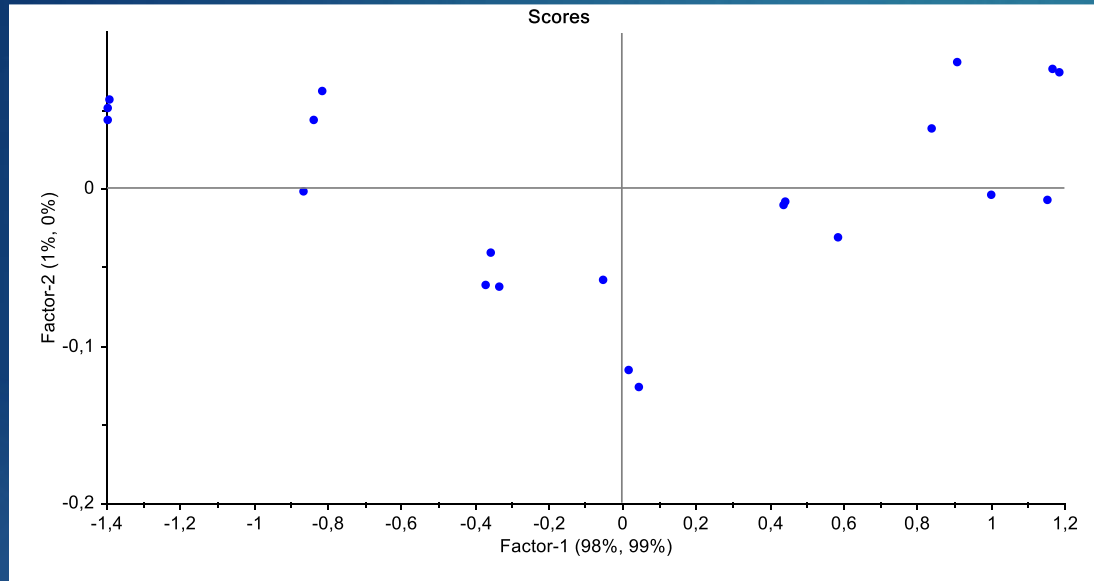
31



PLS regresszió eredményei – DS, BL, fólia nélkül, as is

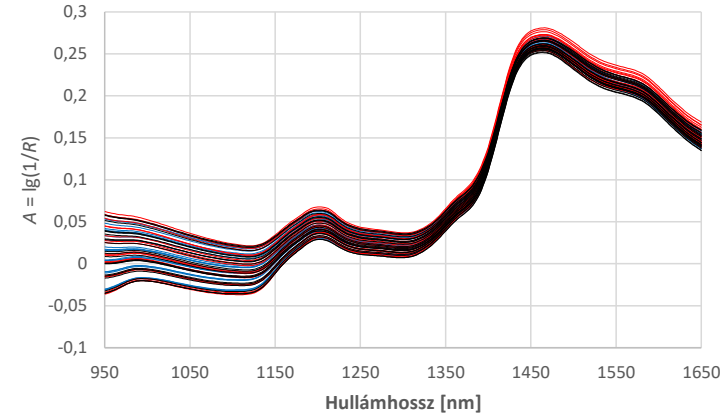
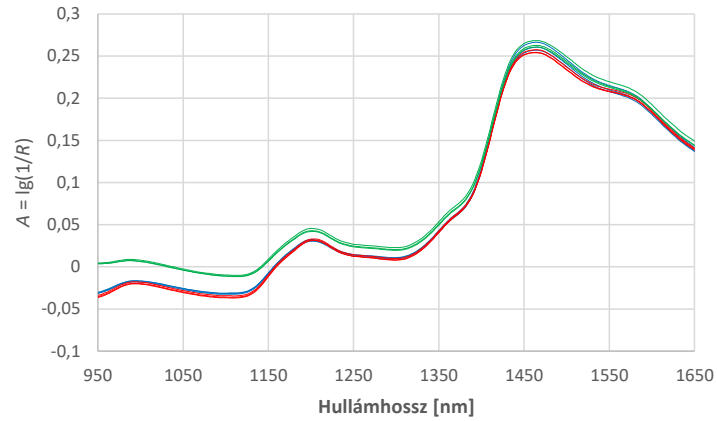


PLS regresszió eredményei – DS, BL, 100 μm (as is)

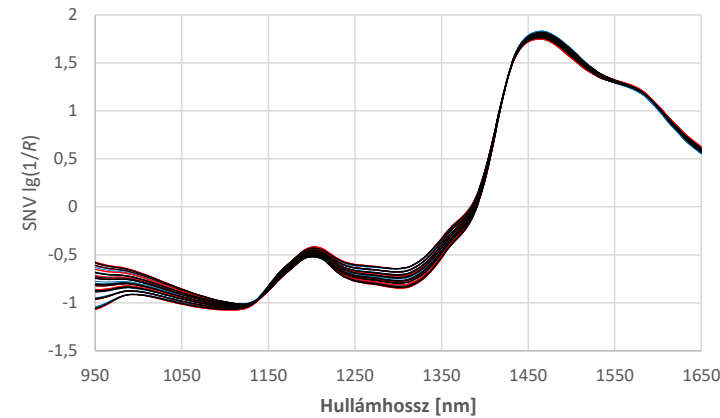
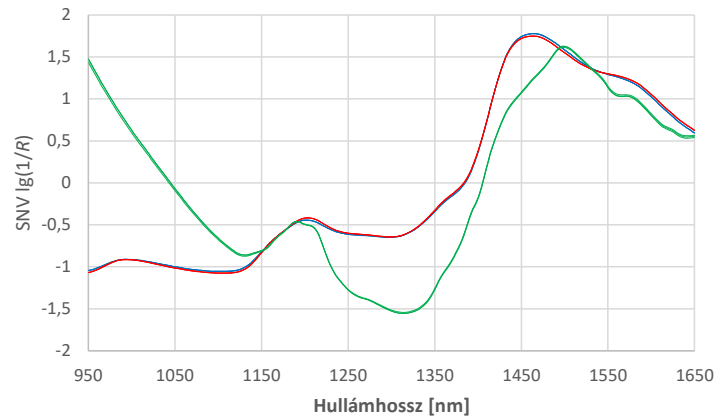


DA spektrumok

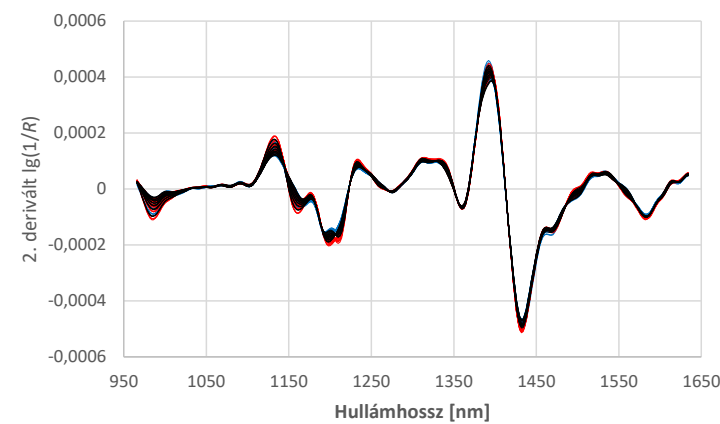
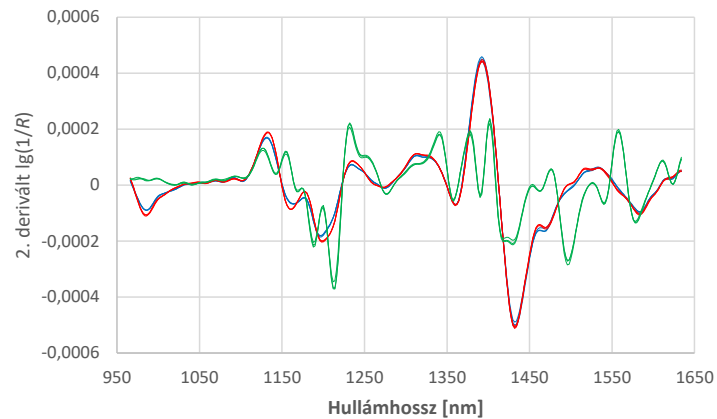
$A = \lg(1/R)$



$SNV \lg(1/R)$



2. derivált $\lg(1/R)$



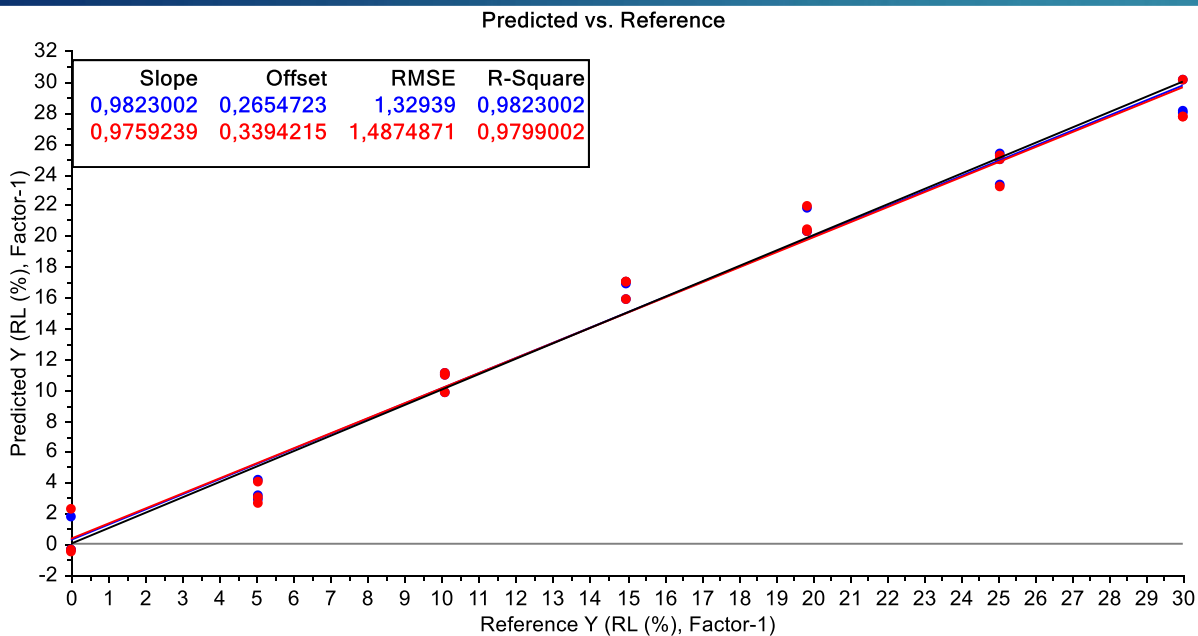
34

0-30@5% RL
keverési sorok,
ahol a mátrix:
csak BL – B sorozat
csak KL – K sorozat
BL : KL = 1 : 1 –
M (mix) sorozat



