

Közeli-infravörös spektroszkópia: gyors és hatékony eszköz a fruktóztartalom mérésére

Kulcsszavak: Fruktóz (gyümölcscukor), cukrok, °Brix, NIR-spektroszkópia (közeli-infravörös), fruktóz kedvezőtlen élettani hatása, anyagcsere-rendellenessége, szív-és érrendszeri betegségek, spektrum előkezelése, vegyértékrezgés, felharmonikus rezgés, statisztikai spektrum-elemzés

1. ÖSSZEFOGLALÁS

A legújabb kutatások alapján a magas fruktózbevitel fokozott egészségügyi kockázatokkal jár, ezért fontos felhívni a figyelmet az élelmiszerekben és italokban széles körben felhasznált cukor mennyiségére. A különböző cukrok gyors és pontos kimutatása és mennyiségi meghatározása a hagyományos laboratóriumi technológiák alkalmazásával nem egyszerű feladat. Számos korábbi kutatás eredménye utal arra, hogy a közeli-infravörös (NIR – Near Infra Red) spektroszkópia hatékonyan alkalmazható a cukrok minőségi és mennyiségi analízise során. Jelen vizsgálatunk rávilágít ennek a gyors korrelatív analitikai technikának az alkalmazhatóságára a fruktózkoncentráció cukoroldatokban történő mérése terén, amennyiben a bemutatott NIR kalibrációk megbízhatók a °Brix mint relatív paraméter mérésekor ($R^2 = 0,84$), valamint az egyes cukrok közvetlen meghatározásakor ($R^2 > 0,90$), még vegyes összetételű oldatokban is.

Az 1., 2., 3., 4. és 5. ábra feliratait az elemző rendszerek kimenetén megjelenő formátumban közöljük fordítás nélkül.

¹ Élettani és Állategészségügyi Tanszék, Élettani és Takarmányozási Intézet, Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem,

² Élelmiszeripari Méréstechnika és Automatizálás Tanszék, Élelmiszertudományi és Technológiai Intézet, Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem

³ Adexgo Kft., Balatonfüred

* Levelező szerző: bazar@agrilab.hu

YAKUBU, Haruna Gado
KOVÁCS Zoltán Dr.
VITÁLIS Flóra
BÁZÁR György Dr.

harunagado12@gmail.com
kovacs.zoltan.food@uni-mate.hu
vitalis.flora@gmail.com
bazar@agrilab.hu

<https://orcid.org/0000-0002-9606-7140>
<https://orcid.org/0000-0003-0641-8830>
<https://orcid.org/0000-0002-4198-2202>
<https://orcid.org/0000-0001-9829-4366>

2. Bevezetés

Az édesítőszer a feldolgozóipar legszélesebb körben alkalmazott adalékanyagaivá váltak, különösen italok és egyéb termékek, például desszertek vagy joghurtok előállításánál. Az egyik legrégebbi édesítőszer, amit a történelemben dokumentáltak, a méz [1], amely a néhány évtizede szintén hagyományos édesítőszerként fogyasztott egyéb édesítőkhöz hasonlóan, mint a juharszirup, szentjánoskenyér és agave, nagyrészt glükózt, fruktózt, szacharózt, ásványi anyagokat és egyéb vegyületeket tartalmaz [1]. A glükóz szinte mindig jelen van az élelmiszerekben, és alapvető szerepet tölt be az emberi anyagcsere szabályozásában. A szervezetbe juthat szabad cukor formában (glükóz por) vagy polimerekben kötötten mint keményítő, dextrin és maltodextrinek. A glükóz diszacharidokban is előfordul, a leggyakrabban használt cukor, a szacharóz vagy répacukor például glükózból és fruktózból áll [2].

A fogyasztók egészségére gyakorolt hatásuk okán az élelmiszeriparban használt édesítőszer formájával és mennyiségével, valamint a feldolgozott élelmiszerek °Brix-értékével kapcsolatban már egy ideje aggályok merültek fel. Ennek oka elsősorban az anyagcsere-rendellenességek (pl. 2-es típusú cukorbetegség) kialakulásának kockázata, amelyet a magas cukor-, különösen a fruktóz bevitelével hoznak összefüggésbe. A fogyasztók egyre inkább tudatában vannak annak, hogy mit fogyasztanak, és e tudatosság első lépése, hogy a feldolgozott élelmiszerek kalóriatartalmának csökkentését részesítik előnyben, csökkentve a cukorbevitelt is [3].

Megállapították, hogy a nagy glükóz bevitelhez képest a nagy fruktóz bevitel anyagcserezavar [4], elhízás, cukorbetegség, valamint a vér triglicerid koncentrációjának és az inzulin rezisztencia növekedésének magasabb kockázatával jár [5, 6, 7]. A szív- és érrendszeri betegségek, sőt a test szöveteiben előforduló rosszindulatú daganatok magas kockázata összefüggésben lehet a túlzott fruktóz bevitellel [8], valamint a dyslipidaemiával (a vér kóros lipidtartalmával) és a vesebetegségekkel [9].

Az évek során a közeli-infravörös (NIR) spektroszkópia alkalmazása az édesítőszerben lévő cukrok elemzésére könnyebbnek, gyorsabbnak és költséghatékonyabbnak bizonyult [10], mint a nagyműszeres gyakorlatot igénylő és reagenseket igénylő módszerek, például a gázkromatográfia (GC), a nagyhatékonyságú folyadék-kromatográfia (HPLC) és enzimatis analízis [11, 12]. Mind közül a HPLC a leggyakrabban alkalmazott módszer, amelyet a szabad fruktóz-, glükóz-, szacharóz-, maltóz- és laktóztartalom meghatározására használnak [13].

A NIR spektrális régió 800 és 2500 nm (12500–4000 cm^{-1}) közötti hullámhossztartományban található a felharmónikus és kombinációs molekularezgéseket reprezentáló abszorpciókkal, amelyek a –CH, –OH, –NH és –SH funkciós csoportoknak tulajdoníthatók [14]. Glükóz esetében az O–H vegyértékrezgés első felharmónikusa az 1195, 1385, 1520, 1590, 1730 nm abszorpciós sávoknak felel meg, míg a fruktóz és szacharóz O–H vegyértékrezgés első felharmónikusa 1433 nm-re, és a szacharóz, glükóz, fruktóz O–H kombinációs sávja 1928 nm-re tehető [14].

