

Winkelaufgelöste Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS) zur Ermittlung von Feuchteverteilungen

M. Regier, W. Liegl, Hochschule Trier, Fachrichtung Lebensmitteltechnik, Trier/Deutschland

Abstract

Neben der mittleren Feuchte werden die Produkteigenschaften eines getrockneten Gutes häufig auch von der Feuchteverteilung bestimmt. Diese Verteilung lässt sich bisher meist nur mit aufwändigen Methoden (z.B. verschiedenen Tomographie-Techniken) und somit kaum online während der Trocknung ermitteln.

Die NIRS ist dagegen inzwischen etabliert, um unter anderem integrale Wassergehalte online während ablaufender Prozesse zu bestimmen.

In einer von der Max-Buchner-Forschungstiftung geförderten Arbeit wurde untersucht, ob diese Lücke zur Ermittlung von Feuchtetiefenprofilen von einer NIRS mit teilweise diffuser Reflexion unter veränderbarem Winkel geschlossen werden kann. Die spektrale Information ist aufgrund der begrenzten Ein- und Ausdringtiefe der NIR-Strahlen und der nicht komplett diffusen Reflexion winkelabhängig, was Aussagen über Feuchtetiefenprofile erlaubt.

Hierzu wurde ein Aufbau zur Messung der winkelabhängigen NIR-Spektren entwickelt. Am Beispiel von Papierstapeln mit unterschiedlichen Feuchteprofilen konnte gezeigt werden, wie mit Hilfe der winkelabhängigen Spektren auf die Feuchteprofile geschlossen werden kann. Die hierfür notwendige Kalibration erfolgte hierbei mit einem künstlichen neuronalen Netz.

1. Problemstellung

Die Trocknung spielt in vielen Bereichen der Verfahrenstechnik eine große Rolle. In der Lebensmittelverfahrenstechnik ist der (teilweise) Entzug von Wasser eine der wichtigen Verfahren, um Lebensmittel durch eine verminderte Wasseraktivität (a_w) und damit verringerte Verderbsreaktionsgeschwindigkeit [Labuza, 1977] eine deutlich verlängerte Haltbarkeit zu geben.

Für die Eigenschaften eines Lebensmittels wie z.B. die Haltbarkeit ist allerdings nicht der über das Lebensmittel gemittelte Wassergehalt essentiell, sondern der lokale Wassergehalt: Auch nur lokal vorhandene „Feuchtester“ können zu Verderb führen.

Zur Ermittlung des mittleren Wassergehalts oder auch der Wasseraktivität existieren eine Reihe von Möglichkeiten, wobei die Wasseraktivitätsmessung meist nur offline, das heißt außerhalb des Trocknungsprozesses möglich ist. Da die Wasseraktivität aber über die Sorptionsisotherme eng mit dem Wassergehalt oder der Wasserbeladung verknüpft ist, lässt sich umgekehrt durch Messung des Wassergehalts auch auf die Wasseraktivität zurückschließen.

Die Nahinfrarotspektroskopie ist inzwischen etabliert, siehe z.B. [Büning-Pfaue, 2003], um unter anderem Wassergehalte online während ablaufender Prozesse wie beispielsweise der Trocknung zu ermitteln.

Dabei wird aber davon ausgegangen, dass das Produkt eine homogene Feuchte (und keine ausgeprägt inhomogene Feuchteverteilung) aufweist. Für nicht zu ausgedehnte Produkte mit

Abmessungen (Größenordnung sub-mm) deutlich kleiner der Eindringtiefe der Nahinfrarotstrahlung (Größenordnung mm-cm) ist diese Voraussetzung auch häufig gegeben. Anders kann dies bei der konventionellen Trocknung von ausgedehnten Objekten, wie beispielsweise Pasta-Platten mit Dicken von einigen Millimetern sein, bei denen ein Feuchtegradient vorhanden ist. Hierbei kann das Feuchteprofil nicht immer leicht vorhergesagt werden (siehe z.B. [Delgado, 2010]).

Die Messung von Feuchteprofilen ist online bisher nur mit Hilfe tomographischer Techniken, wie Magnetresonanztomographie oder Röntgentomographie möglich, die aber meist aufgrund technischer Voraussetzungen oder hoher Kosten auf den Labormaßstab begrenzt bleiben.

Um Feuchteprofile auch in- oder online zu ermitteln, wurde nun die Möglichkeiten der Nahinfrarotspektroskopie mit teilweise diffuser Reflexion untersucht, deren Aufbau im folgenden Kapitel beschrieben wird.

