

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2022.03.021

徐富成, 周剑丽, 余晓斌, 等. 近红外光谱分析技术在泡芙水分测定中的研究[J]. 粮油食品科技, 2022, 30(3): 186-190.

XU F C, ZHOU J L, YU X B, et al. Research on moisture content determination of puffs using near infrared spectroscopy technology[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2022, 30(3): 186-190.

近红外光谱分析技术在泡芙水分测定中的研究

徐富成¹, 周剑丽², 余晓斌², 唐果¹✉(1. 无锡迅杰光远科技有限公司, 江苏 无锡 214122;
2. 江南大学 生物工程学院, 江苏 无锡 214122)

摘要: 水分含量快速测定是保证泡芙制作品质的需求。利用 IAS Online-S100 型在线近红外光谱分析仪, 采集了 130 个建模集样品和 30 个验证样品的近红外光谱, 结合光谱预处理和偏最小二乘法建立泡芙水分定量分析模型。研究表明, 采用移动窗口平滑(平滑点数为 11)+SNV 法进行光谱预处理, 主因子数为 9 的条件下, 模型的决定系数 R^2 、校正集均方根误差(RMSEC)、交互验证均方根误差(RMSECV)和预测集均方根误差(RMSEP)分别为 0.88、0.49%、0.55%、0.57%。模型的预测误差在±1.3 以内, 精度满足工厂的使用需求。

关键词: 近红外; 泡芙; 水分; 模型

中图分类号: TS207.3 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2022)03-0186-05

Research on Moisture Content Determination of Puffs using Near Infrared Spectroscopy Technology

XU Fu-cheng¹, ZHOU Jian-li², YU Xiao-bin², TANG Guo¹✉(1. Intelligent Analysis Services Co., Ltd, Wuxi, Jiangsu 214122, China;
2. School of Bioengineering, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China)

Abstract: Rapid determination of moisture content is an important requirement to ensure the production quality of puffs. In this paper, the NIR spectra of 130 modeling samples and 30 validation samples were collected, using IAS Online-S100 Near Infrared Spectroscopy Analyzer. The moisture analysis model of puff was established using spectral pretreatment and partial least square method. The results showed that determination coefficient R^2 , root mean square error of correction set (RMSEC), root mean square error of interactive verification (RMSECV) and root mean square error of prediction set (RMSEP) of the model are 0.88, 0.49%, 0.55% and 0.57% respectively, when using moving window smoothing method & SNV as spectral pretreatment method and the best principal factors was 9. The prediction error of the model is within ±1.3, and the accuracy meets the needs of the factory.

收稿日期: 2022-01-11

基金项目: 国家轻工业技术与工程一流学科自主课题(LITE2018-11)

Supported by: National Light Industry Technology and Engineering First-class Discipline Independent Project (No. LITE2018-11)

作者简介: 徐富成, 男, 1993 年出生, 硕士, 研究方向为近红外在食品加工行业的应用。E-mail: xufucheng@china-ias.com.

通讯作者: 唐果, 男, 1988 年出生, 博士, 研究方向为化学计量学。E-mail: tangguo@china-ias.com.

Key words: near infrared; puff; water content; model

近红外光谱 (Near Infrared NIR) 是波长为 780~2 500 nm 范围内的电磁波, 它主要是含氢基团 X-H 的振动倍频和合频的吸收, 因此尤其适合有机化合物的检测和分析^[1]。近红外光谱分析方法是利用化学计量学方法在样品近红外光谱与理化值之间建立数学模型关系的间接分析方法^[2]。近红外光谱分析技术具有简单快速、不破坏样品、不消耗试剂、无污染等优势。这些优势为近红外分析技术的发展提供了广阔的应用空间。

目前, 近红外光谱分析技术在白酒酒醅检测中的应用已有报导, 实现了酒醅的水分、淀粉、酸度等关键理化指标的快速检测^[3]。同时, 该技术在水果分选方面也有着丰富的应用, 包括对苹果、橙子、西瓜等常见水果的快速无损分级挑选, 可实现对水果的糖分、酸度、可溶性固形物以及硬度的无损检测^[4]。其他方面, 近红外光谱分析技术还可应用在茶叶、烟草、发酵、制药以及石油化工等行业^[5-9]。近年来, 近红外光谱分析技术在粮油加工领域得到了广泛应用, 实现了大豆、油菜籽、小麦、面粉等粮油作物品质指标的快速检测^[10], 为收购端品质理化指标及仓储分仓过程检测提供了相应的保证。此外, 近红外光谱分析技术还被应用到淀粉、粕类、饲料产品生产过程中的在线品质监控中, 实现了产品品质的在线控制^[11-12]。尽管国内近红外光谱分析技术在粮油加工行业的应用发展迅速, 但目前的主要应用依然集中于原粮和淀粉、饲料等粗加工产品的收购和生产过程控制, 在食品尤其是食品在线检测方面的应用研究鲜有报导。