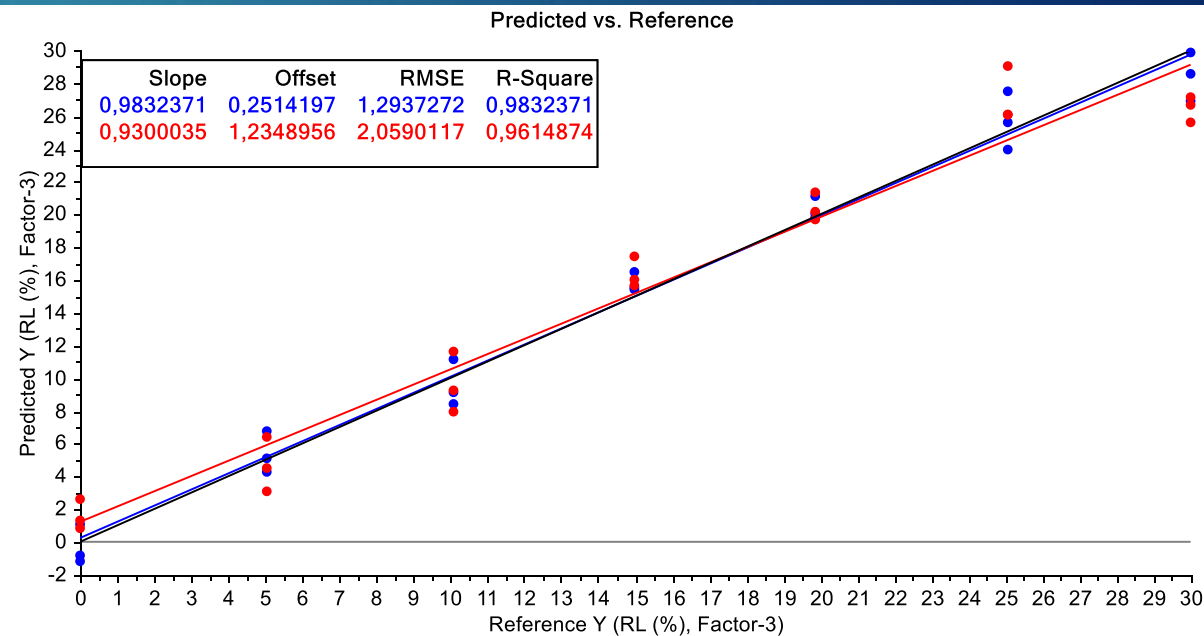
PLS regresszió eredményei – DA, BL, 100 µm

35

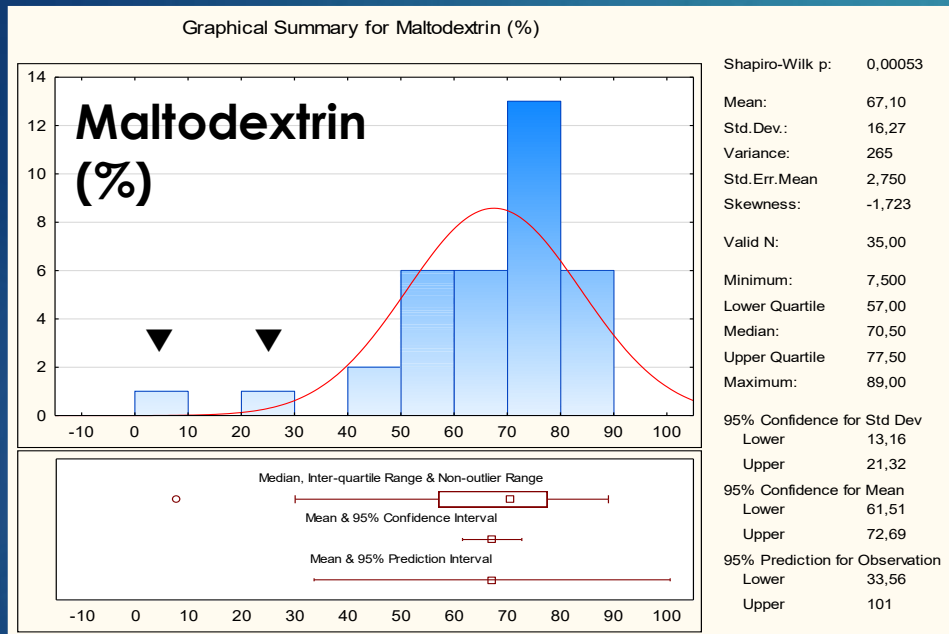


SNV kezelés
RMSE (CV) = 1,4% RL
R² (CV) = 0,979

VS DS!!!



2. derivált
RMSE (CV) = 2,0% RL
R² (CV) = 0,96



Tartomány (kiugró mintákkal): 7,5-90%
Tartomány (kiugró minták nélkül): 30-90%

1. Ingredients

Name	molecular formula molecular mass	molecular structure	content (%)	function
maltodextrin	$C_{6n}H_{(10n+2)}O_{(5n+1)}$ 162,1*(n-1)+180,2 g/mol		70.5	Carrier
Glycerol triacetate E151	$C_9H_{14}O_6$ 218.2 g/mol		17.5	Solvent
Dextrin	$(C_6H_{10}O_5)_n$		10.0	Carrier

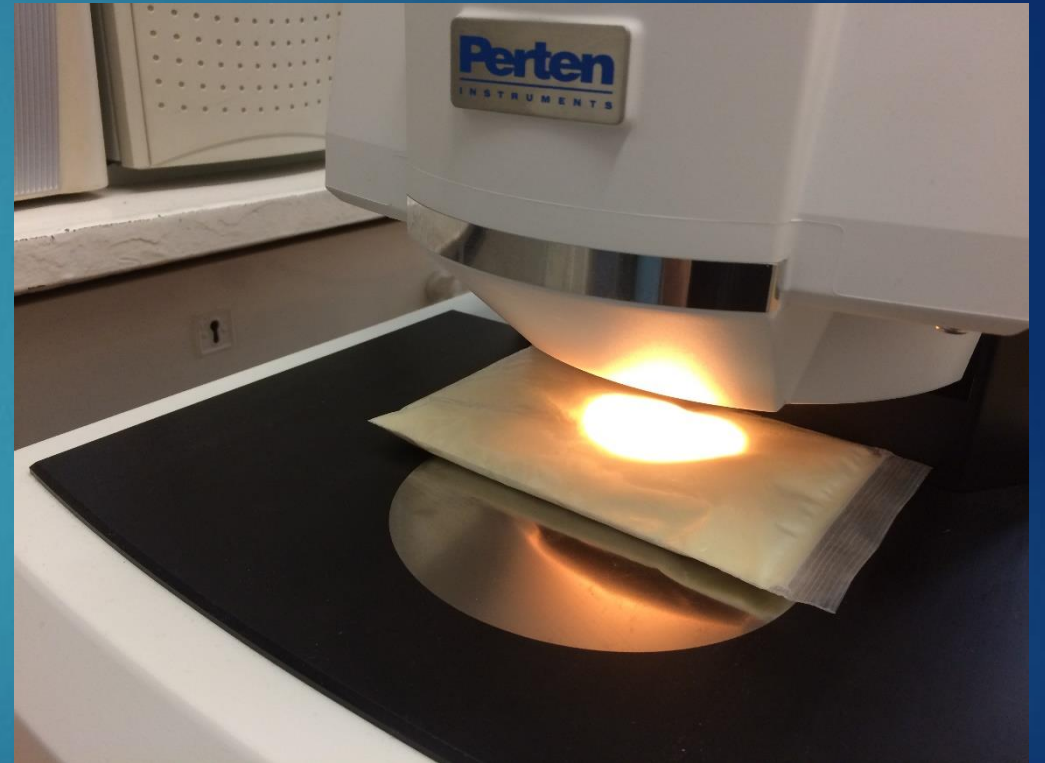
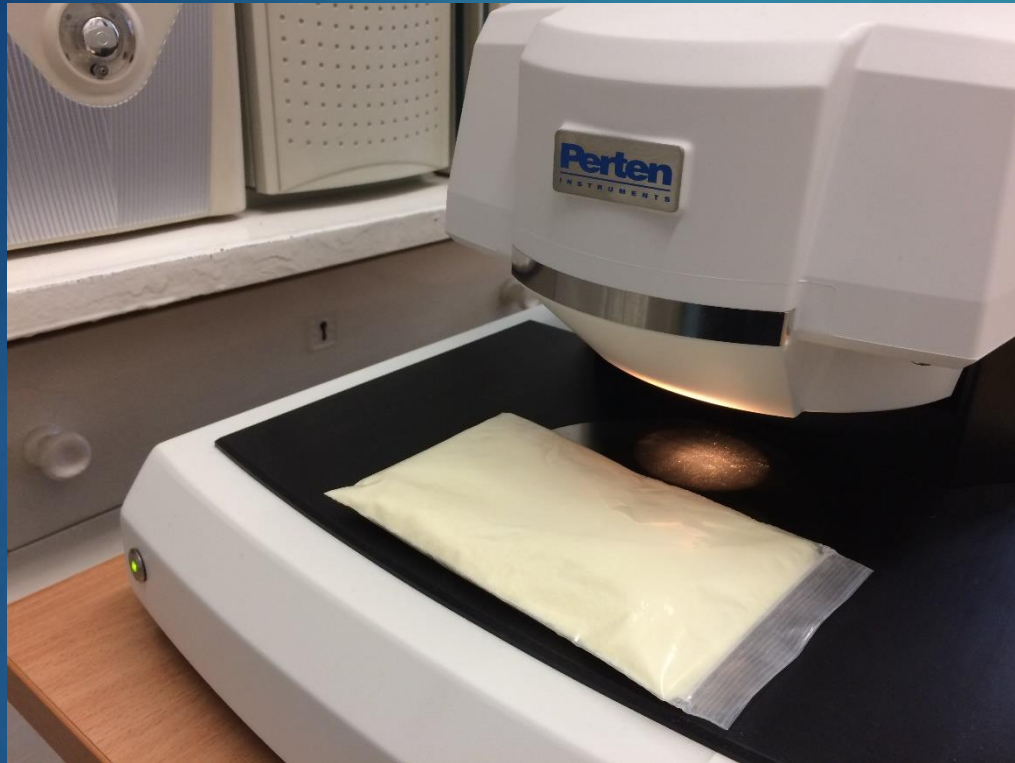
Aroma products, Aroma substances

Carrier:	Maltodextrin	70.5 %
Solvent:	Glycerol triacetate E1518	17.5%
Carrier	Dextrin	10.0%

Mérési elrendezés (csomagolásban)

