



Научная статья
УДК 543.421/.424:663.72
doi:10.35694/YARCX.2021.56.4.015

ПРИМЕНЕНИЕ ИК СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ЧАЯ

А. А. Гаврилова¹
канд. биол. наук, доцент кафедры прикладной механики,
физики и высшей математики

С. С. Морунова^{1,2}
обучающаяся

Н. Д. Стоянов³
канд. физ.-мат. наук, генеральный директор

А. В. Черняев^{3,4} (фото)
канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры физики

С. Е. Рябцев⁵
обучающийся

М. И. Никитичев⁵
обучающийся

¹ФГБОУ ВО Нижегородская ГСХА, г. Нижний Новгород

²ФГБУ «Верхне-Волжское УГМС», ИФМ РАН, г. Нижний Новгород

³ООО «Микросенсор Технолоджи», г. Санкт-Петербург

⁴ФГКВУ ВПО «Военная академия связи им. С. М. Буденного»,
г. Санкт-Петербург

⁵Кадетский корпус (школа IT технологий) Военной академии
связи им. С. М. Буденного, г. Санкт-Петербург

*Качество продуктов,
чай, ИК спектроскопия*

*Product quality,
tea, IR spectroscopy*

В настоящее время результаты анализа пищевых продуктов являются одним из основных источников информации об их качестве. Инфракрасная (ИК) спектроскопия, являясь одним из мощных физико-химических методов изучения состава вещества [1], в биологии и, в частности при исследовании химического состава пищевых продуктов, может внести весомый вклад в решение данной проблемы. Методами ИК спектроскопии можно анализировать продукты питания самого разного ассортимента: молоко и молочные продукты, зерно и хлебопродукты, овощи и фрукты, мясо, рыбу и морепродукты, сахар, мёд, алкогольные и безалкогольные напитки и многое другое. Данные методы являются эффективными для проверки подлинности маркировки продукта.

Существуют разнообразные методы анализа продуктов сельскохозяйственного производства. Химические методы анализа продуктов представлены, например, в работе [2]. Физико-химические методы основаны на изучении зависимости между физическими свойствами и составом анализируемого вещества. Они характеризуются быстротой выполнения анализа, высокой степенью точности и малым количеством продукта, необходимого для анализа. Из физико-химических методов для исследования качества продуктов используются следующие методы: хроматографический, потенциометрический, фотометрический,

люминесцентный, кондуктометрический, нефелометрический, спектроскопия и др. В работе [3] приводится обзор результатов анализа химического состава таких продуктов, как чай и кофе, методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Отмечены достижения в разработке рентгеноспектральной аппаратуры, в частности портативных и микро-РФА спектрометров.

Актуальным направлением развития ИК техники в настоящее время является создание портативных приборов – ИК миниспектрометров – позволяющих проводить качественный и количественный экспресс-анализ продуктов не только в лаборатории, но и непосредственно в магазине, на складе, где хранится продукция, в пунктах приёмки товара, в быту. Нарушение правил хранения продуктов, например, хранение во влажных помещениях, может привести к увеличению количества микотоксинов и тем самым навредить здоровью.

Объектом наших исследований стал чай различных видов (чёрный, зелёный) разных производителей. Цель работы состояла в разработке метода контроля качества объектов – продуктов питания с помощью светодиодного ИК миниспектрометра (проверка соответствия условиям хранения). Авторы ставили перед собой следующие задачи:

- проверить возможность применения указанного прибора с целью отличия разных видов чая;
- проверить возможность применения данного миниспектрометра для определения влажности продукта (чёрный и зелёный чай в пакетиках и без пакетиков);
- разработать метод контроля качества чая.

Методика приготовления образцов

В качестве образцов использовался чай (как в пакетике из фильтровальной бумаги, так и дополнительно герметично запакованный в пакетик из металлической фольги) различных производителей:

- Greenfield English Edition;
- Лента Черный;
- Stassen Green Tea;
- Лента Зеленый;
- Bernley;
- Greenfield Spring melody и др. (всего девять видов чая).

Каждый образец чая мы высыпали в чашку Петри и равномерно распределяли чайники для достижения ровной поверхности.

