

使用 Agilent Cary 630 ATR-FTIR 光谱仪测定婴儿米粉中的蔗糖浓度

应用简报

食品检测与农业

作者

Chih-An Lin、Huseyin Ayvaz 和
Luis E. Rodriguez-Saona
食品科学与技术学院
俄亥俄州立大学
美国俄亥俄州哥伦布

摘要

将纯米粉和裹有蔗糖的婴儿米粉研磨，并用 Agilent Cary 630 傅立叶变换中红外仪 (FTIR) 测定蔗糖、葡萄糖和果糖浓度，并与 HPLC 测量值进行比较。结果表明使用便携式 FTIR 仪器得到的测量结果与 HPLC 测量结果一致，且 Cary 630 适用于对早餐米粉中的糖浓度进行实时分析。



Agilent Technologies

前言

早餐米粉的蔗糖外衣用于改善口感和外观，但由于对健康的影响，需要对这些米粉中存在的糖含量进行测量和控制。在生产过程中可能难以控制糖衣的含量，这对测量最终产品中的糖类提出了更高的要求。色谱法或湿法化学通常用于此目的，然而，这些方法既费时费力，又需要进行额外的样品前处理。因此，人们需要新的糖测量方法，以避免传统分析方法在分析糖类时遇到的问题。

本应用简报介绍了 [1] 配备单次反射钻石晶体衰减全反射 (ATR) 采样接口的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪能提供与常用 HPLC 方法相当的结果。Cary FTIR 系统相对于色谱方法的优势包括：

- 分析速度更快
- 除研磨以外，无需进行样品稀释或前处理
- 用户无需具备丰富经验，也能获得可靠的分析结果
- 无需将样品送至远程实验室进行分析，即这款光谱仪可随时随地进行测量

最后一点非常重要，因为现在越来越多地需要在靠近生产地的地点分析食品成分，或在收到需要进一步处理（以坚定真伪和内容物）的产品时立即分析食品成分。中红外光谱仪是一种适用于质量保证的无损快速筛查工具，Cary 630 [2,3] 或 Agilent 4500 完全便携式 FTIR [4] 系统等安捷伦 FTIR 系统是用于现场、接收地或食品生产线的重要仪器。

实验部分

将米粉样品（90 个样品，包括原味米粉、裹蔗糖米粉或调味米粉）分别置于搅拌机中磨碎。将粉末样品直接置于配备安捷伦钻石晶体 ATR 采样接口的 FTIR 光谱仪（图 1）上。利用 ATR 接口中的样品压头确保磨碎的粉末与传感器表面产生良好接触。以 4 cm^{-1} 的分辨率在 $4000\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ 区域采集得到包括 64 次叠加干涉图的谱图数据，并使用商品化多变量分析软件包对其进行分析 [5]。将谱图归一化，经 Savitsky-Golay 二阶多项式滤波器 35 点窗口二阶导数变换，随后进行偏最小二乘回归分析。



图 1. 采用配备钻石晶体 ATR 采样接口的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪测量米粉中的糖类

在样品经过磨碎、溶解和过滤后，使用标准 HPLC 方法测定蔗糖、葡萄糖和果糖浓度。

结果与讨论

利用 HPLC 参比方法 (表 1A、1B) 测定的婴儿米粉中的糖类浓度范围为 0.5-18.1 g/100 g 米粉, 取决于米粉是否具有糖衣。

表 1A. 婴儿米粉中的平均葡萄糖和果糖浓度 (/100 g 米粉)

糖	含量 (g)
葡萄糖	0.66 ± 0.32
果糖	1.09 ± 0.51

表 1B. 裹糖衣和未裹糖衣的婴儿米粉中的平均蔗糖浓度 (/100 g 米粉)

	未裹糖衣的米粉	裹有糖衣的米粉
蔗糖	1.2 ± 0.7 g	11.8 ± 3.5 g

粉末米粉样品的中红外谱图 (图 2) 在 1000 cm^{-1} 左右显示出高强度的宽吸收峰, 来源于糖和玉米淀粉组分。

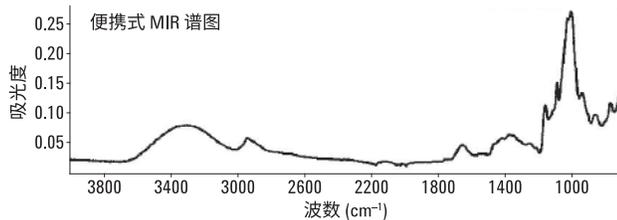


图 2. 婴儿米粉的中红外谱图。1200–900 cm^{-1} 区域的强吸收是由于 C-C 和 C-O 伸缩振动以及 C-O-H 和 C-O-C 变形振动。1000 cm^{-1} 左右的蔗糖特征谱带被玉米淀粉的强吸收所掩盖

采用多变量偏最小二乘法对谱图数据进行处理。与通过 HPLC 参比方法获得的数据 (图 3, 表 2) 相比, 20 个额外样品的独立外部验证集表明蔗糖存在高度相关性 (> 0.95)。

