

Przedmiot badań

Suplementy diety.

Wykonanie ćwiczenia

1. Na podstawie widma absorpcji i widma emisji fluorescencji wodnego roztworu witaminy B₂ wybrać długość fali światła wzbudzającego oraz długość fali odpowiadającą maksimum emisji fluorescencji. Ustawić odpowiednie długości fali na monochromatorze wzbudzeniowym i emisyjnym.
2. Zmierzyć intensywność fluorescencji (I_F) roztworów wzorcowych i próbki:
 - a) wprowadzić do przyrządu kuwety z roztworami wzorcowymi witaminy B₂, odczytać I_F ,
 - b) wprowadzić do przyrządu kuwetę z próbką, odczytać I_F .

Opracowanie wyników

1. Wykreślić krzywą wzorcową $I_F = f(c)$ i wyznaczyć jej równanie.
2. Na podstawie zmierzonej I_F badanej próbki wyznaczyć z równania krzywej wzorcowej stężenie witaminy B₂ w roztworze.
3. Podać zawartość witaminy B₂ (w mg) w jednej tabletkce produktu, wiedząc, że tabletkę rozpuszczono w 1000 ml wody.

II. Metoda absorpcyjometryczna

Aparatura

Absorpcjometr lub spektrofotometr UV-VIS.

Przedmiot badań

Suplementy diety.

Wykonanie ćwiczenia

1. Na podstawie widma absorpcji wodnego roztworu witaminy B₂ wybrać analityczną długość fali do pomiarów absorbancji.
2. Wykonać kalibrację przyrządu: ustawić $T = 100\%$ ($A = 0$) w stosunku do odnośnika.
3. Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych i próbki:
 - a) wprowadzić do przyrządu kuwety z roztworami wzorcowymi witaminy B₂, odczytać absorbancję,
 - b) wprowadzić do przyrządu kuwetę z próbką, odczytać absorbancję.

skrzyżowanych linii (nici pajęcznych). Odczytać wyznaczony współczynnik załamania światła n .

Opracowanie wyników

Określić czystość badanych olejów poprzez porównanie wyznaczonego współczynnika załamania światła ze współczynnikiem charakterystycznym dla danego oleju.

Zadanie III

Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego w produkcie metodą refraktometryczną

Napój alkoholowy to produkt przeznaczony do spożycia zawierający alkohol etylowy pochodzenia rolniczego w stężeniu przekraczającym 0,5% objętościowych alkoholu. Alkohol etylowy jest także stosowany w środkach dezynfekujących ze względu na działanie bakteriobójcze, wirusobójcze i grzybobójcze. Etanol i woda mają różne współczynniki załamania światła, dlatego możliwe jest oznaczenie zawartości alkoholu w mieszaninie tych związków metodą refraktometryczną. Jest to metoda szybka i prosta, lecz mało selektywna, a obecność innych składników produktu wpływa na wynik pomiaru.

Aparatura

Refraktometr z automatyczną kompensacją temperatury.

Przedmiot badań

Napoje alkoholowe, płyny do dezynfekcji.

Wykonanie ćwiczenia

1. Sprawdzić prawidłowość kalibracji przyrządu, posługując się wodą demineralizowaną.
2. Nanieść kilka kropli produktu na pryzmat pomiarowy i zmierzyć procentową zawartość alkoholu etylowego. Pomiary wykonać w trzech powtórzeniach dla każdego produktu.

Opracowanie wyników

Podać zawartość alkoholu etylowego w badanych produktach. Porównać uzyskane wyniki z deklaracjami producenta podanymi na etykiecie produktu.

2. Określić połysk badanych próbek (próbka matowa, próbka o średnim połysku, próbka o wysokim połysku).

Zagadnienia pomocnicze

1. Zastosowania pomiarów barwy i połysku.
2. Parametry barwy.
3. Barwy chromatyczne i achromatyczne, widmowe i niewidmowe.
4. Własności systemów CIE Yxy , $L^*a^*b^*$ oraz $L^*C^*h^\circ$.
5. Zjawisko metameryzmu.
6. Warunki obiektywnego pomiaru barwy.
7. Instrumentalne metody obiektywnego pomiaru barwy: metoda spektrofotometryczna i kolorymetrii tróchromatycznej (trójbodźcowej).
8. Pomiar barwy w świetle przechodzącym i odbitym.
9. Pomiar połysku.