泡芙是近年来广受年轻消费者喜爱的休闲食品之一。本实验研究对象为某食品厂泡芙生产过程中的半成品。其泡芙的生产过程需要进行两次烘焙: 首先, 将面团放入第一道烤炉进行 210 °C 的高温烤焙, 使泡芙内部的水分快速暴发让泡芙面团膨胀形成空心, 待泡芙膨胀定型后再进入第二道烤炉进行二次烤焙。第二次烘焙过程需要控制出炉泡芙水分低于 3%。烘焙不足会导致泡芙质量不合格; 而过烘则会导致品相不佳、能源消耗和原材料浪费。因此, 适合的烤炉温度和烘烤时

间, 是泡芙质量的关键。由于第一道烤炉的工艺已经固定, 因此炉温的调整只在第二道烤炉中进行。

第一道烤炉出口泡芙样品的水分含量是调整第二道烤炉炉温和烘烤时间的依据。现场工人需依据样品水分来控制烘烤时间和温度以确保最终水分的稳定性, 一般水分波动在 ± 1.5 以内, 不轻易调节工艺。目前工厂采用卤素快速水分测定仪检测泡芙的水分, 每个样品的检测需要 15 min 以上, 而泡芙样品通过第二道烤炉的时间为 11 min 附近, 同时现场每两小时才抽检一次, 现有检测方法时长滞后且频率较低, 无法满足实时调控烤炉工艺程序的需要。近红外具有快速、实时、无损检测的优势, 因此考虑采用在线近红外对泡芙的水分进行实时测定。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

本实验所监测的泡芙样品: 某食品厂一道烘焙后的泡芙半成品 (未注心)。

MF 50 快速水分测定仪: A&D, 日本。仪器参数为加热源: 400 W 卤素灯, 称重范围: 51 g, 读数精度: 0.002 g, 含水量检测精度 0.05%, 温度预设范围: 50~200 °C。

IAS Online-S100 在线近红外光谱分析仪: 无锡迅杰光远, 中国。仪器参数为光源类型: 10 W 卤钨灯, 波长范围: 900~1 700 nm, 分辨率: 8 nm, 波长准确性: <1 nm, 光源工作距离: 100 mm, 光斑直径: 60 mm。

1.2 光谱采集和理化检测

1.2.1 近红外光谱采集

在线采集泡芙样品的近红外漫反射光谱, 扫描范围 1 000~1 600 nm, 扫描次数 20 次, 积分时间 100 ms, 每条光谱扫描时间为 2 s。三个月内共采集的泡芙样品光谱 160 个, 其中 130 个为建模校正集、30 个为外部预测集。

1.2.2 水分理化值测定

本实验泡芙样品的水分采用快速水分分析仪进行测定。将线上检测光谱所对应的泡芙样品 (约 10 g/样品) 取下后剪碎混匀, 置于快速水分分析

仪上检测其水分含量。本实验泡芙样品的水分含量范围为 11.85%~18.60%。

1.3 定量分析模型的建立与评价

采用偏最小二乘法 (PLS) 建立泡芙水分的定量分析模型。偏最小二乘法具有简单、高效的特点,是目前最常用的定量分析方法,已被广泛应用于近红外定量分析应用^[5-9]。

定量分析模型的评价主要由决定系数 (determination coefficient, R^2)、校正集均方根误差 (root mean squared error of calibration, RMSEC)、交互验证均方根误差 (root mean squared error of cross validation, RMSECV)、和预测集均方根误差 (root mean squared error of prediction, RMSEP) 等参数来评价。 R^2 越接近于 1,说明参照值与预测值的数值越接近。模型的 RMSECV 值越小模型校正集的交互验证效果越好, RMSEP 值越小模型预测效果越好。一般情况下,若无特别指明, R^2 一般为校正集的决定系数。

决定系数计算公式如下:

$$R^2 = \left(1 - \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \right) \times 100\% \quad (1)$$

其中, y_i 为第 i 个样品的实测值, \hat{y}_i 为第 i 个样品的估计值, \bar{y} 为样品实测值的平均值。

RMSEC、RMSECV 以及 RMSEP 计算公式如下:

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{n-1}} \quad (2)$$

其中, y_i 为第 i 个样品的实测值, \hat{y}_i 为第 i 个样品的估计值, n 为校正集或检验集或测试集的样品数。

1.4 数据分析

数据采用无锡迅杰光远科技有限公司自主开发的建模软件 IAS Cal-Box 进行分析,包括光谱预处理、PLS 建模分析。使用 Origin 绘制图形。

2 结果与分析

2.1 近红外光谱及预处理

采集到的泡芙样品近红外原始光谱如图 1 所示。

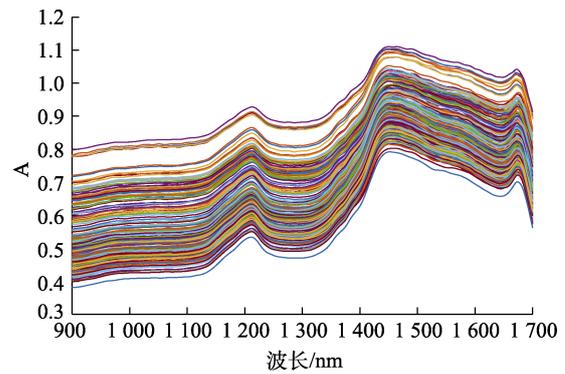


图 1 泡芙样品近红外原始光谱图

Fig.1 Original near infrared spectra of puff samples

由图 1 可以看出,原始光谱存在明显的基线漂移情况,为确保模型的预测性能,需要对其进行预处理。本实验采用的预处理方法为移动窗口平滑 (平滑点数为 11)+SNV。预处理后的光谱如图 2 所示。

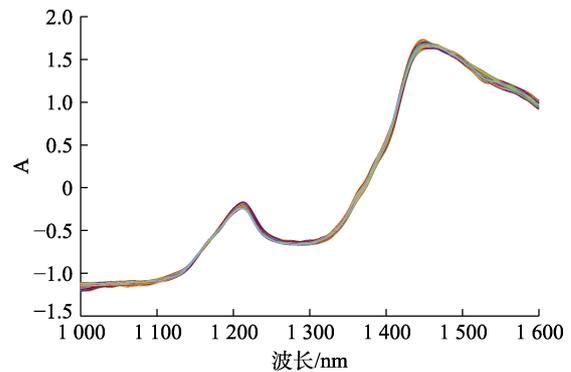


图 2 泡芙样品近红外预处理后光谱图

Fig.2 Spectra of puff samples after near infrared pretreatment

从图 2 可以看出,经过预处理后光谱基线漂移的情况得到了较好地修正。

2.2 泡芙水分定量分析模型建模结果

采用偏最小二乘法将 130 个泡芙样品光谱及其水分理化值进行交互验证回归建模。在建模过程中,模型的主因子数是模型的关键参数之一。主因子数过低,模型的拟合度不足、性能不佳;主因子数过高,模型则容易出现过拟合。因此,合适的主因子数对定量分析模型性能至关重要。不同主因子下,模型的 RMSECV 值如图 3 所示。

由图 3 可以看出,主因子数为 9 时模型的 RMSECV 值降至最低,随后随着主因子数增加模型的 RMSECV 值开始上升。因此,模型的最佳主因子数为 9。在最佳主因子数下,模型的建模结果如表 1 所示。

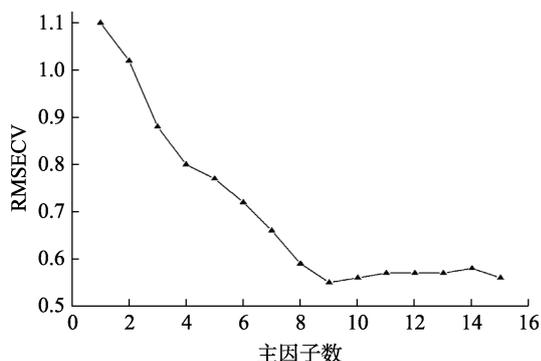


图 3 不同主因子数 RMSECV 值变化图

Fig.3 Variation diagram of RMSECV value of different principal factors

表 1 泡芙水分定量分析模型结果

指标	主因子数	R^2	RMSEC/%	RMSECV/%
水分	9	0.88	0.49	0.55

模型校正集及交互验证集水分预测值和实测值相关关系图以及模型的交互验证误差分布如图 4 和图 5 所示。

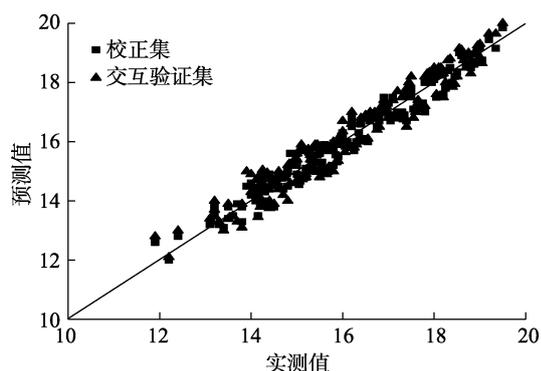


图 4 水分实测值 vs.校正集/交互验证集预测值关系图

Fig.4 Relationship between measured value of moisture and predicted value of correction set / interactive verification set