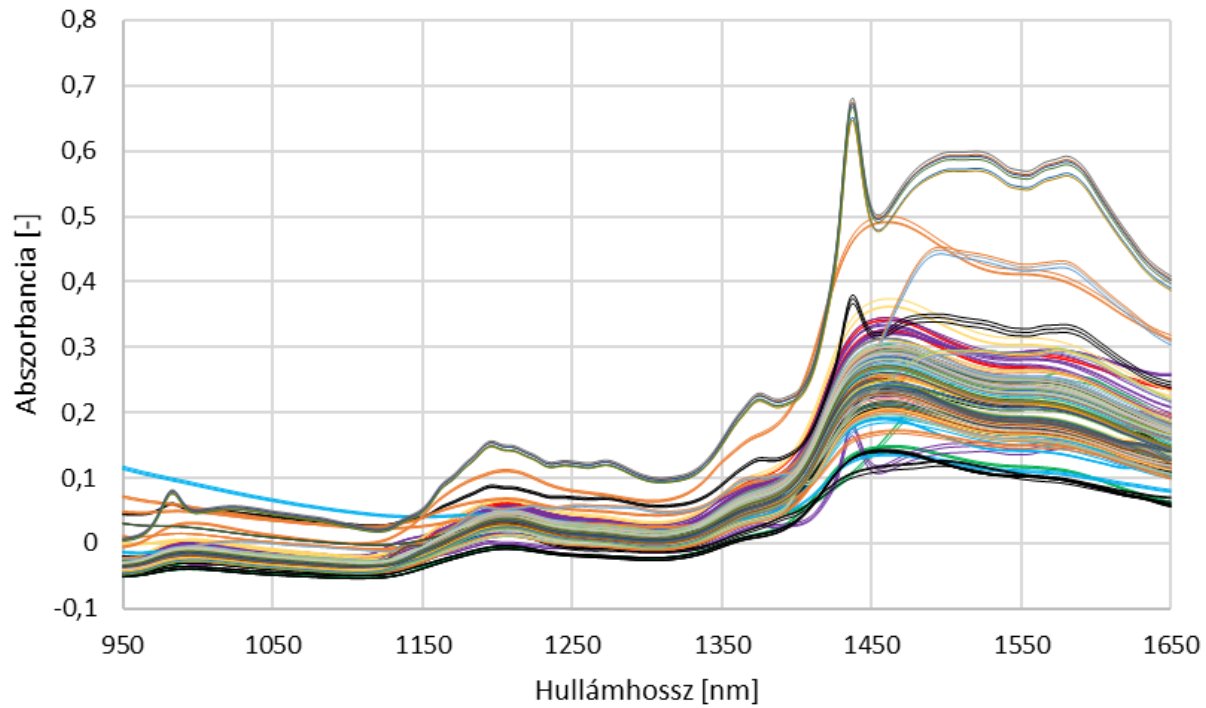
37

diódasoros spektrométer

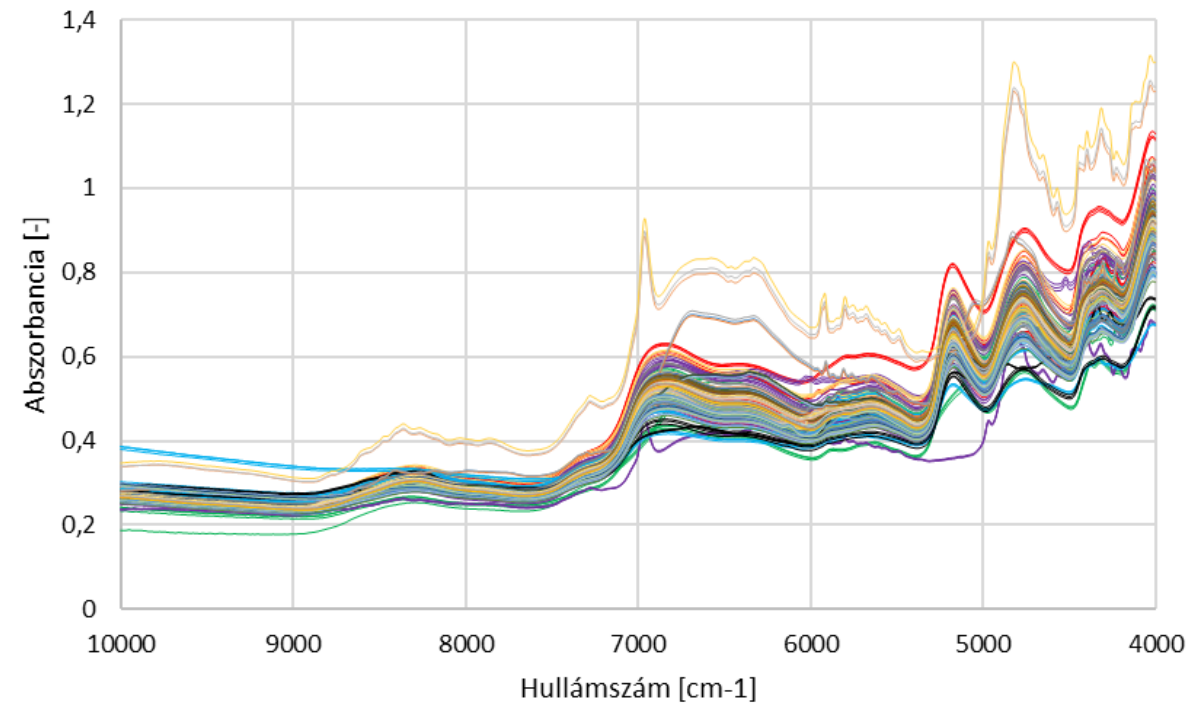


Mintatartóval mért (kezeletlen) spektrumok

38



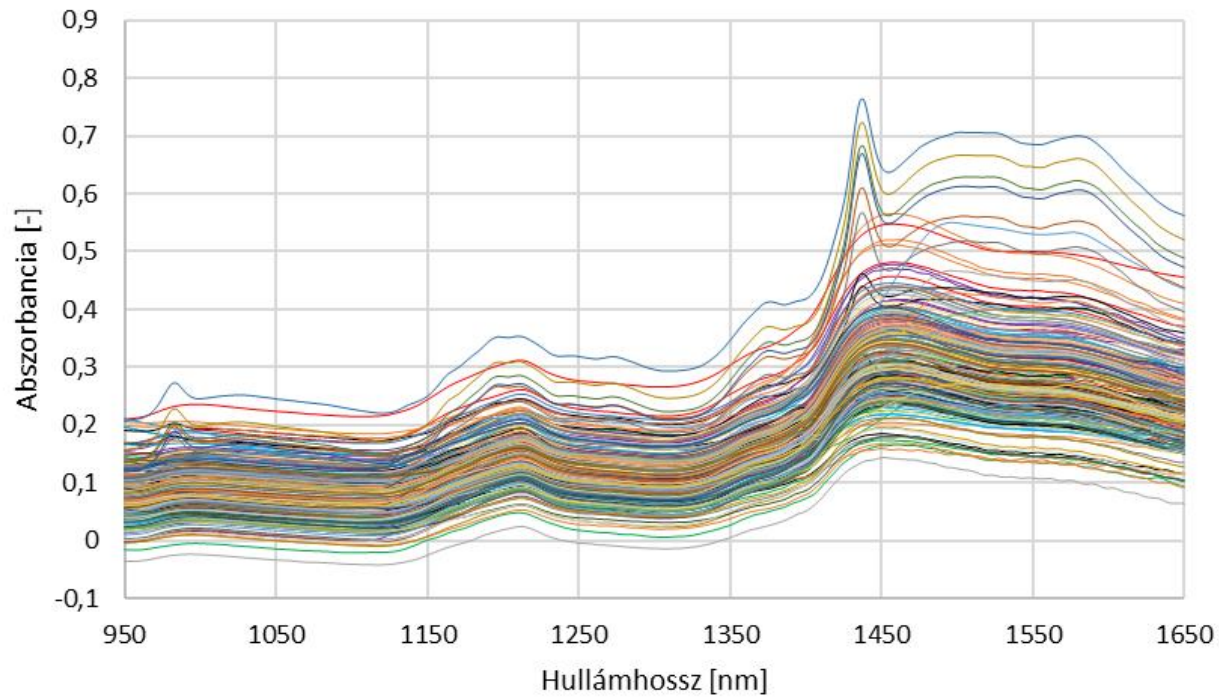
**Diódasoros
(DA)**



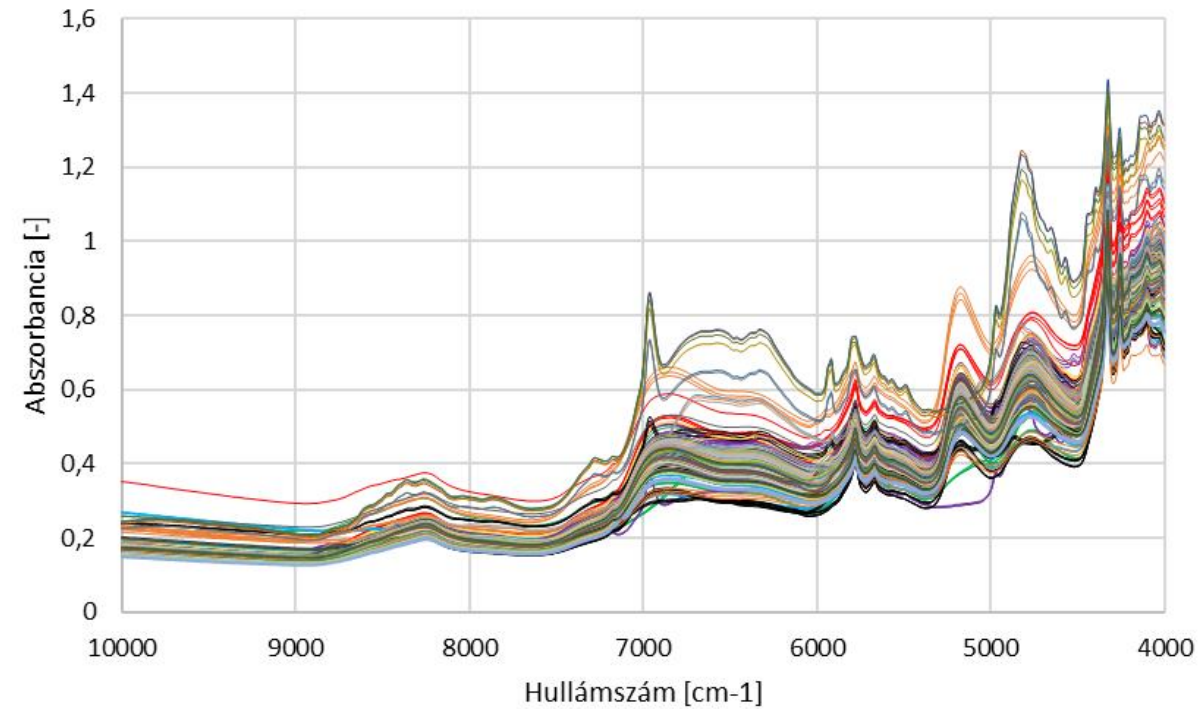
**Fourier-
transzformációs (FT)**

Fólián át mért (kezeletlen) spektrumok

39