A mono- és diszacharidokat, mint a glükózt, a fruktózt, a szacharózt, a laktózt vizes oldatokban is vizsgálták [15]. Noha az összes érintett cukor azonos moláris koncentrációban volt feloldva, tényleges tömegük jelentősen különbözött a mono- és diszacharidok molekulatömegének különbsége miatt. A keverékekben lévő cukrok mennyiségi meghatározásakor a cukoroldatok moláris koncentrációja kevésbé pontos kalibrációs modelleket adott, a térfogatra vonatkoztatott tömegkoncentrációra illesztett kalibrációs modellekhez képest. Mivel a spektrális információ leginkább a kémiai kötések gerjesztés során bekövetkező fényelnyelést jelenti, ez az információ szorosabb arányban áll a vizes oldatban lévő kémiai kötések és atomok számával, mint a molekulák számával. Az egyes cukrok kalibrációs modelljeinek regressziós vektorai megadták azokat a spektrális régiókat is, amelyek a cukrok kvantitatív elemzésében a legnagyobb jelentőséggel bírnak. Az 1100–1800 nm hullámhossztartományban a regressziós vektorok elemzése meghatározta a víz és az oldott cukrok O–H és C–H kötéseire jellemző spektrális régiókat. A keverékekben lévő cukrok koncentrációjára illesztett kalibrációk még alacsony szinteken (0,0018–0,5243 g/cm^3) is pontos validációs eredményt mutattak, a determinációs együtthatók (R^2_{cv}) 0,841 és 0,961, a standard hiba (SECV – Standard Error of Cross-Validation) értékek 0,024 g/cm^3 és 0,012 g/cm^3 voltak glükóz és fruktóz esetében. Mindez megmutatta egy adott cukor NIR spektroszkópiára alapozott mennyiségi meghatározásának lehetőségét egyes oldatokban [15].

Hasonló tanulmányokban [10, 16, 17] glükóz, fruktóz és szacharóz mennyiségét határozták meg különböző gyümölcslevegekben NIR technika segítségével. A részleges legkisebb négyzetek regressziós (PLSR) modellek pontosnak bizonyultak glükóz, fruktóz és szacharóz esetében ($R^2 > 0,854; 0,963; 0,953$). Egy másik kutatásban szintén megbízható PLSR (Partial Least Squares Regression) modellekről számoltak be a 900–2000 nm hullámhossztartományban [18], míg a 900–1650 nm-es tartomány jónak bizonyult bio cukor és hagyományos barnacukor megkülönböztetésére a részleges legkisebb négyzetek diszkriminanciaanalízis (PLS-DA – Partial Least-Squares Discriminant Analysis) modellek segítségével [19]. Egy másik kutatásban a NIR technika alkalmazásával a glükózkoncentrációt határozták meg glükóz, albumin és foszfát vizes keverékében, és pontos PLSR modellekről számoltak be [20]. Hasonlóképpen beszámoltak *Morinda officinalis* kivonatok glükóz-, fruktóz- és szacharóztartalmának NIR-rel történő becslésének lehetőségéről [21].

A magyar élelmiszeripart számos élelmiszerelőállításra szánt édesítőszer árasztja el. Három kiemelt édesítőszer a D-szacharóz, a K-syrup LDX és a K-sweet F55, utóbbi kettő általánosan használt izocukor. A K-syrup LDX édes, viszkózus, gyorsan kristályosodó szirup, amelyet gyakran használnak fermentációs alapanyagként az élelmiszer- és gyógyszeriparban. Nagy mennyiségben tartalmaz glükózt, dextrózt (93%), kisebb mennyiségben fruktózt (0,5%) és viszkózus folyadékot [22]. A K-sweet azonban magas kalóriatartalmú, glükózból és fruktózból álló izocukor, amiben a fruktóztartalom nagyobb (55%), mint a glükóztartalom (45%) [23]. A harmadik édesítőszer a D-szacharóz, vagy finomított cukor, amit egyre inkább helyettesítenek K-syrup LDX-szel és K-sweet F55-tel.

Jelen kutatásban a NIR spektroszkópia alkalmazhatóságának feltárását tűztük ki célul a széles körben használt D-szacharóz, K-syrup LDX és K-sweet F55 édesítőszeres vizes oldatainak glükóz-, fruktóz-, szacharóztartalmának és °Brix értékének meghatározása terén.

3. Anyagok és módszerek

3.1. Mintaelőkészítés

A vizsgálatok során háromféle cukrot használtunk: D-szacharóz (Carl Roth GmbH, Karlsruhe, Németország): 100% szacharóz; K-Syrup LDX (KALL Ingredients Kft., Tiszapüspöki, Magyarország): 93% glükóz + 0,5% fruktóz + 6,5% víz; K-Sweet F55 (KALL Ingredients Kft., Tiszapüspöki, Magyarország): 45% glükóz + 55% fruktóz. A három cukor vizes oldatait tíz különböző koncentrációban készítettük el. Összesen 30 db, egyenként 100 ml térfogatú mintát készítettünk.

3.2. Laboratóriumi mérés

A °Brix értékeket Hanna HI96801 digitális refraktométerrel mértük és rögzítettük referenciaként az ezt követő NIRS kalibrációhoz. Az egyes cukoroldatok glükóz-, fruktóz- és szacharózkoncentrációját az oldatokhoz adott édesítőszer tömege és az édesítőszeresekben lévő cukrok százalékos aránya alapján számítottuk ki.

A következő összefüggéseket alkalmaztuk a glükóz- és fruktóztartalom kiszámításához a K-syrup LDX és K-sweet F55 oldatokon:

1. Glükóz K-syrup LDX oldatban = $93/100 \cdot$ K-syrup mennyisége oldatban (g/100 g)
2. Fruktóz K-syrup LDX oldatban = $0,5/100 \cdot$ K-syrup mennyisége oldatban (g/100 g)
3. Glükóz K-Sweet F55 oldatban = $45/100 \cdot$ K-sweet F55 mennyisége oldatban (g/100 g)
4. Fruktóz K-sweet F55 oldatban = $55/100 \cdot$ K-sweet F55 mennyisége oldatban (g/100 g)

A 30 minta mért °Brix értékét, valamint az összes cukor-, a glükóz-, a fruktóz-, és a szacharózkoncentrációkat az **1. táblázat** foglalja össze.