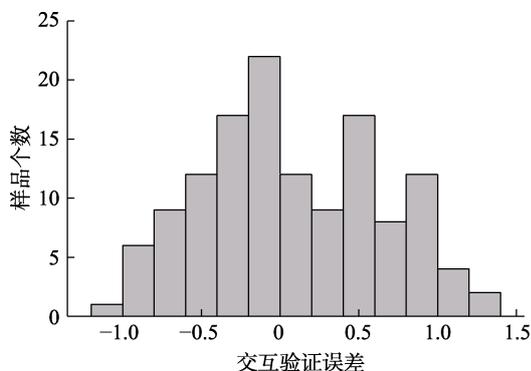


图 5 水分模型交互验证集误差分布图

Fig.5 Error distribution of water model interactive verification set

由表 1 及图 4~5 的结果可以看出，泡芙水分定量分析模型在校正集和交互验证集中均展现出

良好的效果，模型交互验证集误差分布在 $\pm 1.3\%$ 范围内，满足工厂对于样品水分监测精度的要求。

2.3 泡芙水分定量分析模型验证结果

为进一步验证所建立的泡芙水分分析模型的实际使用效果，我们在实际生产过程中取了 30 个泡芙样品进行实测验证，模型预测集的水分预测值和实测值相关关系图以及模型的预测误差分布如图 6 和图 7 所示。

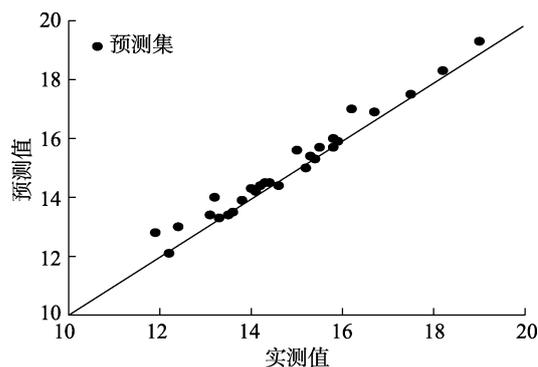


图 6 水分实测值 vs.模型预测值关系图

Fig.6 Relationship between measured value of moisture and predicted value of model

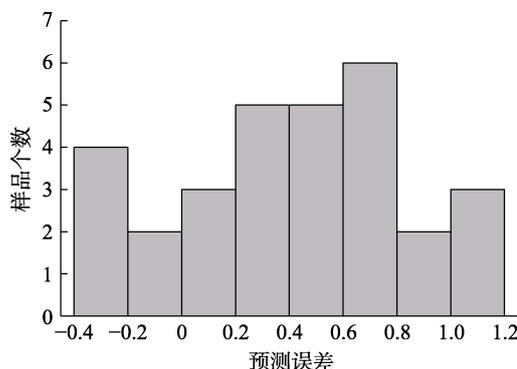


图 7 水分模型预测误差分布图

Fig.7 Distribution diagram of prediction error of moisture model

由图 6~7 的结果可以看出，泡芙水分定量分析模型对 30 个预测样品的预测效果与建模样品效果相当，模型的 RMSEP 值为 0.57%、预测误差在 $\pm 1.3\%$ 范围内。这一结果表明所建立的水分定量分析模型可用于实际生产控制。

3 结论

本研究中，采用 IAS Online-S100 在线近红外光谱分析仪，收集了 130 个泡芙样品，通过移动窗口平滑（平滑点数为 11）+SNV 对光谱进行预处理，PLS 建立了定量分析模型。模型误差在 ± 1.3

以内,模型精度可以满足工厂对样品水分监测的精度需求。

通过 IAS-Online S100 在线近红外光谱分析仪在线实时监测泡芙样品水分,可有效解决泡芙生产过程检测滞后和频率不足的问题。根据工厂成本评估测算,采用在线近红外光谱分析技术每年每条生产线能够节约人力、能耗成本达到 15 万元以上,为企业节能减排、降低生产运行成本创造条件,具有十分突出的使用价值。