2. Material und Methoden

a. Aufbau des Versuchsstands zur Winkelauflöste Nahinfrarot-Spektroskopie

Der entwickelte Versuchsstand (Abb.1 und 2) besteht aus einer NIR-Quelle (Ocean Optics NQ21A0071), die über einen Lichtleiter die Oberfläche der zu untersuchenden Probe beleuchtet. Die Austrittsöffnung der Glasfaser (Beleuchtungssonde) ist dabei stets in einem festen Winkel zur Probenoberfläche ausgerichtet, auch wenn sich diese mit Hilfe eines Goniometers in ihrer Neigung gezielt verändern lässt. Sie ist am Tisch des Goniometers befestigt, bewegt sich also mit diesem Tisch mit und beleuchtet stets die gleiche Stelle der Probe. Die Drehachse des Goniometers befindet sich dabei direkt an der Oberfläche der Probe.

Über eine weitere Glasfaser (Reflexionssonde), die fest an einem Stativ befestigt ist, und sich somit nicht mit der Probenoberfläche bewegt, wird das von der Probe teilweise diffus reflektierte Infrarotlicht (in einem begrenzten Winkelbereich) wieder aufgenommen und zum NIR-Spektrometer (Ocean Optics NIR Quest 256) geführt, das die NIR-Spektren ermittelt.

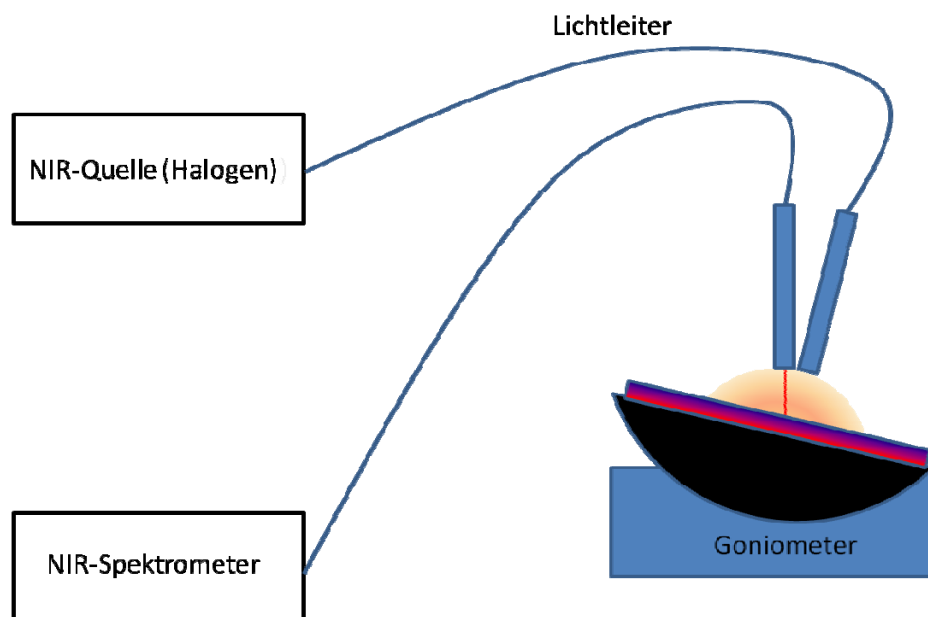


Abb. 1: Schematischer Aufbau zur Ermittlung winkelabhängiger NIR-Spektren.