1. táblázat. A vizsgálathoz használt vizes cukoroldatok
összes cukor-, glükóz-, fruktóz- és szacharózkoncentrációja és °Brix értéke

Édesítőszer	°Brix	Összes cukor (g/100g)	Glükóz (g/100g)	Fruktóz (g/100g)	Szacharóz (g/100g)
D-szacharóz	1,100	1,100	-	-	1,100
	2,000	2,000	-	-	2,000
	2,900	2,900	-	-	2,900
	4,100	4,100	-	-	4,100
	4,900	4,900	-	-	4,900
	6,000	6,000	-	-	6,000
	6,800	6,800	-	-	6,800
	8,200	8,200	-	-	8,200
	9,100	9,100	-	-	9,100
10,10	10,10	-	-	10,10	
K-syrup LDX	0,300	0,373	0,346	0,001	-
	1,000	1,245	1,157	0,006	-
	2,000	2,491	2,316	0,012	-
	2,500	3,110	2,892	0,015	-
	3,400	4,232	3,935	0,021	-
	4,100	5,107	4,749	0,025	-
	4,200	5,232	4,865	0,026	-
	5,500	6,850	6,370	0,034	-
	6,400	7,971	7,413	0,039	-
7,300	9,000	8,370	0,045	-	
K-sweet F55	0,400	0,420	0,189	0,231	-
	0,700	0,732	0,329	0,402	-
	1,200	1,250	0,562	0,687	-
	1,700	1,779	0,800	0,978	-
	2,500	2,716	1,222	1,493	-
	3,100	3,241	1,458	1,782	-
	3,400	3,558	1,601	1,956	-
	3,900	4,081	1,836	2,244	-
	5,300	5,555	2,499	3,055	-
7,600	7,953	3,578	4,374	-	
Max	10,10	10,10	8,370	4,374	10,10
Min	0,300	0,373	0,189	0,002	1,100
Átlag	4,216	4,403	2,824	0,871	5,520
SD	2,836	2,841	2,434	1,239	3,055

D-szacharóz: 100% szacharóz; K-syrup LDX: 93% glükóz+0.5% fruktóz; K-sweet F55: 45% glükóz+ 55% fruktóz; SD: szórás; Max: maximum érték; Min: minimum érték

3.3. NIR spektroszkópiás mérés

A minták közeli-infravörös fényelnyelését szobahőmérsékleten (25 °C) FOSS NIRSystems 6500 spektrométerrel (FOSS NIRSystems, Inc, Laurel, MD, USA) mértük, amit a WinISI v1.5 szoftverrel (InfraSoft International, Port Matilda, PS, USA) működtettünk. A szkennelést transzmissziós módban végeztük, miután 1 ml térfogatú cukoroldatot 1 mm úthosszú biztosító kvarc küvettaiba töltöttük. Az egyes mintákból két mérési kört végeztük véletlen sorrendben, és mindig a soron következő mintát használtuk a küvetta háromszoros kimosására a szkennelések között. Összesen hatvan spektrumot rögzítettünk, majd a két kör spektrumait átlagoltuk, így harminc spektrumot kaptunk.

3.4. Spektrum előkezelés és többváltozós statisztikai elemzés

A NIR adatok elemzéséhez az Unscrambler v9.7 szoftvert (CAMO Software AS, Oslo, Norvégia) használtuk, míg a °Brix, a glükóz-, a fruktóz- és a szacharózkoncentrációra mért és kalibrált változók leíró statisztikájának kiszámításához a MS Excel 2013 programot használtuk.

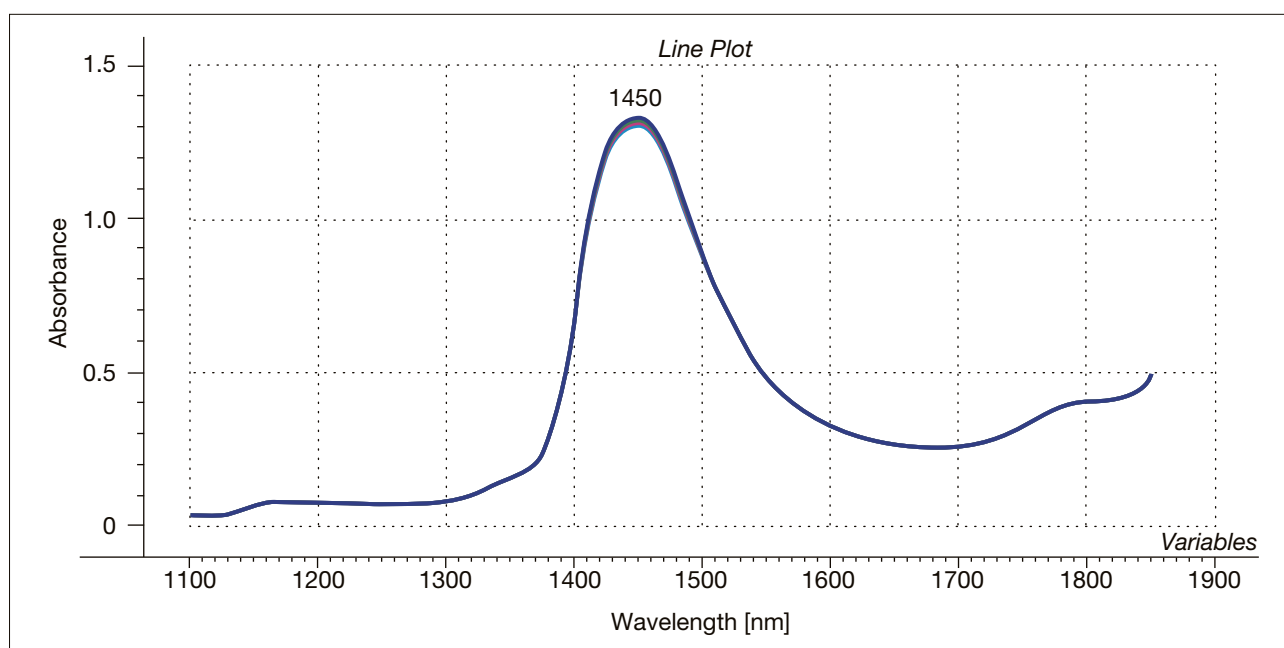
A spektrumok szórásának korrekciójához, valamint pontos és robusztus kalibrációs modellek eléréséhez több spektrum előkezelési eljárást is alkalmaztunk, mint a standard normális változó transzformáció (Standard Normal Variate – SNV), a többszörös szóródási korrekció (Multiplicative Scatter Correction – MSC) és a részegmens második derivált (másodrendű derivált, 5 adatpontos rész, 5 adatpontos szegmens).