Для приготовления образцов влажного чая в сухой чай добавлялось определённое количество воды, влажный чай тщательно перемешивался. Чай, вода, бумажный пакетик взвешивались на аналитических весах с точностью до 1 мг. Влажность чая рассчитывалась по формуле, в которой

m с индексом означает массу соответствующего компонента:

$$\varphi(\%) = \frac{m_{H_2O} \cdot (1 + \frac{m_{\text{пакет.}}}{m_{\text{чай сух}}})}{m_{\text{чай сух}} + m_{\text{пакет.}} + m_{H_2O}} \cdot 100\%.$$

Методика исследований

В данной работе с целью определения качества продуктов использовался новый светодиодный ИК миниспектрометр фирмы ООО «Микросенсор Технолджи» [4]. Это новый портативный прибор марки Lms-R для спектрального экспресс-анализа в ближнем инфракрасном диапазоне от 1,3 до 2,4 мкм. В качестве элементной базы используется 12-компонентная светодиодная (СД) матрица и широкополосный фотодиод (ФД).

Для данного миниспектрометра характерны следующие основные особенности и параметры:

- возможность измерения спектров отражения/рассеяния твёрдых и жидких образцов в спектральном диапазоне от 1,3 до 2,4 мкм;
- высокая скорость измерения: 1 с;
- компактные размеры: 60x42x42 мм;
- малый вес: 130 г;
- низкое энергопотребление: макс. 2,5 Вт;
- питание и управление от ПК через USB интерфейс;
- прибор поставляется в комплекте с ПО под ОС Windows.

В момент измерения светодиода поочередно включаются, облучая поверхность измеряемого образца. При этом отражённое излучение регистрируется фотодиодом, преобразуется им в электрический сигнал и обрабатывается электронным блоком и специализированным программным обеспечением. Результатом измерения является зависимость коэффициента отражения (рассеяния) образца от длины волны, отображаемая программой в виде спектральной кривой или в виде гистограммы. Анализ содержания различных веществ проводится на основе базы данных ИК-спектров [5].

Анализ образцов чая осуществлялся следующим образом. После включения прибора проводилась первичная калибровка с помощью эталона отражения (в эксперименте использовался эталон из фторопласта), коэффициент отражения которого



Рисунок 1 – Светодиодный ИК миниспектрометр LMS-R

го принимается за 100% и слабо зависит от длины волны. Далее миниспектрометр помещался в чашку Петри с исследуемым образцом чая. Измерения каждого образца проводились до 15 раз с целью выявления воспроизводимости результатов. Полученные спектры отражения исследуемого объекта сохранялись в виде текстовых файлов. Далее

проводилась обработка – усреднение спектров в программе Microsoft Excel.

Внешний вид прибора и образцов для исследования приведён на рисунках 1 и 2 соответственно.

В окошке прибора можно различить фотодиод (в центре) и 12 светодиодов (по окружности вокруг него).



Рисунок 2 – Образцы для исследования и светодиодный ИК миниспектрометр. Справа от миниспектрометра – спектралон для калибровки