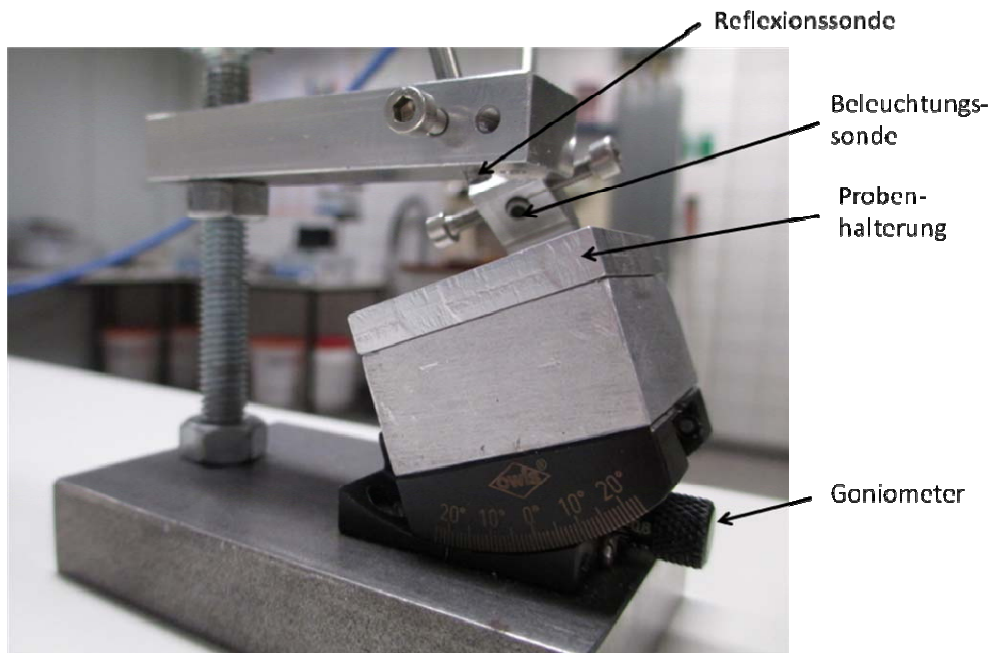


Abb. 2: Foto des Aufbaus zur Ermittlung winkelabhängiger NIR-Spektren.

b. Proben

Als Probenmaterial wurden Papierstapel aus 4 Blättern Papier mit einer jeweiligen flächenbezogenen Masse von 40g/m^2 (creativ Florpost 40) verwendet, wobei die einzelnen Papiere unterschiedlich befeuchtet werden konnten. Dieses Materialmodell wurde gewählt, da damit einfach unterschiedliche Tiefenfeuchteprofile eingestellt werden konnten und diese auch über Trocknung gravimetrisch unabhängig ermittelt werden konnten.

c. NIR-Messablauf

Nach Kalibration des NIR-Spektrometers wurden NIR-Reflexionsspektren (relativ zum Referenzmaterial unbehandeltes Papier) zwischen 1300 nm und 2100 nm Wellenlänge aufgenommen. Hierbei wurden die Papierstapel aus vier Papieren zusammengesetzt, wobei jedes Papier drei unterschiedliche Feuchtezustände zu Beginn haben konnte: Feuchtezustand 1: Wassergehalt $\text{WG} < 20\%$, 2: $20\% < \text{WG} < 35\%$, 3: $\text{WG} > 35\%$.

Somit ergaben sich prinzipiell $4^3 = 64$ unterschiedliche Feuchteprofilen, deren Reflexionsspektren alle bei Winkeln zwischen 0° und 40° (in 10° -Schritten) zur Oberflächennormalen aufgenommen wurden. Direkt vor und direkt nach der NIR-Messung wurden die einzelnen Papiere gewogen sowie im Anschluss nach einer Endtrocknung bis Massekonstanz im Trockenschrank.

Für die weitere Auswertung wurden die Intensitäten der Spitzen der typischen Wasserpeaks bei ca. 1450 nm und 1940 nm herangezogen.

d. Auswertung/Kalibration

Für die Messung des Feuchteprofilen der Papierstapel (aus je vier Blättern) also den Feuchten in den vier Tiefen standen somit je Feuchteprofil (4 Feuchten) 2 Intensitäten bei 5 Winkeln also 10 Intensitätswerte zur Verfügung. Zu erwarten ist ein nichtlinearer Zusammenhang der Intensitäten mit

den Feuchten in verschiedenen Tiefen, so dass für die Kalibration die Wahl auf ein künstliches neuronales Netz (ANN) fiel. Als sinnvoll hat sich dabei folgende Netzwerkgeometrie herausgestellt: eine Schicht (Eingangsschicht) mit 10 Eingangsneuronen (10 Intensitäten), 2 versteckte Schichten mit 29 und 15 Neuronen sowie die Ausgangsschicht mit 4 Ausgangsneuronen, die die Feuchte in den vier Tiefen abbilden. Dabei wurde die Zahl der versteckten Neuronen entsprechend Literaturempfehlungen [Stathakis, 2009] gewählt. Das neuronale Netz wurde in der Freeware Membrain (www.membrain-nn.de) gestaltet und trainiert, um zu einer multivariaten Kalibration zu gelangen

3. Ergebnisse und Diskussion

Feuchtes Papier zeigt deutlich die typischen Wasserpeaks bei ca. 1450nm und 1940nm (s. Abb. 3), deren Intensität bei unterschiedlichen Aufnahmewinkeln für die weitere Auswertung herangezogen wurden.