Mind a különböző édesítőszerekből készült oldatok csoportosítását, mind a kérdéses kvantitatív paraméterek kalibrációját többváltozós adatelemzéssel végeztük. Főkomponens elemzést (Principal Component Analysis – PCA) alkalmaztunk a spektrális adatok többdimenziós mintázatainak vizsgálatára, és a cukoroldatok három csoportja közötti különbségek leírására [24]. A NIR tartományban (1100-1850 nm) felvett a spektrális adatokra és a referenciaként használt laboratóriumi eredményekre a parciális legkisebb négyzetek regressziójával (PLSR) kalibrációs modelleket készítettünk [24]. A PLSR modellezés során a látens változók optimális számát teljes keresztvalidációval (“leave-one-out”) határoztuk meg, ekkor a harminc lépéses iteratív folyamatban a harminc minta mindegyikét egyszer kihagytuk a kalibrálás során, és a modellek validációja során használtuk fel [24].

A PLSR modellek minősítését a kalibrációs és a keresztvalidációs statisztikák összehasonlításával végeztük el. A különböző modelleket a kalibrációk (C) és validációk (CV) determinációs együtthatóinak (R^2) és legkisebb négyzetes eltérés értékeinek (RMSE) összevetése alapján ítéltük meg: a nagyobb R^2 érték és a kisebb RMSE érték (Root Mean Square Error) jelentette a jobb modellt. A modelloptimalás során az RMSECV (Root Mean Square Error of Cross Validation) értékeket minimalizáltuk.

4. Eredmények és értékelésük

A felvett nyers spektrumok a víz jellegzetes abszorpcióját mutatták a NIR tartományban, amelynek fő csúcsa az O–H vegyértékrezgés első felharmonikus tartományába esik 1450 nm-nél (1. ábra). Az 1780 nm körüli kis csúcs a C–H kötések első felharmonikusát jelöli.

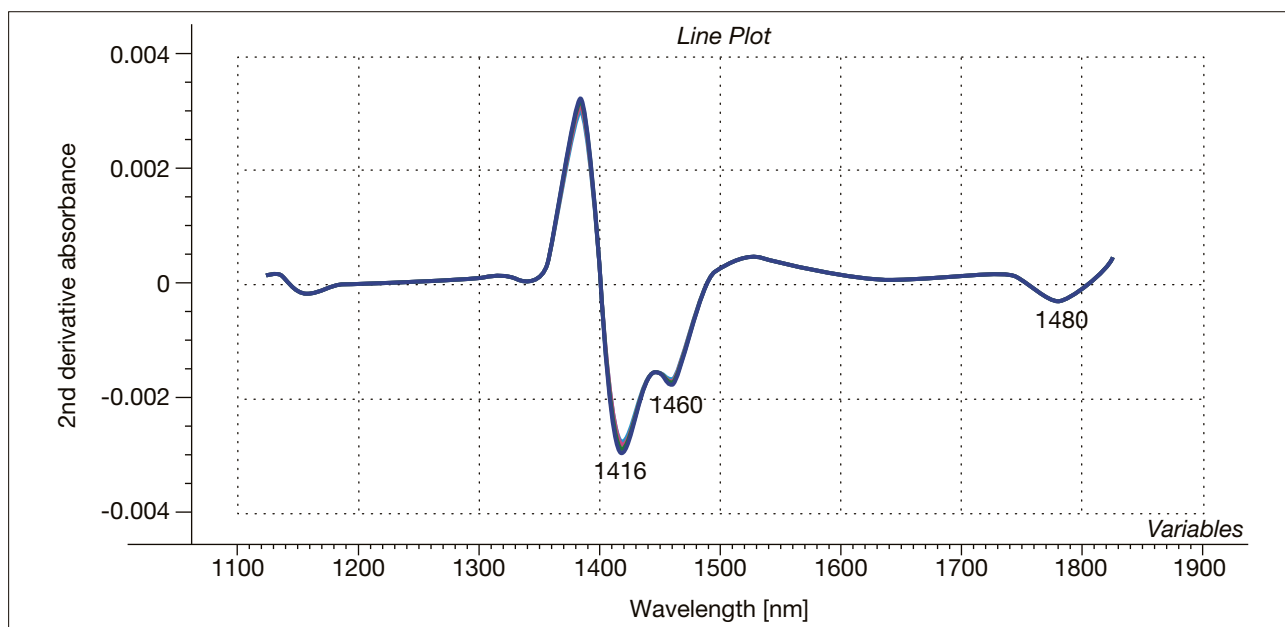


1. ábra. A vizsgált cukoroldatok nyers spektrumai az 1100-1850 nm hullámhossztartományban