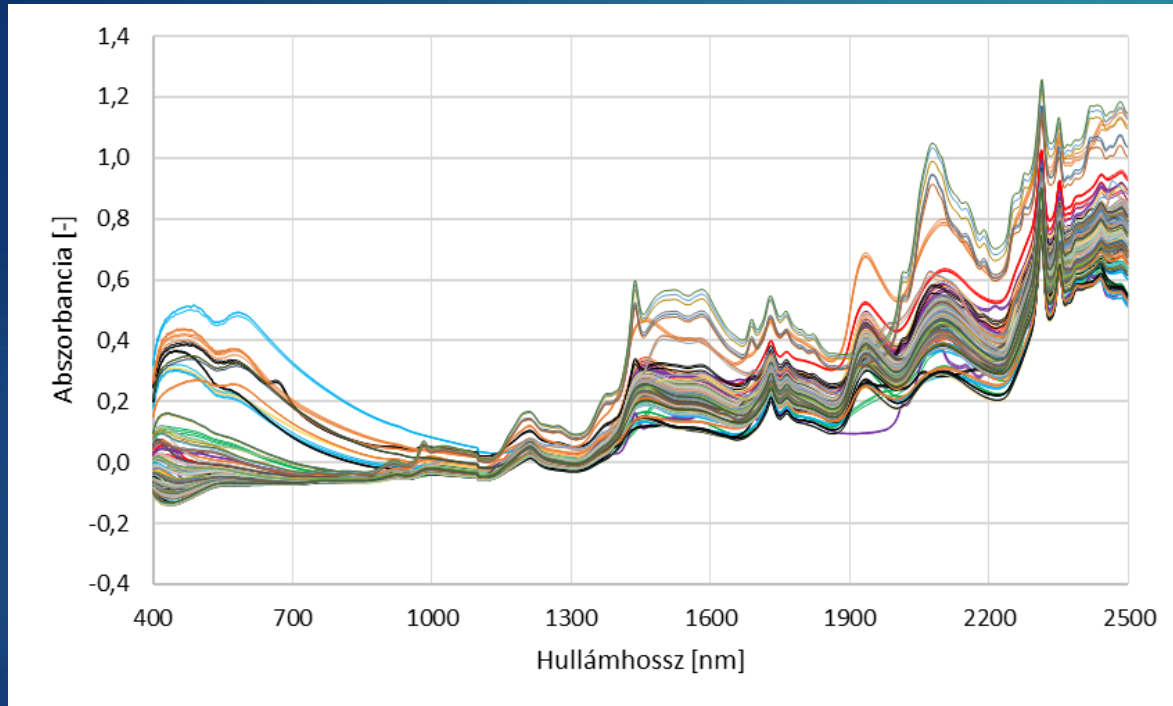
**Diódasoros
(DA)**



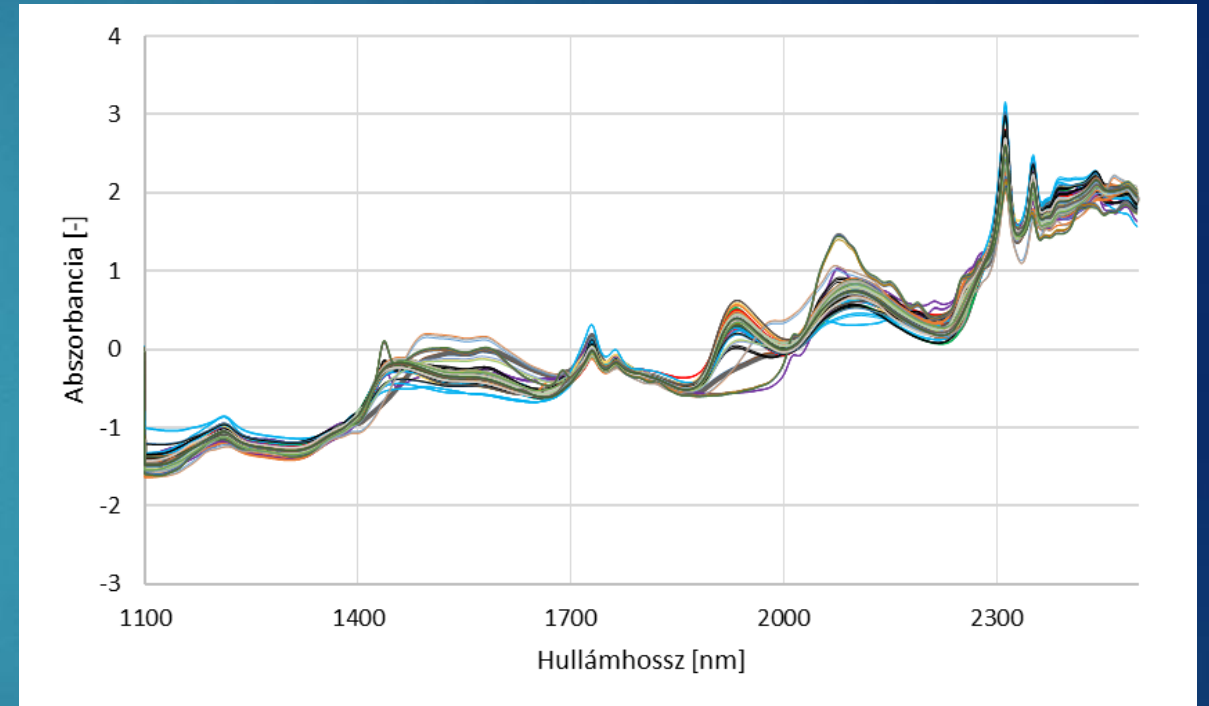
**Fourier-
transzformációs (FT)**

A matematikai kezelés hatása – DS (fóliás mérések)

40



„as is”

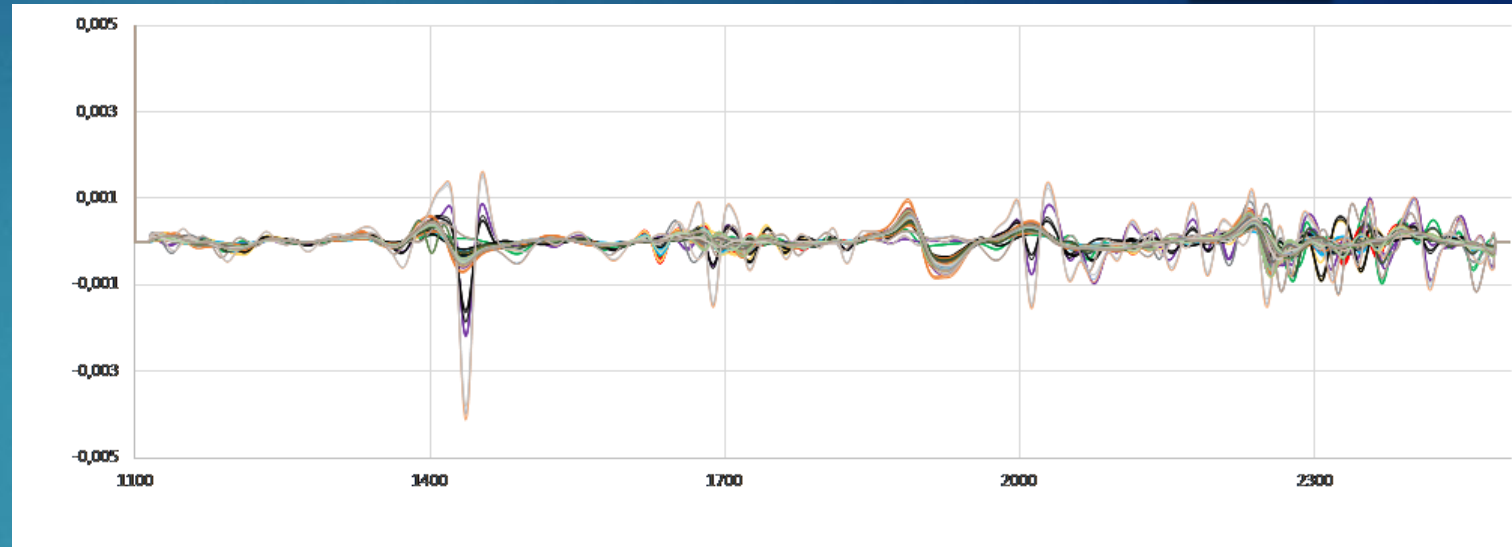


SNV

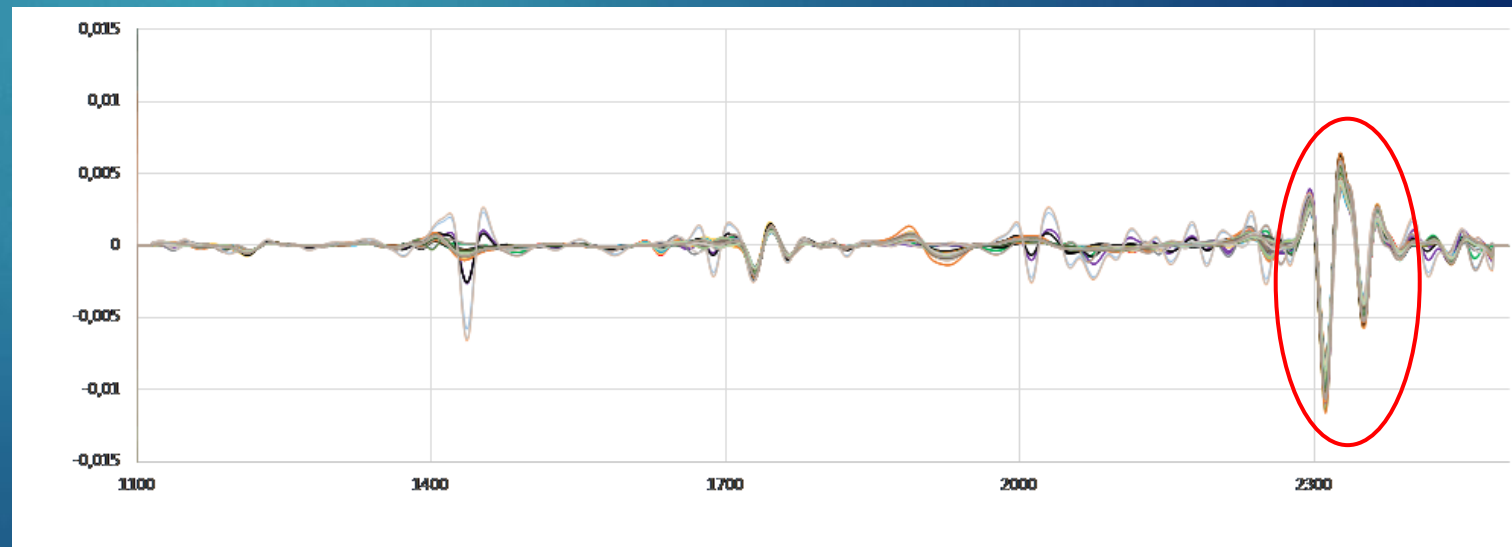
A matematikai kezelés hatása – DS (fóliás mérések)