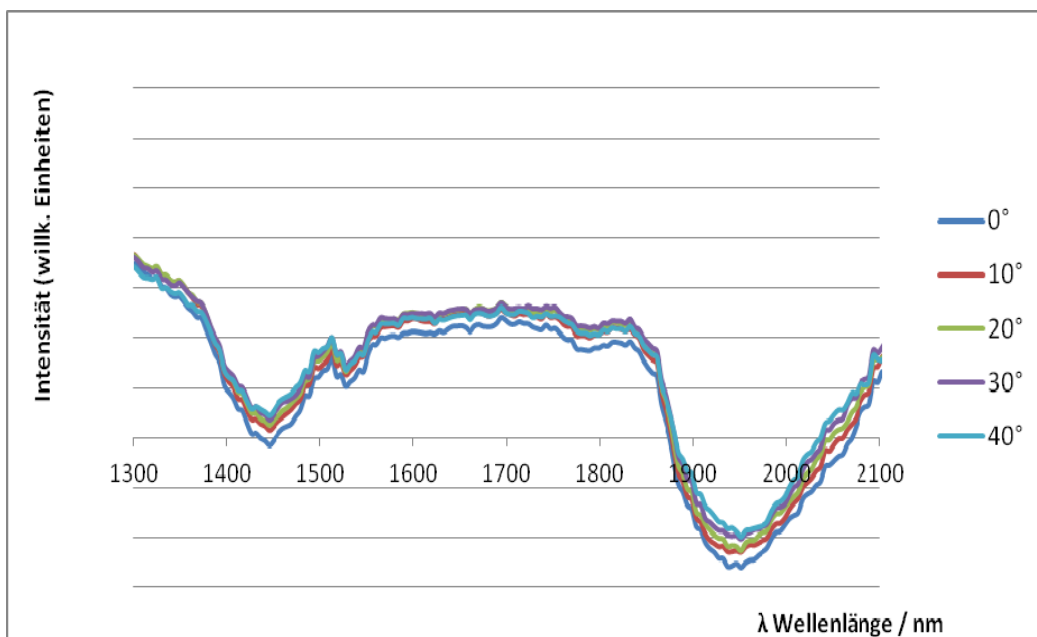


Abb. 3: Typische Reflexionsspektren von befeuchtetem Papier bei unterschiedlichen Winkeln.

Abbildung 4 zeigt das Gesamtergebnis der Kalibration gemeinsam für alle 4 Blätter. Zu erkennen ist, dass, auch wenn teilweise noch deutliche Abweichungen zwischen NIR-Prognose und Referenzmessung existieren, die Tendenz richtig wiedergegeben werden kann.

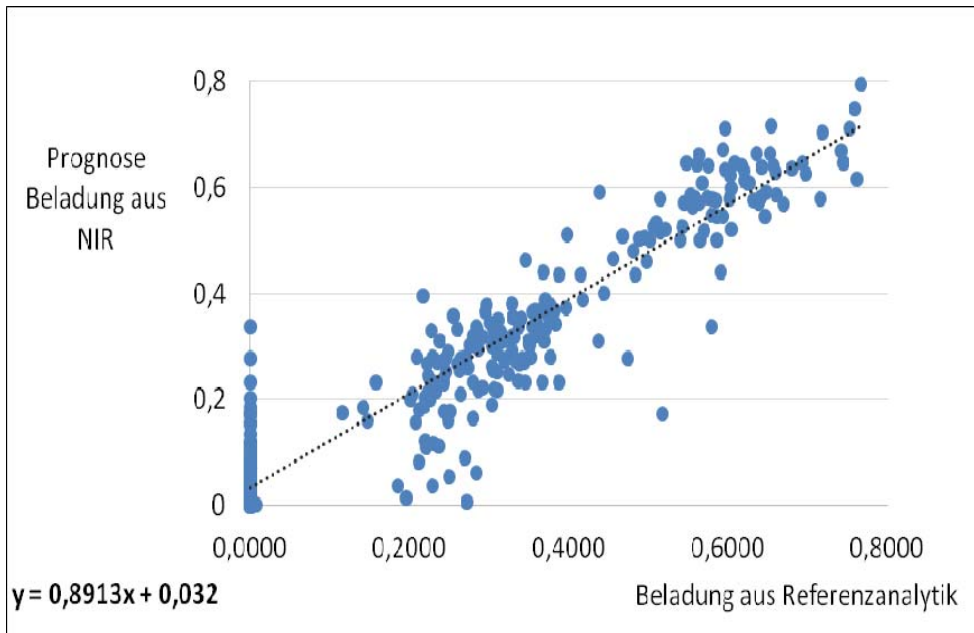


Abb. 4: Korrelation der Wasserbeladung zwischen NIR-Analytik und Referenzmessung.