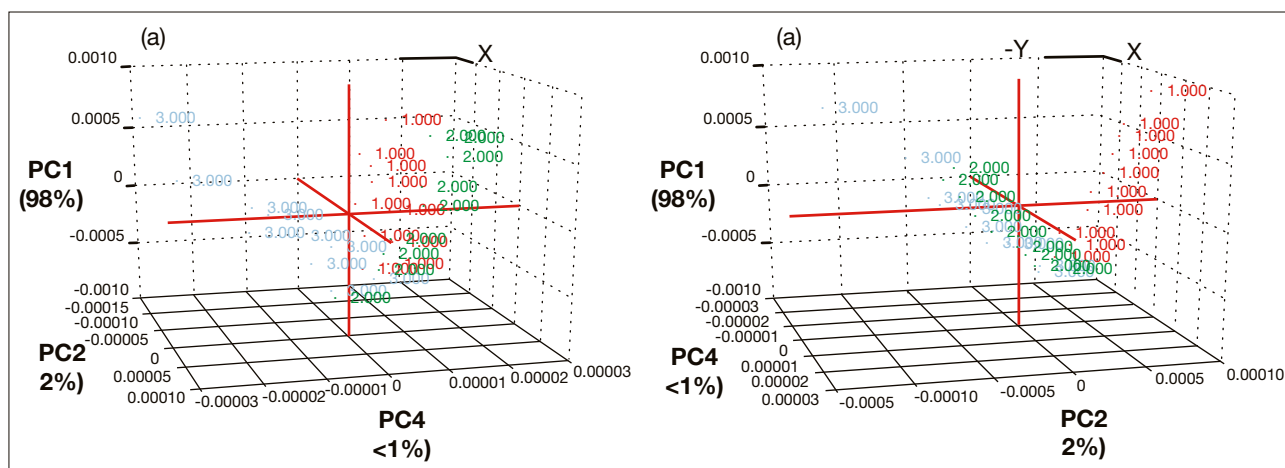
A második derivált spektrumokat a rés-szegmens transzformáció derivált függvényével számítottuk, a rést és a szegmenst egyaránt 5 adatpontra állítottuk, hogy elkerüljük a derivált függvény zajnövelését, ugyanakkor a hasznos jeleket továbbra is az előkezelt adatokban tartjuk. A második derivált spektrum (2. ábra) negatív csúcsai jelzik az eredetileg átfedő abszorpciók helyét és relatív amplitúdóját, amelyek egyként jelennek meg a nyers spektrumokon. Ez mutatja azt a jól leírt jelenséget, miszerint a nyers spektrumon 1450 nm-nél elhelyezkedő fő csúcsot a víz legalább két abszorpciója alkotja 1416 és 1460 nm-nél, amelyek a víz hidrogén-kötéssel kevésbé és jobban kötött állapotainak elnyelési tartományai [15].

Az itt alkalmazott spektrális előkezelések (második derivált, SNV, MSC) nem tették lehetővé a különböző édesítőszerrel készült oldatok vizuális megkülönböztetését, míg a vízabszorpciós csúcsok fokozatos változásai jelezték az oldott cukrok növekvő koncentrációjának a víz szerkezetére gyakorolt hatását [15].

A 3. ábra a harminc oldat második derivált spektruma alapján készült PCA háromdimenziós score diagramját mutatja. A háromféle édesítőszer oldatát különböző színekkel és számokkal jelöltük. A két ábra különböző szögekből mutatja ugyanazt az eredményt, kiemelve, hogy a negyedik főkomponens (PC4) felelős a K-sweet F55 megkülönböztetéséért a D-szacharóztól és a K-syrp LDX-től, míg a második főkomponens (PC2) felelős a D-szacharóz elkülönítéséért a K-syrp LDX-től és a K-sweet F55-től. Tehát a PC2, a kiindulási NIR adatok varianciájának mintegy 2%-át kitevő új látens változó, írja le a monoszacharid és diszacharid oldatok közötti különbségeket, míg a PC4, ami a kiindulási NIR adatok varianciájának kevesebb, mint 1%-át fedi le, írja le a magas fruktóztartalmú szirup és más édesítőszer oldatok közötti különbségeket. A PC2 és PC4 kombinációja leírja a glükóz- és más oldatok közötti különbségeket.



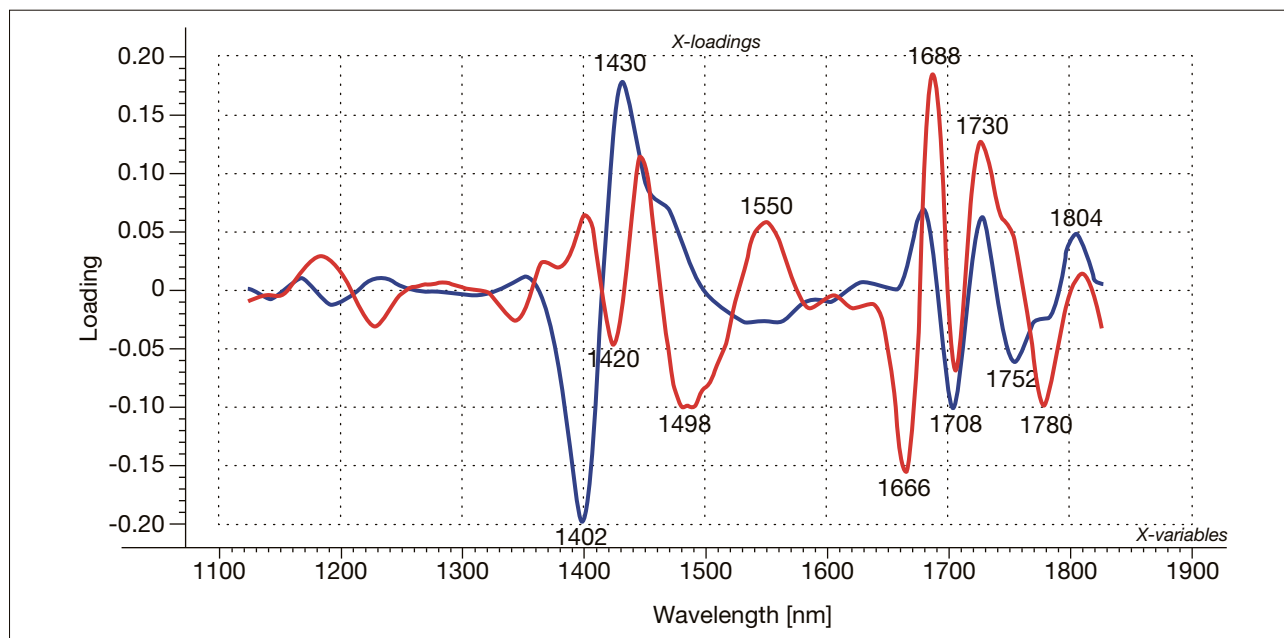
2. ábra. A vizsgált cukoroldatok második derivált spektrumai az 1100-1850 nm hullámhossztartományban



3. ábra. A háromféle cukoroldat második derivált spektrumai alapján készült főkomponens elemzés (PCA) score értékei (a) az első (PC1), második (PC2) és negyedik (PC4) főkomponens, illetve (b) a PC1, PC4 és PC2 által meghatározott háromdimenziós térben. A piros (1), zöld (2) és világoskék (3) pontok egyenként jelölik a D-szacharózt, a K-Syrup LDX-et és a K-Sweet F55-öt.