41

Mintatartóban

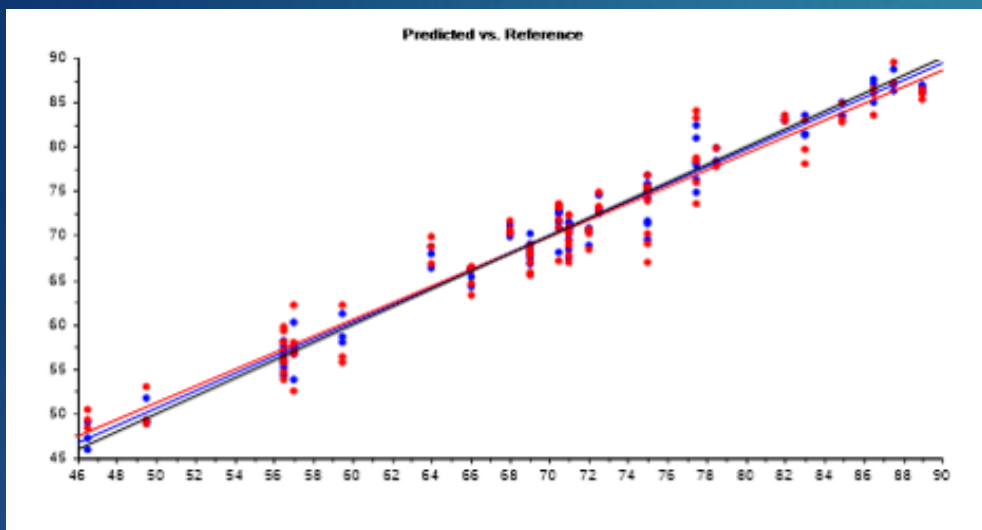


Fólián át mérve



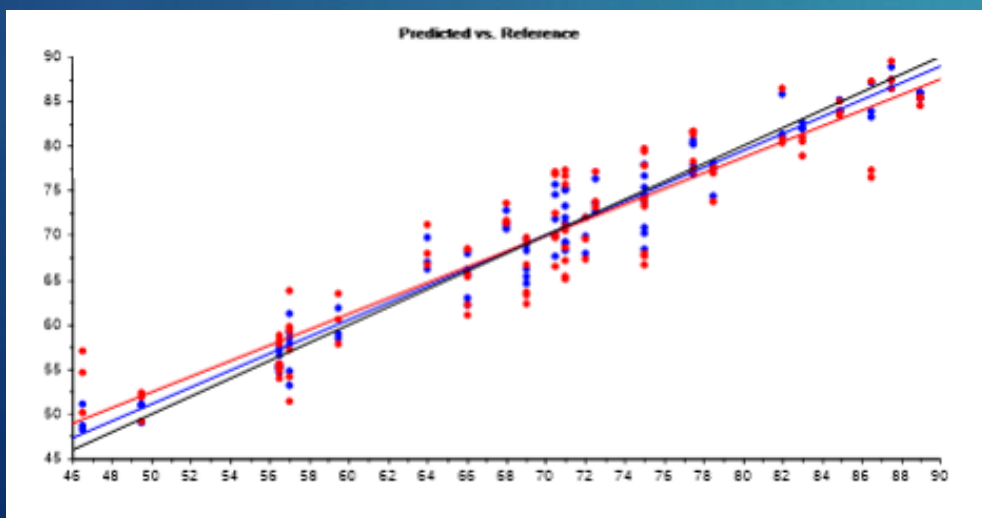
PLS eredmények - maltodextrin

DS & FT készülékek



$R^2(CV) = 0,956$
 $RMSE(CV) = 2,268$
Faktor: 14
Kezelés:
 1. derivált után SNV
 (gap: 1, segment: 3)

**Fólián
keresztül**



$R^2(CV) = 0,988$
 $RMSE(CV) = 2,823$
Faktor: 15
Kezelés:
 1. derivált után SNV
 (gap: 1, segment: 7)

$R^2(CV) = 0,949$
 $RMSE(CV) = 2,443$
Faktor: 16 (!)
Kezelés:
 2. derivált
 (gap: 1, segment: 9)

Mintatartóban

$R^2(CV) = 0,975$
 $RMSE(CV) = 3,075$
Faktor: 19 (!)
Kezelés:
 SNV

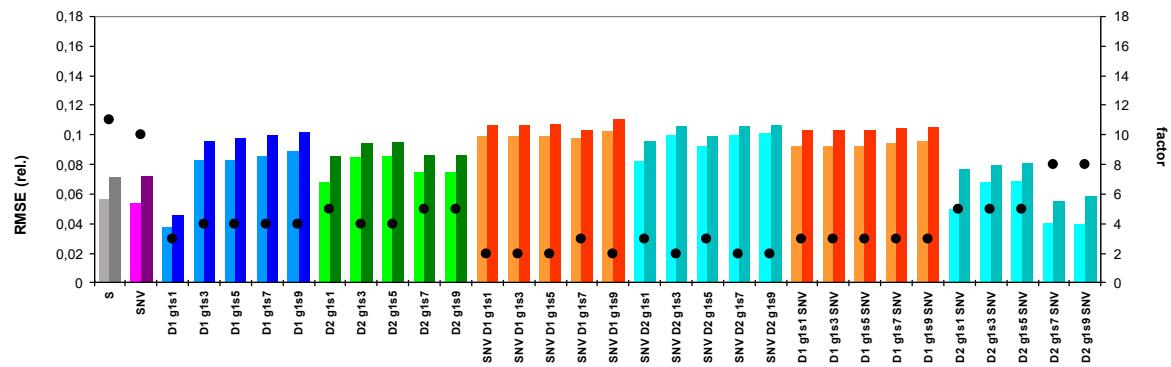
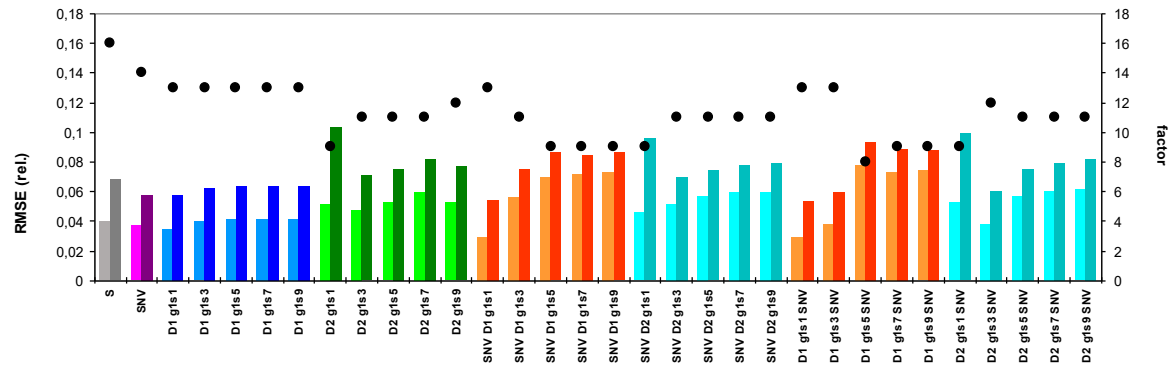
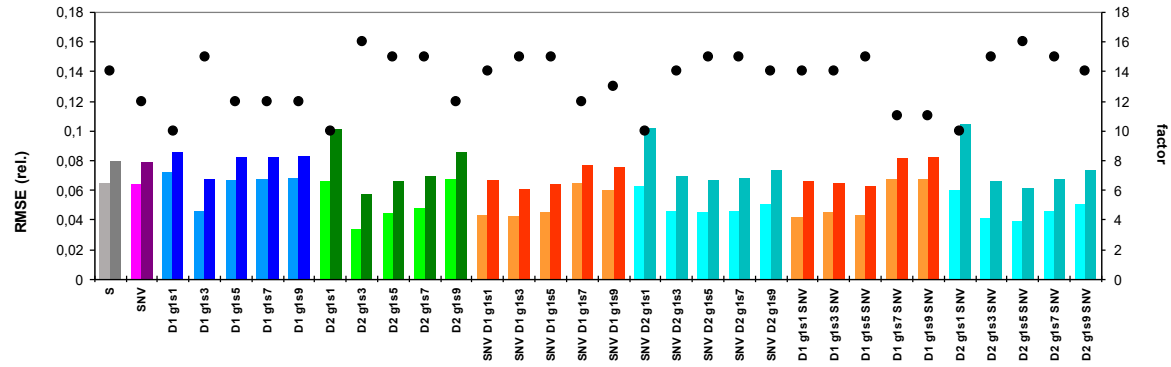
DS