Eine genauere Analyse der Abweichungen zeigte folgendes Bild:

- Trotz des recht kurzen NIR-Messvorgangs (bei 5 Winkeln) in der Größenordnung von wenigen Minuten verändern sich in dieser Zeit die Wasserbeladungen in den Papieren durch Feuchtetransport. Dies konnte an der Differenz der Papiermassen vor und nach der NIR-Messung dokumentiert werden. Dies ist in Abb. 5 exemplarisch gezeigt.
- Die Messung der Feuchte in den oberen beiden Papierschichten funktioniert deutlich genauer und besser als in den Schichten 3 und 4. Dies liegt vermutlich an der begrenzten Ein/Ausdringtiefe des Infrarotlichts besonders bei flachen Winkeln und der relativ geringen Lichtintensität (, die aufgrund der sonst stärker einsetzenden Trocknungswirkung gewählt wurde).

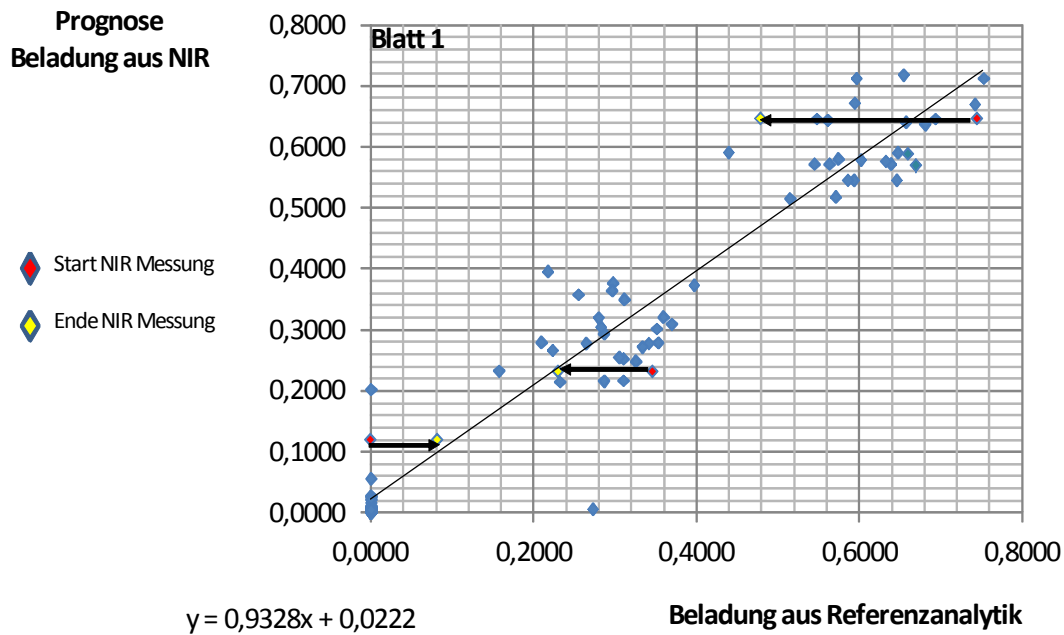


Abb. 5: Exemplarische Veränderungen der Wasserbeladung während der NIR-Messung im obersten Blatt (Blatt 1) durch Feuchtetransport innerhalb des Papierstapels und Oberflächentrocknung.

Beide Punkte sollen in derzeit laufenden und kommenden Untersuchungen weiter angegangen werden.

4. Dank

Die Autoren bedanken sich ausdrücklich bei der Max-Buchner-Forschungstiftung für die finanzielle Unterstützung.

5. Literatur:

[Büning-Pfaue, 2003]

Büning-Pfaue, H., Food Chemistry, 82,1, 107-115, 2003.

[Delgado, 2010]

Delgado, A. et al., Groß, F., Benning, R., Neuartige optische Messverfahren und fuzzybasierte Prozessregelung zur Teigwarentrocknung, AiF Forschungsvorhaben 284 ZN, FEI-Jahrestagung, Neustadt, 2010.

[Labuza, 1977]

Labuza, T.P., Journal of Food Processing and Preservation, 1,176-190, 1977.

[Stathakis, 2009]

Stathakis, d. International Journal of Remote Sensing Vol.30, , No.8, 2133-2147,2009.