同时这一应用案例也表明近红外光谱分析技术在过程分析控制方面具有广阔的应用前景,还有更多的应用领域可以进行探索。

参考文献:

- [1] 陆婉珍. 现代近红外光谱分析技术. 第 2 版[M]. 中国石化出版社, 2007, 北京.
LU W Z. modern near infrared spectroscopy 2nd Edition[M]. China Petrochemical Press, 2007, Beijing.
- [2] 徐广通, 袁洪福, 陆婉珍. 现代近红外光谱技术及应用进展[J]. 光谱学与光谱分析, 2000, (2): 7-15.
XU G T, YUAN H F, LU W Z. modern near infrared spectroscopy technology and application progress[J]. Spectroscopy and spectral analysis, 2000, (2): 7-15.
- [3] 王秋云, 朱建猛, 胡胜祥, 等. 近红外在酱香白酒酒醅检测中的应用[J]. 酿酒科技, 2019, (10): 82-84.
WANG Q Y, ZHU J M, HU S X, et al. Application of near infrared spectroscopy in the detection of fermented grains in Maotai flavor Baijiu liquor[J]. Brewing technology, 2019, (10): 82-84.
- [4] 谭保华, 肖腾飞, 刘琼磊, 等. 典型经济水果近红外漫反射无损检测及其光谱数据分析[J]. 湖北农业科学, 2020, (59): 154-158.
TAN B H, XIAO T F, LIU Q L, et al. Near infrared diffuse reflectance nondestructive testing and spectral data analysis of typical economic fruits[J]. Hubei agricultural science, 2020, (59): 154-158.
- [5] 齐帅. 茶叶和速溶茶粉品质可见/近红外光谱检测方法及便携式仪器开发研究[D]. 2014, 江苏大学.
QI S. Research on visible/near infrared spectroscopy detection method and portable instrument development for the quality of tea and instant tea powder[D]. 2014, Jiangsu University.
- [6] 尹凡, 陈壮宇, 唐春平, 等. 基于在线近红外技术的片烟烟碱均质化系统研究[J]. 科技风, 2020, (29): 188-190.
YIN F, CHEN Z Y, TANG C P, et al. Study on tobacco nicotine homogenization system based on on-line near infrared technology[J]. Science and technology wind, 2020, (29): 188-190.
- [7] 郝超, 赵忠盖, 刘飞. 基于近红外光谱的柠檬酸发酵液化清液概率偏最小二乘法监控[J]. 食品与发酵工业, 2020, (46): 218-224.
HAO C, ZHAO Z G, LIU F. Probability partial least squares monitoring of citric acid fermentation liquefied clear liquid based on near infrared spectroscopy[J]. Food and fermentation industry, 2020, (46): 218-224.
- [8] 郭洁, 解亚娟, 李惠, 等. 近红外光谱法对脑心通胶囊药粉混合均匀度在线检测的应用[J]. 临床医药文献电子杂志, 2020, (7): 125-127.
GUO J, XIE Y J, LI H, et al. Application of near infrared spectroscopy in on-line detection of mixing uniformity of Naoxintong capsule powder[J]. Electronic Journal of clinical medical literature, 2020, (7): 125-127.
- [9] 李季. 面向催化酯化反应的近红外检测关键技术研究[D]. 2019, 北京化工大学.
LI J. Research on key technologies of near infrared detection for catalytic esterification[D]. 2019, Beijing University of chemical technology.
- [10] 于颖. 近红外光谱技术在粮食检测中的应用进展[J]. 食品安全导刊, 2017, (24): 82-84.
YU Y. Application progress of near infrared spectroscopy in grain detection[J]. Food safety guide, 2017, (24): 82-84.
- [11] 李玉鹏. 近红外反射光谱快速评定棉粕营养价值的研究[D]. 2016, 甘肃农业大学.
LI Y P. Study on rapid evaluation of nutritional value of cotton meal by Near Infrared Reflectance Spectroscopy[D]. 2016, Gansu Agricultural University.
- [12] 年芳. 近红外光谱技术及其在饲料分析中的应用[J]. 甘肃农业科技, 2007, (10): 47-49.
NIAN F. Near infrared spectroscopy and its application in feed analysis[J]. Gansu Agricultural Science and technology, 2007, (10): 47-49. 完

备注: 本文的彩色图表可从本刊官网 (http://lyspkj.ijournal.cn)、中国知网、万方、维普、超星等数据库下载获取。