FT

DS – (relatív) RMSE trendek

43

Mintatartóban

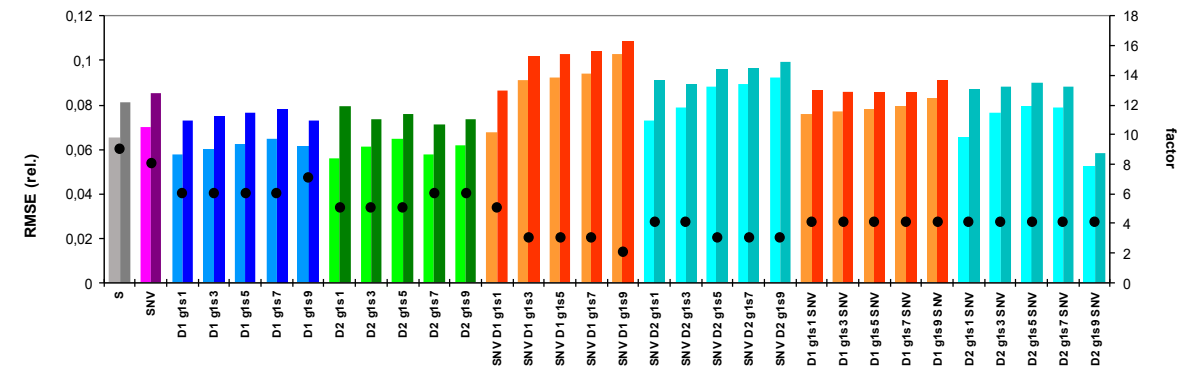
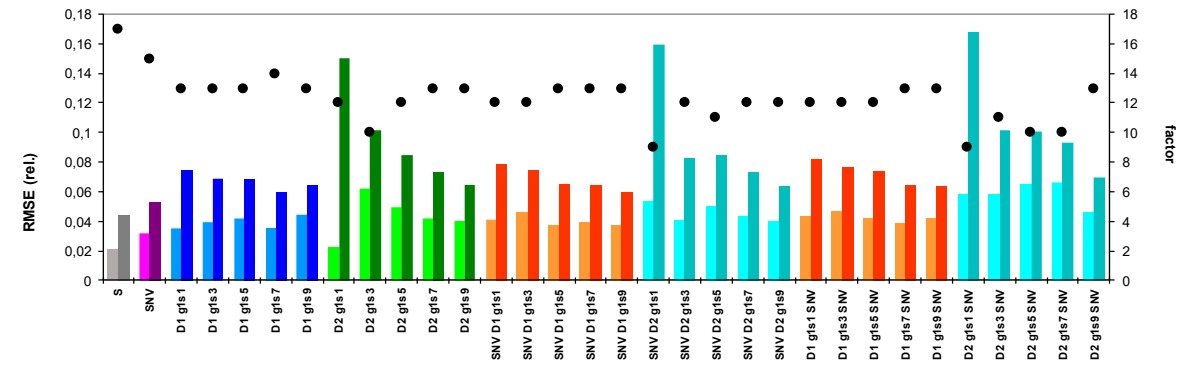
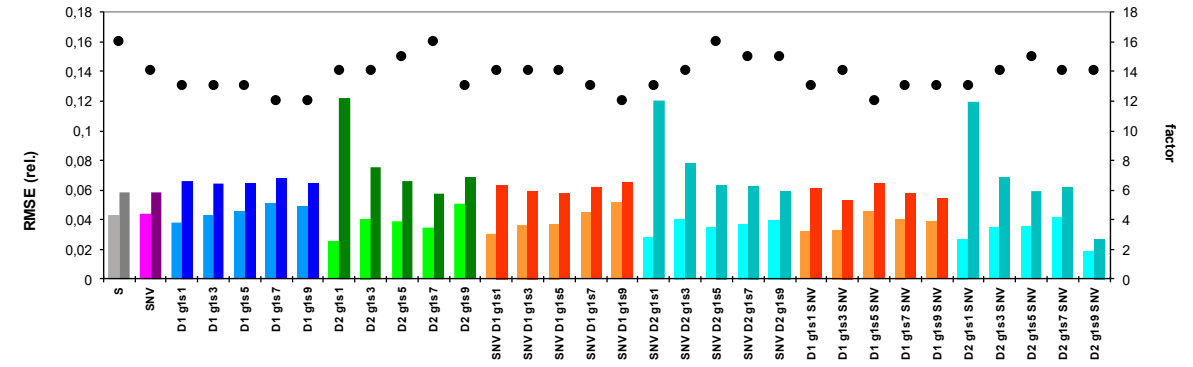


maltodextrin

gumiarábikum

triacetin

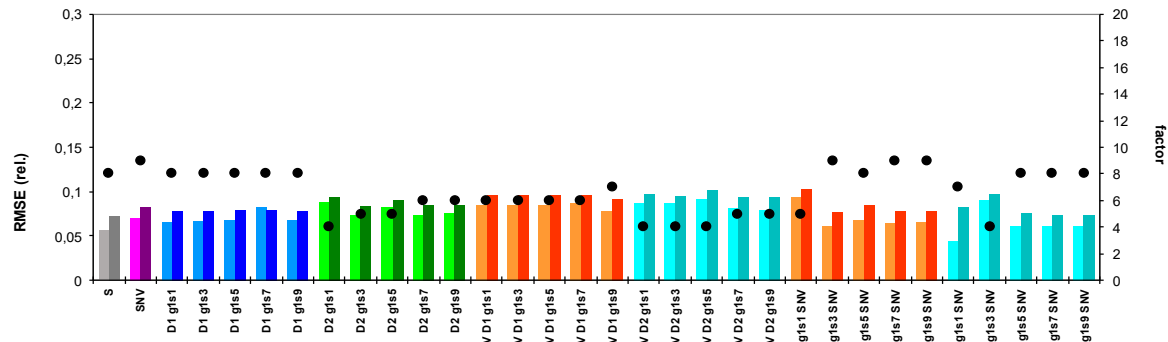
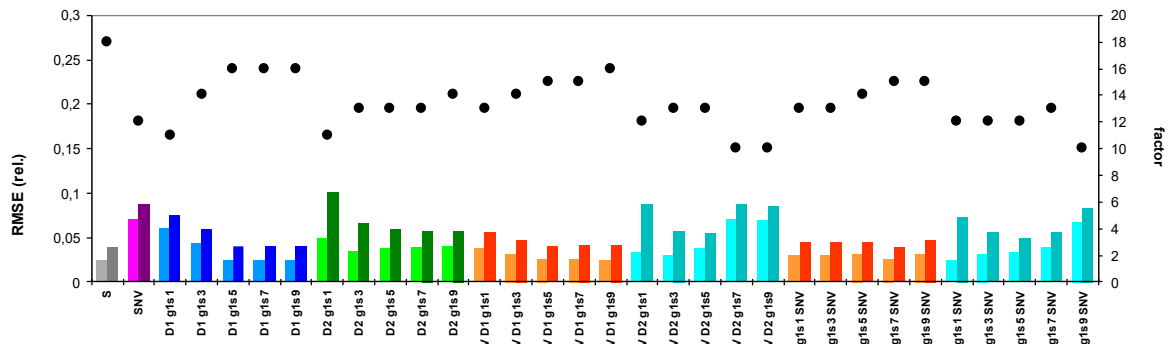
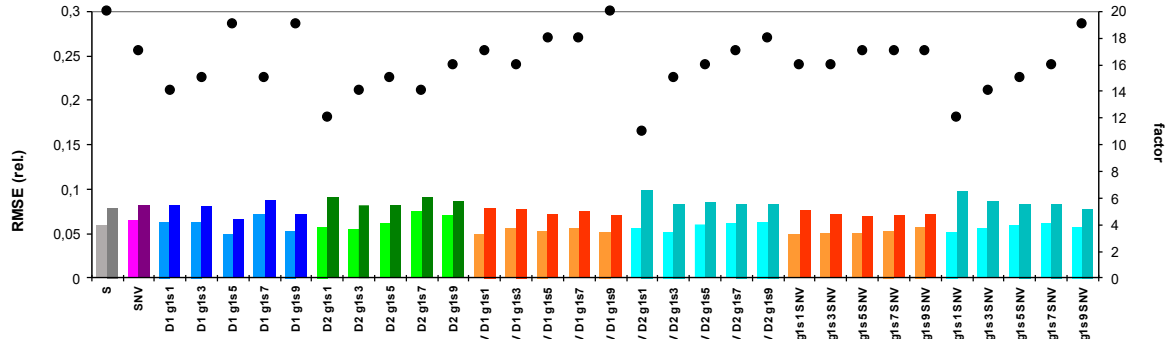
Fólián át



DA – (relatív) RMSE trendek

44

Mintatartóban

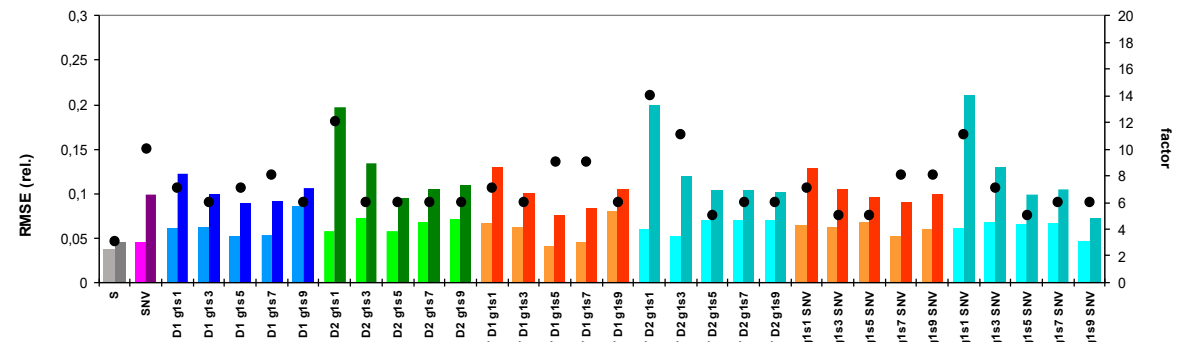
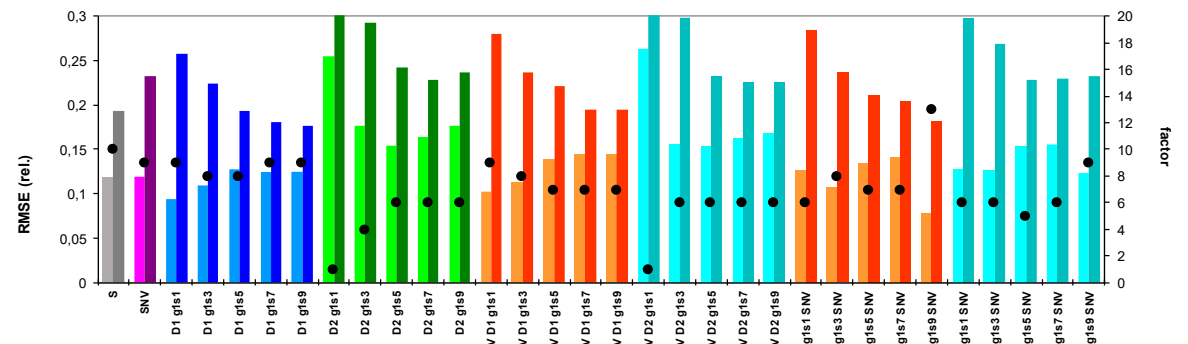
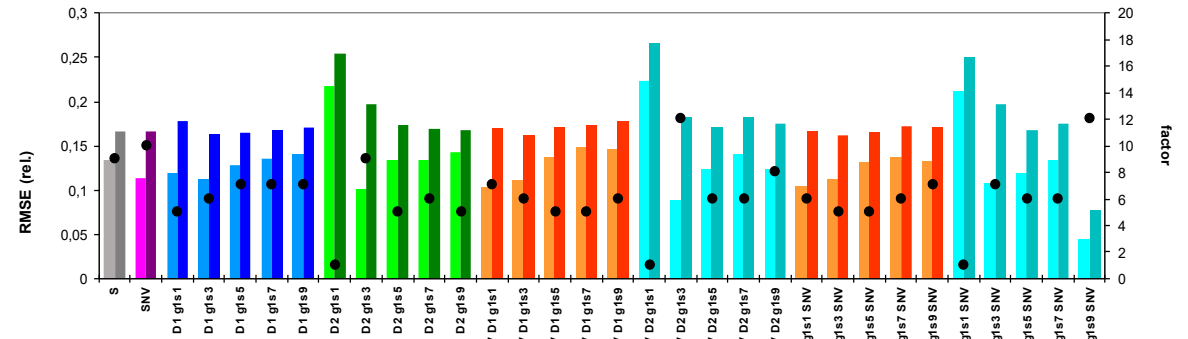