A **4. ábra** szemlélteti a PC2 és PC4 loading vektorokat. Azok a hullámhossztartományok felelősek leginkább a főkomponensek score értékeiért, amelyek a legnagyobb eltérést mutatják a nullához képest, vagyis a hozzárendelt csúcsok jelölik a cukoroldatok közötti különbséget előidéző abszorpciós sávokat. A sávok beosztása jó összhangban van korábbi megállapításokkal [14,15], vagyis az 1300-1600 nm-es intervallumban lévő csúcsok a víz oldott cukrok hatására bekövetkező molekuláris változásaira utalnak, míg az 1600-1850 nm-es intervallum csúcsai a jellemző C–H abszorpciós sávokat jelölik.

A mért °Brix és a számított glükóz-, fruktóz-, szacharózkoncentráció alapján PLS regresszióval épített kalibrációs modelleket a **2. táblázat** és az **5. ábra** foglalja össze.



4. ábra. A PC2 (kék) és PC4 (piros) loading vektorok, amelyek egyenként mutatják a felelős abszorpciós sávokat a D-szacharóz elkülönülésében a K-Syrup LDX-től és a K-Sweet F55-től, valamint a K-Sweet F55 elkülönülésében a D-szacharóztól és a K-Syrup LDX-től.

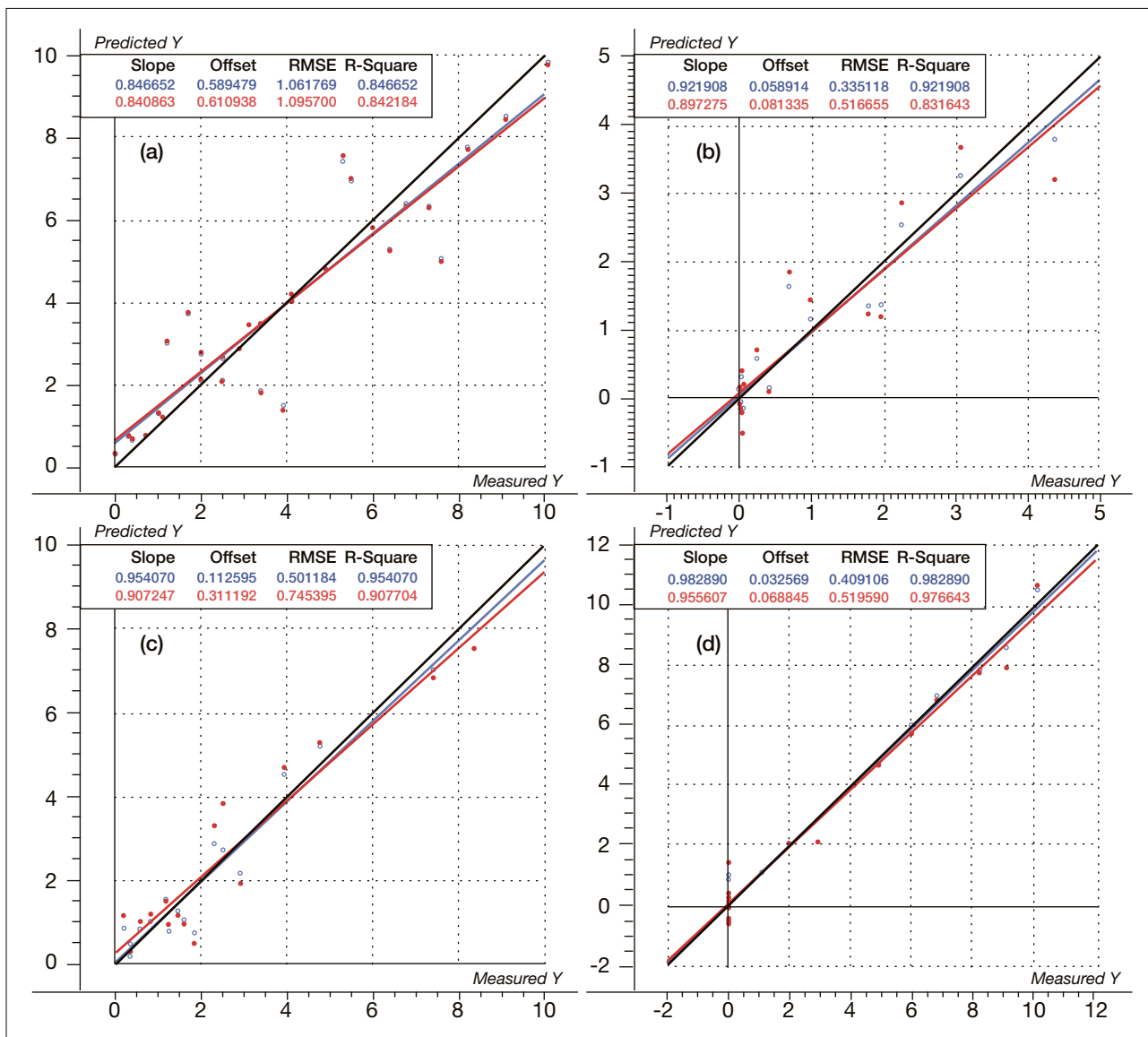
2. táblázat. A kalibrációs és validációs statisztikák a °Brix, a glükóz-, a fruktóz- és a szacharózkoncentrációra cukoroldatokban (n = 30) a legjobb modellek kiemelésével