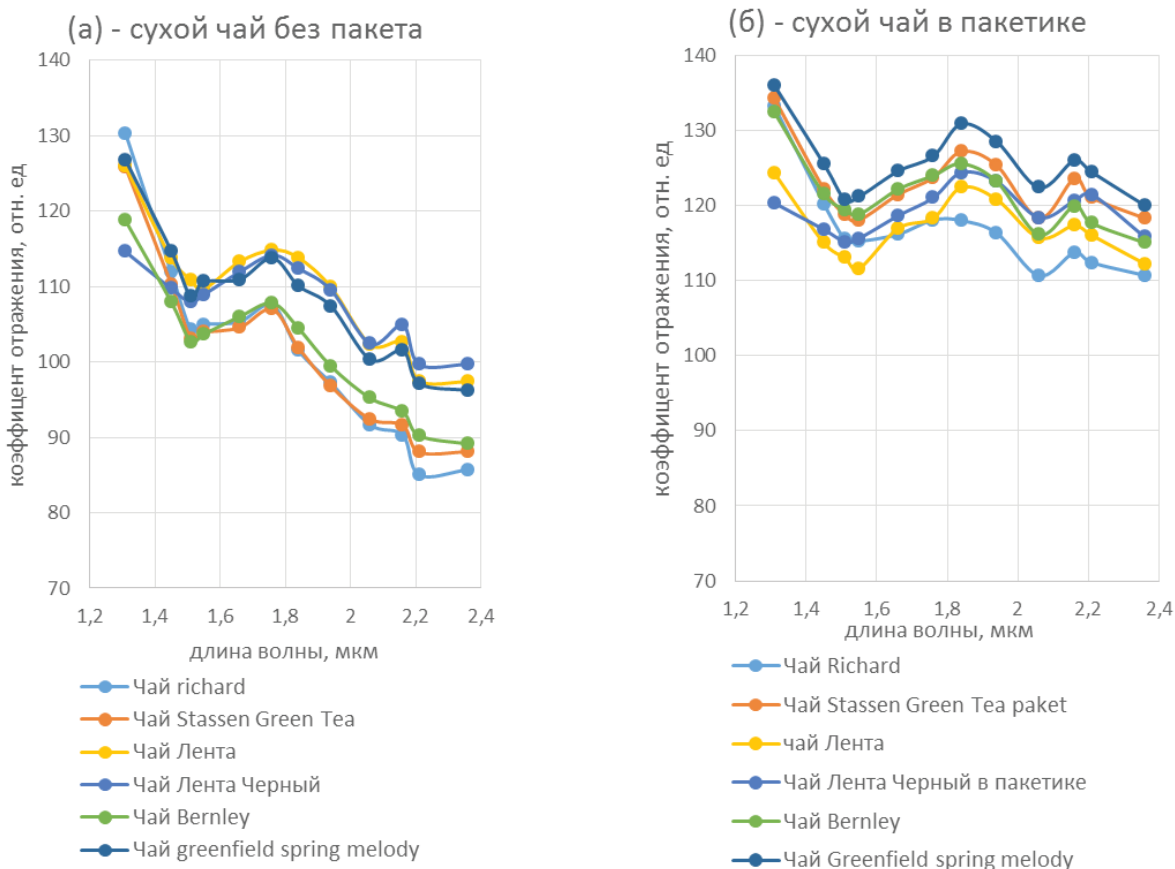


Рисунок 3 – Зависимости коэффициента отражения от длины волны для образцов сухого чая различных производителей в рассыпную (а) и в упаковке из фильтровальной бумаги (б)

Экспериментальные результаты и обсуждение

Спектры отражения сухих образцов различных видов чая представлены на рисунке 3. Видно, что все спектры качественно близки друг к другу. Хорошо заметны широкие полосы поглощения при 1,55 и 2,05 мкм, характерные для всех исследованных образцов. Эти полосы могут отражать сложный состав чая, а также свидетельствовать об остаточном количестве воды. Известно, что в чае содержится большое количество фитохимических веществ [6], в которых выделяют три основные группы: алкалоиды, флавоноиды, дубильные вещества. Спектры отражения тех же видов чая в бумажных пакетиках (не распакованных) показаны на рисунке 3б. Регистрируемый сигнал, зависящий от длины волны, при этом больше, по-видимому, из-за дополнительного отражения от бумажной чайной упаковки светлого цвета. Однако хорошо заметны полосы поглощения при тех же длинах волн. Качественное и количественное сходство ИК спектров (рис. 3а и рис. 3б) сухого чая в рассыпную и чая в бумажном пакетике показывает, что бумага слабо влияет на спектры отражения: ИК излучение, пройдя сквозь пакетик, отражается преимущественно от образцов чая и свободно выходит наружу. Таким образом, оказывается возможным исследование чая непосредственно в бумажном пакетике. Это существенно сокращает время исследований: основное время (3–5 с) тратится на освобождение бумажного пакетика от алюминиевой фольги (измерения чая, упакованного без

фольги, проводятся ещё быстрее: приблизительно за 2 с).

Отметим, что для сортов зелёного чая, в которых размер чаинок больше, наблюдался больший разброс в спектрах.