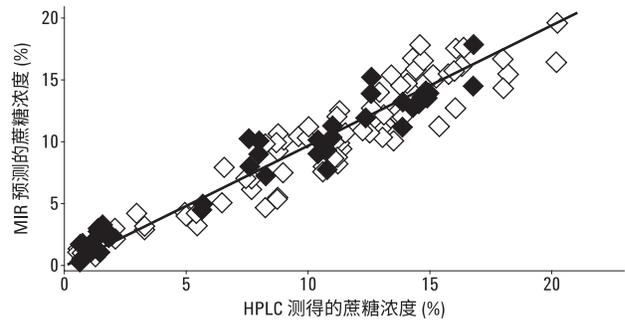


图 3. 通过多变量 PLS 模型将 FTIR 谱图与 HPLC 结果相关联得到的蔗糖估测浓度。黑色方块代表验证样品

表 2. 由 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪预测婴儿玉米型米粉中蔗糖浓度获得的谱图生成的校准性能和预测模型

	校准模型 (n = 70)	验证模型 (n = 20)
蔗糖浓度范围 (%)	0.5–18.1	0.6–16.7
米粉样品数量	70	20
校准模型中交叉验证的标准偏差	1.46	1.27
相关系数	0.97	0.97
参比数据的 SD/预测值的 SE	3.94	4.41

同样，与通过 HPLC 参比方法获得的结果相比，总糖（葡萄糖、果糖和蔗糖）的 FTIR 结果也表现出极其优异的相关性（图 4，表 3）。

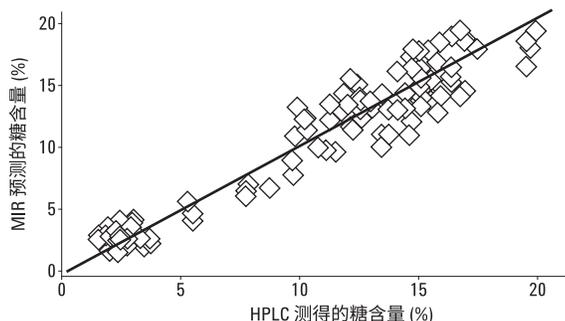


图 4. 利用 PLS 方法通过比较总糖 FTIR 谱图与相关联 HPLC 参比方法的结果得到的校准曲线

表 3. 通过关联 FTIR 和 HPLC 结果得到校准曲线的统计结果

	校准模型 (n = 80)
总糖含量范围 (%)	1.4%–19.9%
米粉样品数量	80
校准模型中交叉验证的标准偏差	1.56
相关系数	0.96
参比数据的 SD/预测值的 SE	3.80

紧凑型 Cary 630 和 4500 便携式光谱仪采用高度直观的 Agilent Microlab 软件。该软件能够将 PLS 校准模型嵌入按键式方法中，使经验水平各不相同的用户均获得并报告准确的结果，即使不了解所用化学计量学模型基本原理的用户也可使用。

结论

Agilent Cary 630 FTIR 采集的婴儿米粉红外谱图与蔗糖和总糖的 HPLC 数据表现出非常优异的相关性。这从另一方面证明，紧凑型安捷伦 FTIR 光谱仪适用于食品行业的常规分析和质量控制。FTIR 测量米粉产品中蔗糖浓度的方法比色谱分析方法简单得多，前者分析速度更快，几乎省略了 HPLC 需要的所有样品前处理步骤。采用 FTIR 系统获得可靠结果对用户的专业技术水平要求远低于色谱分析，因此这款中红外系统可采用多种设置由各种技能水平的人员使用。除 Cary 630 光谱仪以外，由电池供电的 Agilent 4500 完全移动式 FTIR 能够使分析人员在实验室之外和更靠近样品的地方随时进行测量。

致谢

本应用简报中的数据 and 结果由俄亥俄州立大学食品科学与技术学院 Luis Rodriguez-Saona 教授的研究组提供 [1]。

参考文献

1. C-A Lin, *et al.* "Application of Portable and Handheld Infrared Spectrometers for Determination of Sucrose Levels in Infant Cereals" *Food Anal. Methods* **7**, 1407-1414 (2014)
2. Z. Farooq, A. Ismail, QA/QC of sugars using the Agilent Cary 630 ATR-FTIR analyzer (使用 Agilent Cary 630 ATR-FTIR 分析仪进行糖类的 QA/QC), 安捷伦, 出版号 5991-0786EN (2012)
3. A. Rein, FTIR analysis provides rapid QA/QC and authentication of food ingredients prior to processing (FTIR 分析可在食品加工前实现快速的 QA/QC 和食品成分鉴定), 安捷伦, 出版号 5991-1246EN (2012)
4. Pirouette Chemometric Modelling Software, *Infometrix Inc*, Woodville WA
5. <http://www.chem.agilent.com/en-US/Products-Services/Instruments-Systems/Molecular-Spectroscopy/4500-Series-Portable-FTIR/pages/default.aspx>

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015

2015年7月27日，中国出版

5991-6126CHCN



Agilent Technologies