Matematikai előkezelés	LV	Komponens	R ² _c	RMSEC (g/100ml)	R ² _{cv}	RMECV (g/100ml)
NONE	1	°Brix	0,846	1,06	0,842	1,09
NONE	3	Fructose	0,921	0,33	0,831	0,51
NONE	3	Glucose	0,871	0,85	0,820	1,04
NONE	3	Sucrose	0,927	0,83	0,897	1,02
MSC	1	°Brix	0,853	1,04	0,832	1,10
MSC	3	Fructose	0,791	0,47	0,573	0,70
MSC	3	Glucose	0,942	0,58	0,907	0,78
MSC	3	Sucrose	0,976	0,50	0,958	0,58
SNV	1	°Brix	0,857	1,01	0,794	1,26
SNV	3	Fructose	0,750	0,55	0,642	0,70
SNV	3	Glucose	0,914	0,68	0,868	0,88
SNV	3	Sucrose	0,962	0,60	0,936	0,81
2D5G5S	2	°Brix	0,861	1,00	0,823	1,15
2D5G5S	3	Fructose	0,772	0,51	0,648	0,64
2D5G5S	3	Glucose	0,954	0,50	0,907	0,74
2D5G5S	2	Sucrose	0,982	0,40	0,976	0,51

LV: látens változók száma, R²_c: kalibráció determinációs együtthatója, RMSEC: kalibráció átlagos négyzetes eltérése, R²_{cv}: keresztvalidáció determinációs együtthatója, RMSECv: keresztvalidáció átlagos négyzetes eltérése, MSC: többszörös szóródási korrekció, SNV: standard normális változó, 2D5G5S: másodrendű derivált 5 pontos réssel és 5 pontos szegmensen

A °Brix esetében a legjobb eredményeket spektrális előkezelés nélkül érték el. A °Brix RMSE értéke 1 °Brix körül volt, ami a mért referenciaérték szórásának majdnem harmada. A cukorkoncentrációk RMSE értékei hasonlóan alacsonyok voltak. A fruktóza kaptuk a leggyengébb eredményeket, melynek oka a számos alacsony koncentrációjú minta (0,05% alatt) – ezen a szinten a modell gyengébben teljesített, mint a nagyobb koncentrációknál (**5. (b) ábra**). A glükóz és szacharóz esetében a második derivált előkezelés, míg a fruktóz esetében a kezeletlen spektrum adta a legjobb eredményeket.

A legjobb °Brix, fruktóz, glükóz és szacharóz modellek kalibrációs és keresztvalidációs egyeneseit az **5. ábra** mutatja. A fekete átló az optimális, míg a kék és a piros egyenesek a kalibrációs és keresztvalidációs illeszkedést mutatják. A kék pontok a NIR által becsült összetételi értékeket jelölik a laboratóriumi referenciaértékek függvényében a kalibráció során, a piros pontok pedig a NIR által a keresztvalidáció során becsült értékeket mutatják szintén a referenciaértékek függvényében. Minél közelebb helyezkednek el a pontok a regressziós egyeneshez, és minél kevésbé tér el a regressziós egyenes az optimális illeszkedéstől, annál jobb a kalibrációs modell. Az esetek többségében a kapott modellillesztések elérik az optimálisat, ami azt jelenti, hogy a NIR által becsült értékek közel megegyeznek a tényleges laboratóriumi referenciaértékekkel. Ennek a kutatásnak a kalibrációs és keresztvalidációs eredményei összhangban vannak a korábban említett, cukoroldatok és gyümölcslevek esetében kapott eredményekkel. Ezek az eredmények igazolják, hogy megfelelő kalibrációs folyamat után a NIR spektroszkópia megfelelő és hatékony eszköz egyes egyszerű cukrok gyors, egyszerű és pontos mérésére keverék oldatokban.



5. ábra: Optimális modellillesztés (fekete átló), valamint a legjobb kalibrációs (kék) és keresztvalidációs (piros) (a) °Brix, (b) fruktóz-, (c) glükóz- és (d) szacharózkoncentráció illesztés

5. Következtetések, záró gondolatok

A széles körben használt édesítőszerrel kapcsolatos kutatásunk eredményei megerősítik azokat a korábban publikált eredményeinket, miszerint a NIR spektroszkópia hasznos és hatékony módszer egyes cukrok kimutatására és mennyiségi meghatározására akár vegyes oldatokban is. A NIR spektrométerek ma már nem csupán a hordozható méretben, de akár néhány centiméteres chipként is elérhetők, így jelentős potenciál rejlik ebben a technikában a mindennapi élelmiszerminősítés terén. Az alkalmazások széles körét kell tesztelni és használni a termékek ellenőrzésére, így garantálva az élelmiszerbiztonságot és a beltartalmi összetételt. Ezen alkalmazások közül az ételek és italok fruktóztartalmának ellenőrzése és igazolása hasznos lehet a fogyasztók egészségének védelme szempontjából, mivel ez az összetevő bizonyítottan növeli több modern kori betegség kialakulásának kockázatát. A NIR spektroszkópia mint másodlagos korrelatív analitikai technika feltételezhetően a jövőben is alkalmatlan lesz arra, hogy segítségével egy teljesen ismeretlen összetételű folyadékban kimutassuk a fruktózt és meghatározzuk annak mennyiségét, viszont alkalmas lehet arra, hogy egy ismert, fruktózt nem, vagy csak meghatározott mennyiségben tartalmazó folyadékban jelezze annak túlzott jelenlétét. A NIR eszközök felhasználhatósága természetesen korlátozott, és nem tekinthetünk rájuk úgy, mint a klasszikus analitikai módszerek kiváltóira, azonban a lehetőségek racionális kihasználása révén hasznos alkalmazások fejleszthetők a gyakorlat számára.