ROZDZIAŁ VI

Spektroskopia w bliskiej podczerwieni (NIR)

Rejon bliskiej podczerwieni (*near infrared*, NIR) obejmuje promieniowanie w przedziale 800–2500 nm ($12\,500\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$). Absorpcja promieniowania w zakresie bliskiej podczerwieni pochodzi od grup funkcyjnych zawierających atom wodoru: C–H, N–H, O–H, S–H oraz grupę C=O. Oprócz informacji o składzie chemicznym próbki, np. zawartości wody, widma NIR dostarczają informacji o właściwościach fizycznych, np. gęstości. Ze względu na ograniczoną selektywność i nakładanie się pasm pochodzących od różnych składników do analizy jakościowej lub ilościowej widm NIR stosuje się algorytmy uczenia maszynowego.

Zadanie I

Techniki pomiaru widm w zakresie bliskiej podczerwieni wybranych produktów i ich składników

W zależności od rodzaju próbki (np. ciecz, ciało stałe nierozdrobnione, proszek, pasta) stosuje się różne techniki pomiaru widm w zakresie bliskiej podczerwieni: transmisję, transmisję rozproszoną, transfleksję, odbicie rozproszone. Użycie sond światłowodowych umożliwia pomiar w czasie rzeczywistym np. bezpośrednio w zbiorniku lub na linii produkcyjnej.

Aparatura

Spektrofotometr FT-NIR.

Przedmiot badań

Produkty o różnym składzie i postaci fizycznej.

Wykonanie ćwiczenia

Zmierzyć widma NIR badanych próbek (ciekłych i stałych) w zakresie od $12\,500\text{ cm}^{-1}$ do 4000 cm^{-1} .

Opracowanie wyników

Scharakteryzować widma badanych próbek, określić położenie pasm w widmie.

Zadanie II

Oznaczenie parametrów jakościowych produktu na podstawie wielowymiarowej analizy widm w zakresie bliskiej podczerwieni

Do analizy ilościowej widm w zakresie bliskiej podczerwieni stosuje się metody regresji, za pomocą których tworzy się modele predykcyjne (kalibracyjne), opisujące zależności między informacją zawartą w widmie oraz jedną lub kilkoma właściwościami (takimi jak skład chemiczny, właściwości fizyczne, właściwości sensoryczne próbki) oznaczonymi metodami referencyjnymi. Modele predykcyjne umożliwiają przewidywanie składu lub właściwości próbki na podstawie jednego szybkiego i niszczącego pomiaru widma NIR.

Spektroskopia NIR ma szerokie zastosowanie w badaniach żywności i produktów nieżywnościowych, m.in. do oceny składu, świeżości, stopnia dojrzałości, wykrywania zafałszowań bądź zanieczyszczeń. Zazwyczaj nie wymaga przygotowywania próbki i stosowania odczynników chemicznych, co znacząco ogranicza negatywny wpływ tradycyjnej analizy chemicznej na środowisko.

Aparatura

Oprogramowanie do analizy danych wielowymiarowych.

Przedmiot badań

Produkt żywnościowy albo nieżywnościowy.

Wykonanie ćwiczenia

1. Zaimportować widma próbek badanego produktu do programu umożliwiającego wielowymiarową analizę widm.
2. Przedstawić widma w postaci wykresów.
3. Przeprowadzić analizę regresji metodą cząstkowych najmniejszych kwadratów (*partial least squares*, PLS), stosując walidację krzyżową; określić współczynnik determinacji R^2 , średni błąd kwadratowy kalibracji (*root mean square error of calibration*, RMSEC) i średni błąd kwadratowy walidacji (*root mean square error of cross validation*, RMSECV).
4. Wykorzystując model predykcyjny, wyznaczyć badany parametr dla nowych próbek. Porównać otrzymane wyniki z wartościami rzeczywistymi.