maltodextrin

gumiarábikum

triacetin

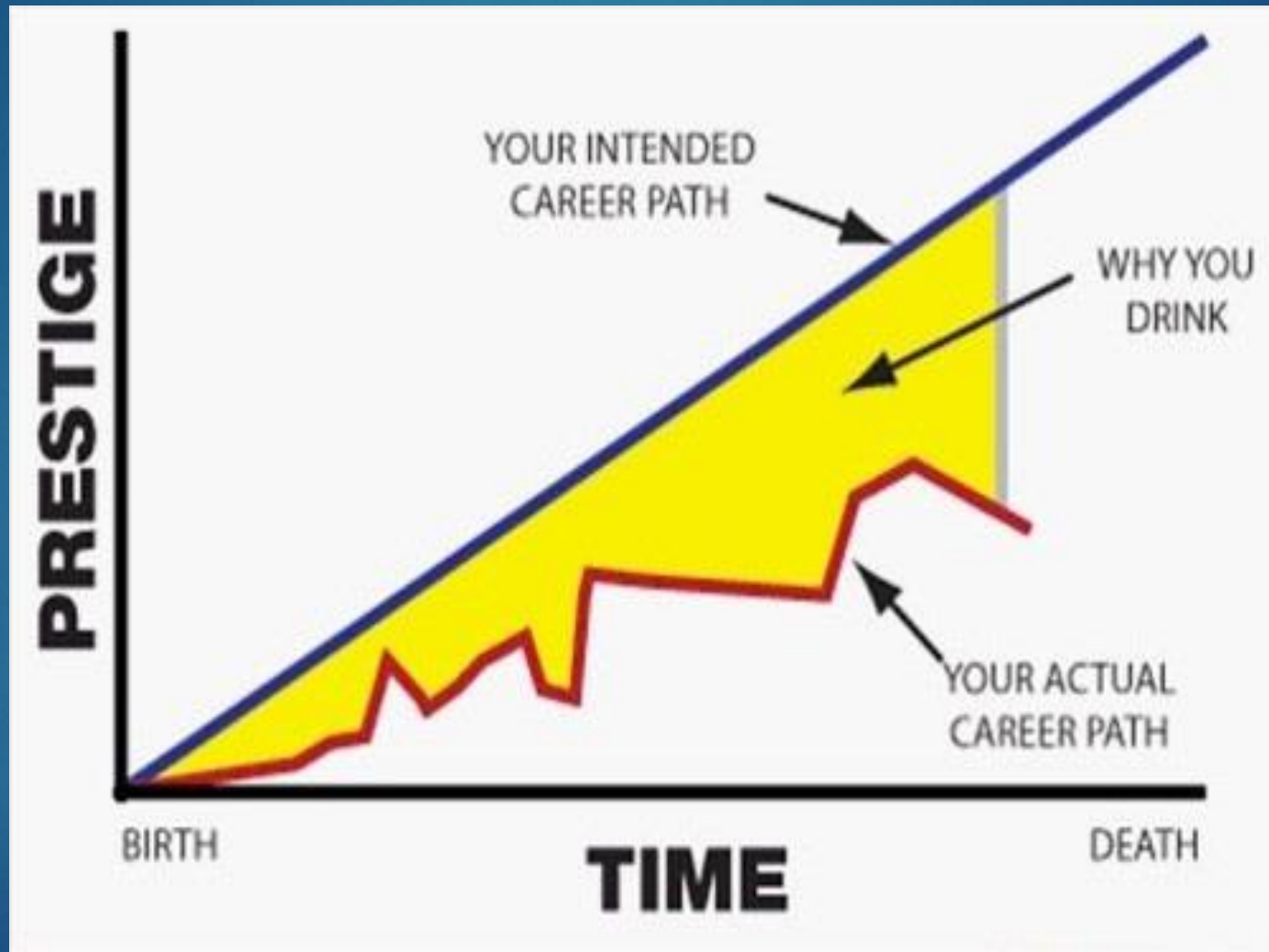
Fólián át



- ▶ A fizikai különbségek dominánsak, többnyire jobb elkülönítést eredményez az örölt minták vizsgálata
- ▶ Az alapanyagok elkülönítése lehetséges minden készülékkel
- ▶ Mennyiségi kalibrációknál DS és FT jól használható, DA nagy hibával terhelt (fólián át)
- ▶ Változószelekció jelentősége (látható tartomány, PE elnyelések)
- ▶ Kiugró adatok szűrése lényeges!
- ▶ Spektrum-előkezelés fontossága – kombinált kezelések lehetnek szükségesek
- ▶ Nincs univerzális mintaelőkészítés+készülék+előkezelés+változószelekció kombináció

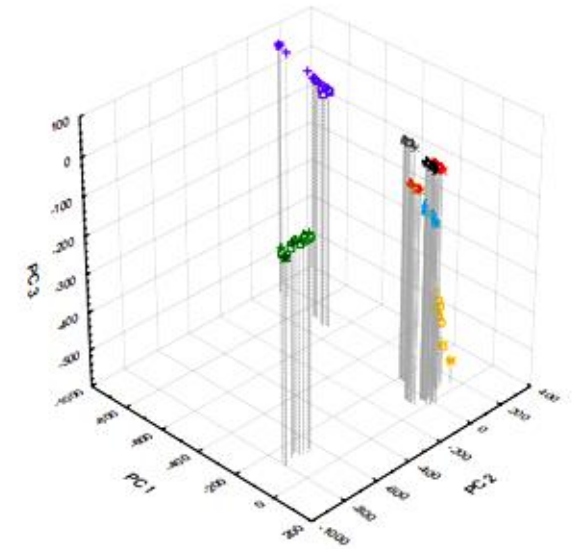
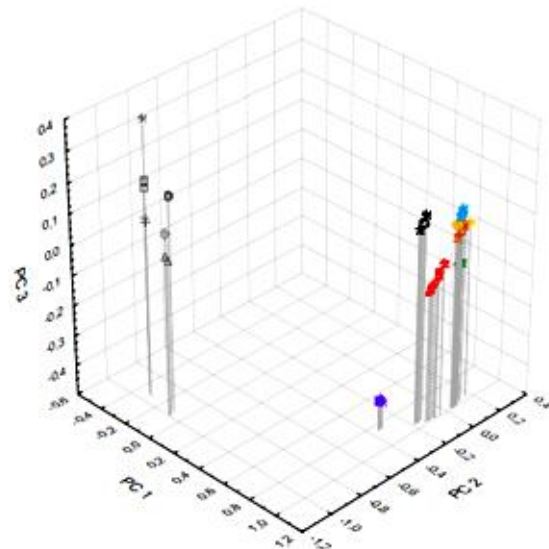
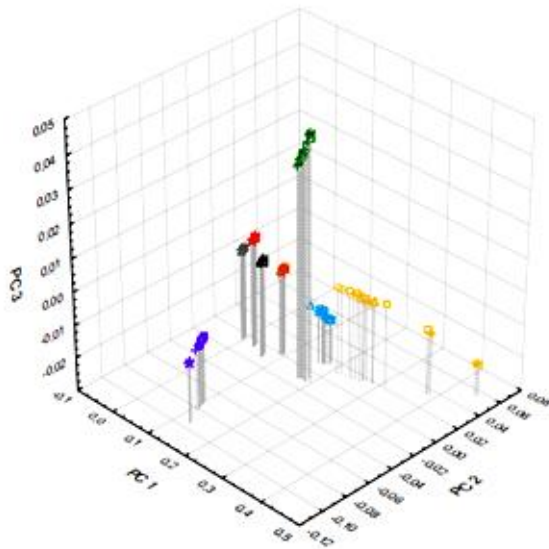
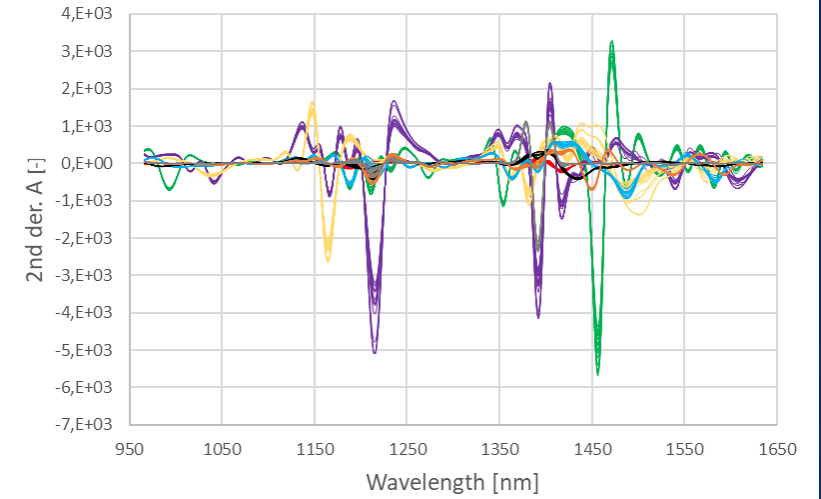
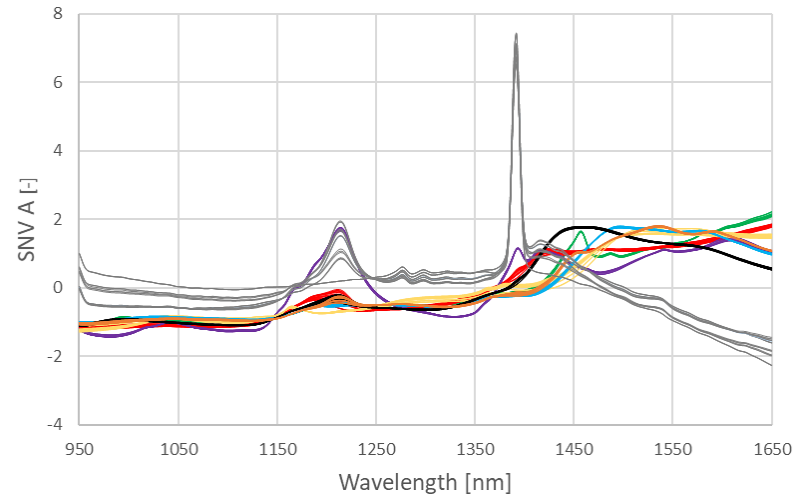
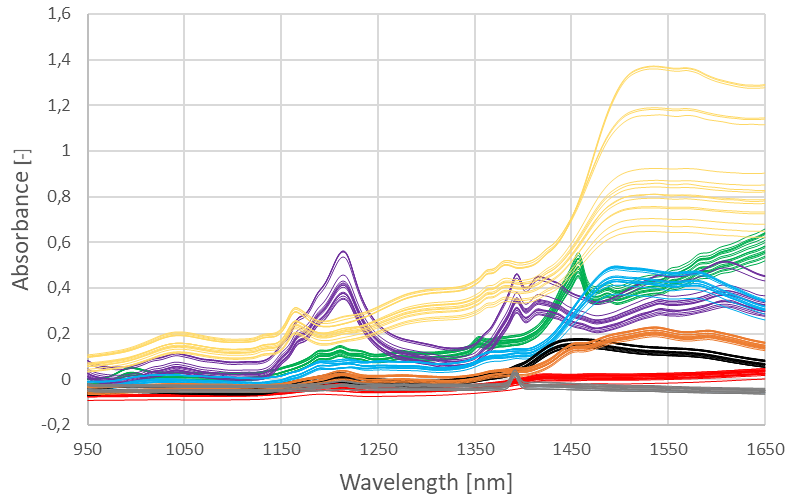
Köszönöm a figyelmet!