6. Irodalom

- [1] Edwards, C. H., Rossi, M., Corpe, C. P., Butterworth, P. J., & Ellis, P. R. (2016): The role of sugars and sweeteners in food, diet and health: Alternatives for the future. *Trends in Food Science and Technology*, 56, pp. 158-166.
<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.07.008>
- [2] White, E., McMahon, M., Walsh, M., Coffey, J. C., & O'Sullivan, L. (2014): Creating Biofidelic Phantom Anatomies of the Colorectal Region for Innovations in Colorectal Surgery. *Proceedings of the International Symposium on Human Factors and Ergonomics in Health Care*, 3 (1), pp. 277-282.
<https://doi.org/10.1177/2327857914031045>
- [3] Gardner, C., Wylie-Rosett, J., Gidding, S. S., Steffen, L. M., Johnson, R. K., Reader, D., & Lichtenstein, A. H. (2012): Nonnutritive sweeteners: Current use and health perspectives: A scientific statement from the American heart association and the American diabetes association. *Circulation*, 126 (4), pp. 509-519.
<https://doi.org/10.1161/CIR.0b013e31825c42ee>
- [4] Taskinen, M. R., Packard, C. J., & Borén, J. (2019): Dietary fructose and the metabolic syndrome. *Nutrients*, 11 (9), pp. 1-16.
<https://doi.org/10.3390/nu11091987>
- [5] Bray, G. A. (2013): Energy and fructose from beverages sweetened with sugar or high-fructose corn syrup pose a health risk for some people. *Advances in Nutrition*, 4 (2), pp. 220-225.
<https://doi.org/10.3945/an.112.002816>
- [6] Malik, V. S., & Hu, F. B. (2015): Fructose and Cardiometabolic Health What the Evidence from Sugar-Sweetened Beverages Tells Us. *Journal of the American College of Cardiology*, 66 (14), pp. 1615-1624.
<https://doi.org/10.1016/j.jacc.2015.08.025>
- [7] Rizkalla, S. W. (2010): Health implications of fructose consumption: A review of recent data. *Nutrition and Metabolism*, 7, pp. 1-17.
<https://doi.org/10.1186/1743-7075-7-82>
- [8] Biró, G. (2018): Human biological characteristics of fructose. *Journal of Food Investigation*, 64 (1), pp. 1908-1916.
- [9] Collino, M. (2011): High dietary fructose intake: Sweet or bitter life? *World Journal of Diabetes*, 2 (6), pp. 77.
<https://doi.org/10.4239/wjd.v2.i6.77>
- [10] Liu, Y., Ying, Y., Yu, H., & Fu, X. (2006): Comparison of the HPLC method and FT-NIR analysis for quantification of glucose, fructose, and sucrose in intact apple fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54 (8), pp. 2810-2815.
<https://doi.org/10.1021/jf052889e>
- [11] Giannoccaro, E., Wang, Y. J., & Chen, P. (2008): Comparison of two HPLC systems and an enzymatic method for quantification of soybean sugars. *Food Chemistry*, 106 (1), pp. 324-330.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.04.065>
- [12] Yuan, H., Wu, Y., Liu, W., Liu, Y., Gao, X., Lin, J., & Zhao, Y. (2015): Mass spectrometry-based method to investigate the natural selectivity of sucrose as the sugar transport form for plants. *Carbohydrate Research*, 407, pp. 5-9.
<https://doi.org/10.1016/j.carres.2015.01.011>

- [13] International Association of Analytical Chemistry, A. (1990): Official Methods of Analysis of the AOAC. Arlington VA
- [14] López, M. G., García-González, A. S., & Franco-Robles, E. (2017): Carbohydrate Analysis by NIRS-Chemometrics. In K. G. Kyrianiadis & S. Jan (Eds.), *Developments in Near-Infrared Spectroscopy* pp. 81-95
<https://doi.org/10.5772/67208>
- [15] Bázár, G., Kovacs, Z., Tanaka, M., Furukawa, A., Nagai, A., Osawa, M., Itakura, Y., Sugiyama, H., Tsenkova, R. (2015): Water revealed as molecular mirror when measuring low concentrations of sugar with near infrared light. *Analytica Chimica Acta*, 896, pp. 52-62.
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.09.014>
- [16] Xie, L., Ye, X., Liu, D., & Ying, Y. (2009): Quantification of glucose, fructose and sucrose in bayberry juice by NIR and PLS. *Food Chemistry*, 114 (3), pp. 1135-1140.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.10.076>
- [17] Rodriguez-Saona, L. E., Fry, F. S., McLaughlin, M. A., & Calvey, E. M. (2001): Rapid analysis of sugars in fruit juices by FT-NIR spectroscopy. *Carbohydrate Research*, 336 (1), pp. 63-74.
[https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(01\)00244-0](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(01)00244-0)
- [18] Mekonnen, B. K., Yang, W., Hsieh, T. H., Liaw, S. K., & Yang, F. L. (2020): Accurate prediction of glucose concentration and identification of major contributing features from hardly distinguishable near-infrared spectroscopy. *Biomedical Signal Processing and Control*, 59, pp. 101923.
<https://doi.org/10.1016/j.bspc.2020.101923>
- [19] De Oliveira, V. M. A. T., Baqueta, M. R., Março, P. H., & Valderrama, P. (2020): Authentication of organic sugars by NIR spectroscopy and partial least squares with discriminant analysis. *Analytical Methods*, 12, pp. 701-705.
<https://doi.org/DOI: 10.1039/C9AY02025J>
- [20] Khadem, H., Eissa, M. R., Nemat, H., Alrezj, O., & Benaissa, M. (2020): Classification before regression for improving the accuracy of glucose quantification using absorption spectroscopy. *Talanta*, 211 (January), pp. 120740.
<https://doi.org/10.1016/j.talanta.2020.120740>
- [21] Hao, Q., Zhou, J., Zhou, L., Kang, L., Nan, T., Yu, Y., & Guo, L. (2020): Prediction the contents of fructose, glucose, sucrose, fructo-oligosaccharides and iridoid glycosides in *Morinda officinalis* radix using near-infrared spectroscopy. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, pp. 234
<https://doi.org/10.1016/j.saa.2020.118275>
- [22] KALL, I. (2020): K-syrup LDX. Retrieved from <http://kallingredients.hu/en/products/2/14/k-syrup-ldx>
- [23] KALL, I. (2020): K-sweet F55. Retrieved from <http://kallingredients.hu/en/products/2/12/k-sweet>
- [24] Naes, T., Isaksson, T., Fearn, T., & Davies, T. (2002): *A user-friendly guide to multivariate calibration and classification*. Chichester, UK: NIR Publications