Для изучения влияния влажности на вид спектров отражения был выбран определённый вид чая Greenfield English Edition. Известно, что чай обладает гигроскопичностью. Поэтому, прежде всего, сравнивались спектры условно сухого чая (сразу из пакетика) и чая естественной влажности, который выдерживался при комнатной температуре 23–25°C в течение недели. Измерения не выявили заметных отличий в спектрах (рис. 4а). По-видимому, это связано с низкой влажностью в помещении в период окончания отопительного сезона (в апреле). В течение всей экспериментальной работы относительная влажность составляла около 5% по результатам измерений комнатным гигрометром.

На рисунке 4а приведены спектры Greenfield English Edition сухого и с добавлением определённого количества воды: влажность 20, 10 и 5%. Видно, что во всех случаях возникают полосы поглощения, характерные для воды. Согласно данным [7], а также нашим исследованиям, такие полосы возникают при длинах волн, близких к 1,45 и 1,93 мкм. При этом полосы поглощения становятся более глубокими с увеличением влажности чая.

Следует обратить внимание на то, что наличие воды в чае хорошо заметно также и в том

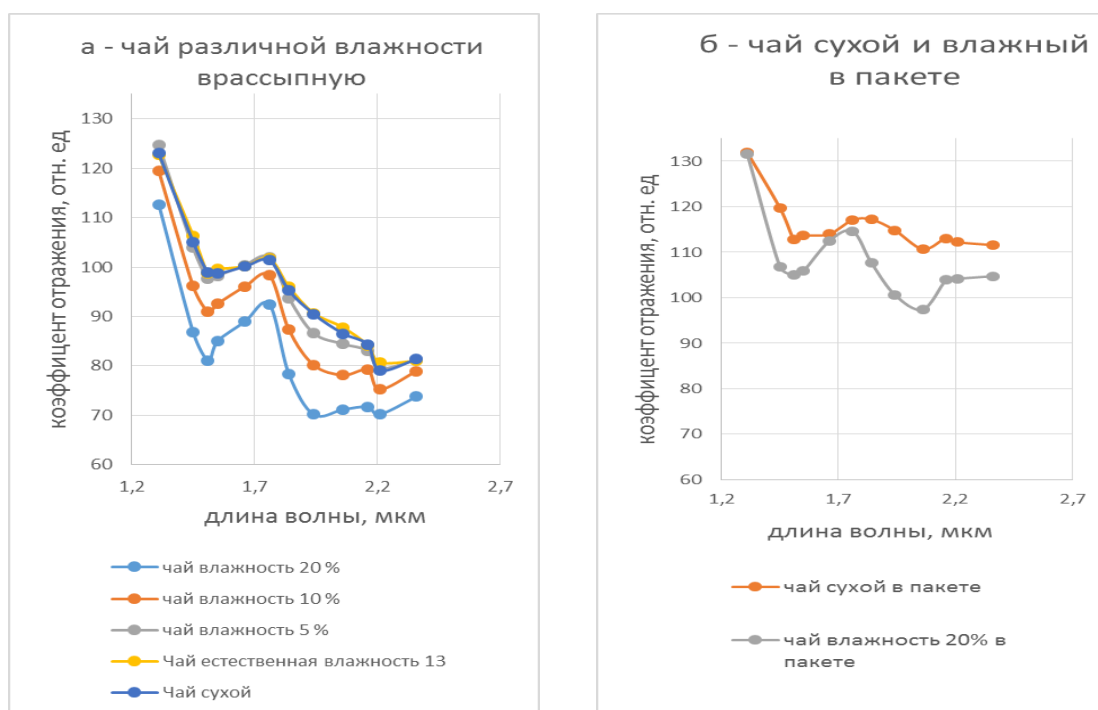


Рисунок 4 – Зависимости коэффициента отражения от длины волны для образцов чая различной влажности в рассыпную (а) и в упаковке из фильтровальной бумаги (б)

случае, когда чай оставался в бумажной упаковке (рис. 4б). Это даёт основание утверждать, что измерения влажности чая без распаковки (при необходимости сняв только металлическую фольгу) не искажают результат.

Выводы

В настоящей работе проведено тестирование светодиодного ИК миниспектрометра LMS-R произ-

водства ООО «Микросенсор Технолджи» (Санкт-Петербург) на образцах чая различных фирм. Определена чувствительность метода неразрушающего контроля влажности: до 5%. Показана возможность определения влажности образцов чая непосредственно в бумажных пакетиках, что является дополнительным удобством для применения данного миниспектрометра как на предприятиях производства и торговли, так и в быту.