46

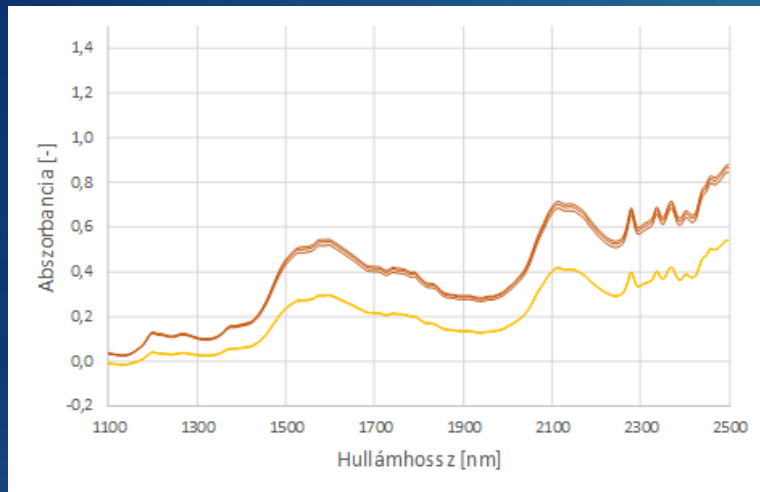


DA készülék – PCA (előkezeléssel)

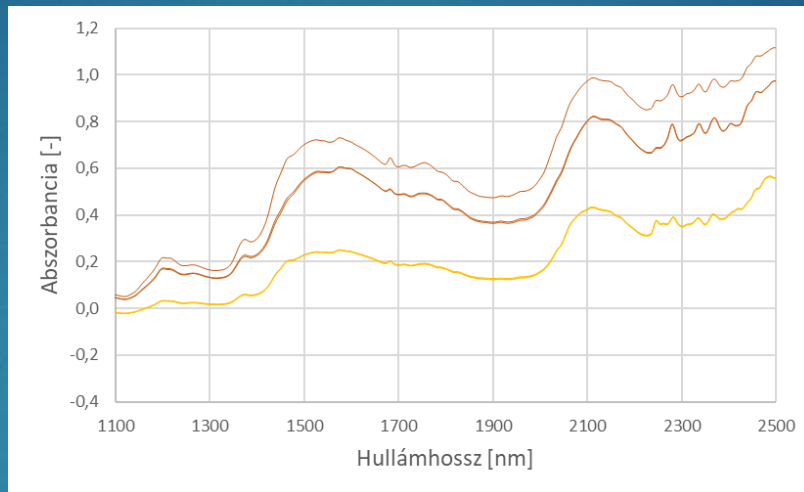
48



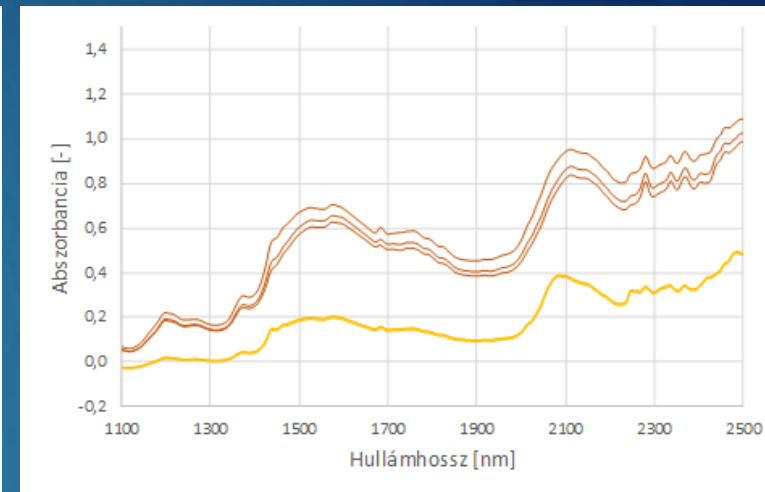
DS spektrumok (őrölt és szemcsés), fólia nélkül mérve



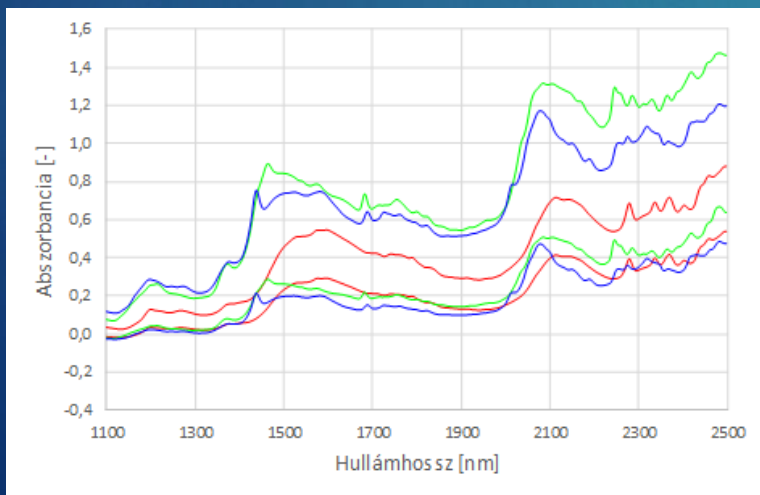
glükóz



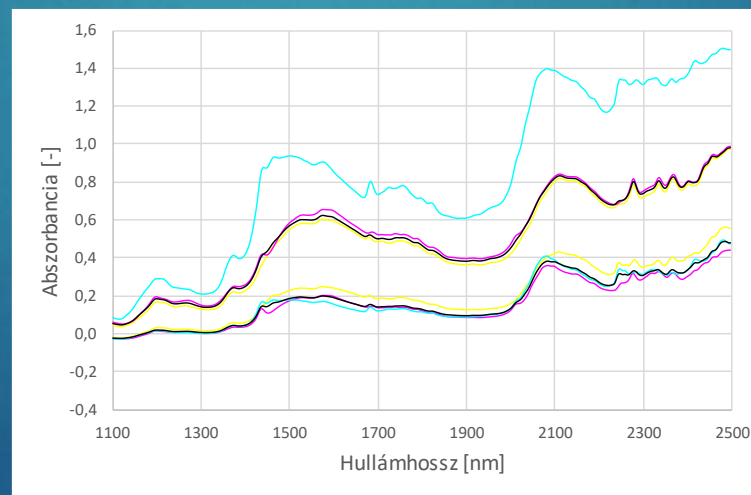
glükóz+fruktóz



glükóz+fruktóz+szacharóz



G, F, S (szemcsés és őrölt)



GF, GS, FS, GFS (szemcsés és őrölt)

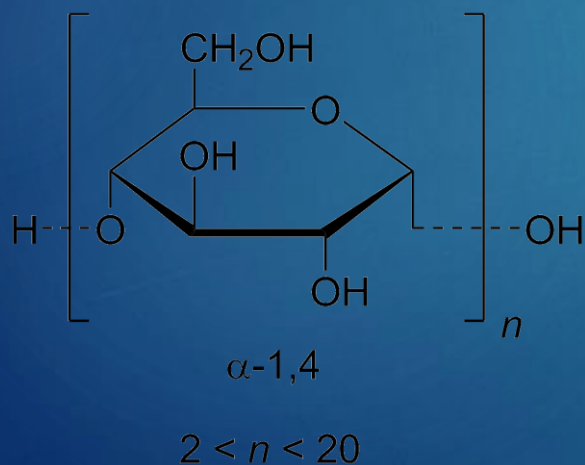
Jelölés	Szín
G	Red
F	Green
S	Blue
GF	Yellow
GS	Magenta
FS	Cyan
GFS	Black

Vizsgált minták III. – komplex „ipari” minták

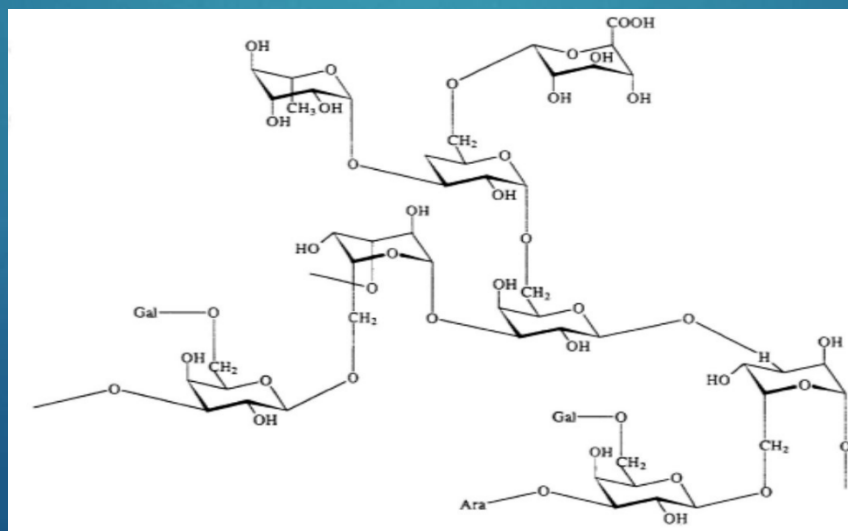
50

- Élelmiszeripari aromakészítmények
- 73 eltérő minta (kémiai és fizikai tulajdonságok), referencia adatok a gyártó által meghatározva:
 - maltodextrin (35 eset, 7,5-90% tartományban)
 - gumiarábikum (24 eset, 2,5-84,5%)
 - Triacetin (glicerol-triacetát) (18 eset, 1,9-18%)
- Mérések mintatartóban és polietilén csomagolásban (tasakokban)

Maltodextrin



Gumiarábikum



Glicerol-triacetát