Список источников

1. Ландсберг, Г. С. Оптика : учебное пособие / Г. С. Ландсберг. – 6-е изд., стереот. – Москва : ФИЗМАТ-ЛИТ, 2003. – 848 с. – ISBN 5-9221-0314-8. – Текст : непосредственный.
2. Лакиза, Н. В. Анализ пищевых продуктов : учебное пособие / Н. В. Лакиза, Л. К. Неудачина. – Екатеринбург : Изд-во Уральского университета, 2015. – 188 с. – ISBN 978-5-7996-1568-0. – Текст : непосредственный.
3. Ревенко, А. Г. Применение рентгенофлуоресцентного анализа для исследования химического состава чая и кофе / А. Г. Ревенко, Д. С. Шарыкина. – Текст : непосредственный // Аналитика и контроль. – 2019. – Т. 23, № 1. – С. 6–23. – ISSN 2073-1442.
4. LED Microsensor NT : сайт. – Text : electronic. – URL: www.lmsnt.com (дата обращения 10.05.2021).
5. HITRAN : сайт. – Text : electronic. – URL: www.hitran.com (дата обращения 10.05.2021).
6. Афонина, С. Н. Биохимия компонентов чая и особенности его биологического действия на организм (обзор) / С. Н. Афонина, Е. Н. Лебедева, Н. П. Сетко. – Текст : электронный // Оренбургский медицинский вестник. – 2017. – № 4 (20). – URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/biohimiya-komponentov-chaya-i-osobennosti-ego-biologicheskogo-deystviya-na-organizm-obzor> (дата обращения: 10.05.2021).
7. Tsenkova, R. Near-Infrared Spectroscopy for Dairy Management: Measurement of Unhomogenized Milk Composition / R. Tsenkova [et al.]. – Text : electronic // Journal of Dairy Science. – 1999. – Vol. 82. – № 11. – P. 2344–2351. – URL: [https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302\(99\)75484-6/pdf](https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302(99)75484-6/pdf) (дата обращения: 15.03.2021).

References

1. Landsberg, G. S. Optika : uchebnoe posobie / G. S. Landsberg. – 6-e izd., stereot. – Moskva : FIZMATLIT, 2003. – 848 s. – ISBN 5-9221-0314-8. – Tekst : neposredstvennyj.
2. Lakiza, N. V. Analiz pishhevyyh produktov : uchebnoe posobie / N. V. Lakiza, L. K. Neudachina. – Ekaterinburg : Izd-vo Ural'skogo universiteta, 2015. – 188 s. – ISBN 978-5-7996-1568-0. – Tekst : neposredstvennyj.
3. Revenko, A. G. Primenenie rentgenofluorescentnogo analiza dlja issledovaniya himicheskogo sostava chaja i kofe / A. G. Revenko, D. S. Sharykina. – Tekst : neposredstvennyj // Analitika i kontrol'. – 2019. – T. 23, № 1. – S. 6–23. – ISSN 2073-1442.
4. LED Microsensor NT : sayt. – Text : electronic. – URL: www.lmsnt.com (data obrashhenija 10.05.2021).
5. HITRAN : sayt. – Text : electronic. – URL: www.hitran.com (data obrashhenija 10.05.2021).
6. Afonina, S. N. Biohimija komponentov chaja i osobennosti ego biologicheskogo dejstviya na organizm (obzor) / S. N. Afonina, E. N. Lebedeva, N. P. Setko. – Tekst : jelektronnyj // Orenburgskij medicinskij vestnik. – 2017. – № 4 (20). – URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/biohimiya-komponentov-chaya-i-osobennosti-ego-biologicheskogo-deystviya-na-organizm-obzor> (data obrashhenija: 10.05.2021).
7. Tsenkova, R. Near-Infrared Spectroscopy for Dairy Management: Measurement of Unhomogenized Milk Composition / R. Tsenkova [et al.]. – Text : electronic // Journal of Dairy Science. – 1999. – Vol. 82. – № 11. – P. 2344–2351. – URL: [https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302\(99\)75484-6/pdf](https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302(99)75484-6/pdf) (data obrashhenija: 15.03.2021).