

## MRT-REFERENZIERTE DIFFUSE NIR-SPEKTROSKOPIE ZUR ENTWICKLUNG EINER NEUARTIGEN PROZESSFÜHRUNGSSTRATEGIE

## MRI REFERENCED DIFFUSE NIR SPECTROSCOPY FOR THE DEVELOPMENT OF A NOVEL PROCESS CONTROL STRATEGY

**F. Groß<sup>1</sup>, R. Benning<sup>1</sup>, U. Bindrich<sup>2</sup>, V. Heinz<sup>2</sup>, A. Delgado<sup>1</sup>, <sup>1</sup>Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen, <sup>2</sup>Deutsches Institut für Lebensmitteltechnik, Quakenbrück**

Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl für Strömungsmechanik, Technische Fakultät, FAU Erlangen-Nürnberg, Cauerstr. 4, 91058 Erlangen  
Deutsches Institut für Lebensmitteltechnik e.V., Prof.-von-Klitzing-Str. 7, 49610 Quakenbrück

Prozessoptimierung, Teigwarentrocknung, NIR-Spektroskopie, Fuzzy Logik, Regelung  
Process optimisation, drying of pasta, NIR spectroscopy, fuzzy logic, control

### Zusammenfassung

Der vorliegende Beitrag beschreibt die Entwicklung eines optischen online Messsystems, basierend auf diffuser NIR-Spektroskopie, am Beispiel des Trocknungsprozesses von Teigwaren. Die spektroskopische Beobachtung des Trocknungsprozesses wird durch online Farb- und Temperaturbestimmung ergänzt. Aus den ermittelten Datensätzen können mittels eines Fuzzy Logik basierten Systems zur Charakterisierung des Produktzustands Maßnahmen entwickelt werden, die eine direkte Regelung des Trocknungsprozesses durch situative Anpassung der Trocknungsparameter (Geschwindigkeit, Temperatur und Feuchte der Trocknungsluft) ermöglichen, um so die Effizienz dieses Prozesses zu steigern und gleichzeitig die Produktqualität zu erhöhen.

### Einleitung

Die Messung der Feuchte mittels optischer Spektroskopie im nahen Infrarot (NIR-Spektroskopie) findet bereits ihre Anwendung z.B. im Bereich der Medizin und Kosmetik. Auch in der Lebensmitteltechnologie stellt die Feuchte eine bedeutende Größe dar, wobei gerade hier zunehmend Wert auf den Einsatz nicht-invasiver Verfahren zur online-fähigen Detektion gelegt wird. Am Beispiel des Trocknungsprozesses von Teigwaren wird ein optisches online Messsystem, basierend auf diffuser NIR-Spektroskopie, entwickelt und etabliert. Dabei wird die zu untersuchende Teigplatte beleuchtet, wobei ein Teil der NIR-Strahlung mit der Materie der Teigplatte in Wechselwirkung tritt. Abhängig von dem Abstand zwischen Projektions- und Detektionsfläche kann die Strahlung unterschiedlich tief in den Prüfling eindringen und wird so entsprechend der verschiedenen Wechselwirkungswege unterschiedlich reflektiert bzw. absorbiert. Mittels Polychromator wird die Absorption als Funktion der Wellenlänge aufgezeichnet.

## Entwicklung des optischen Messsystems

### NIR-Messungen

Entsprechend den zu untersuchenden Rahmenbedingungen des Trocknungsprozesses wurde ein Spektrometer (Typs PSS1720-GS1, Polytec GmbH) ausgewählt, das Messungen im nahen infraroten Bereich zwischen 1100 und 2100 nm zulässt und dessen individueller Gestaltungsrahmen eine flexible Umsetzung hinsichtlich des Beleuchtungswinkels und Messabstands zwischen Optiken und Analyt ermöglicht.

Die im beschriebenen Projekt angewandte spektroskopische Messung im nahen Infrarot-Bereich beruht auf dem Prinzip der diffusen Reflexion. Dabei wird die zu untersuchende Teigplatte bestrahlt, wobei ein Teil der NIR-Strahlung mit der Materie in Wechselwirkung tritt. Abhängig von dem Abstand zwischen Projektions- und Detektionsfläche kann die Strahlung unterschiedlich tief in den Prüfling eindringen und wird so entsprechend der verschiedenen Wechselwirkungswege unterschiedlich reflektiert bzw. absorbiert. Mittels Polychromator wird die Absorption als Funktion der Wellenlänge aufgezeichnet. Dabei weist die für die Obertonschwingung der Wasserverbindung spezifische Absorptionsbande um 1400 nm signifikante und charakteristische Korrelationen mit dem Wassergehalt der untersuchten Teigware auf.

Das gewählte Messprinzip der diffusen Reflexion bietet Einstellungs- und damit Optimierungsmöglichkeiten hinsichtlich des Winkels  $\alpha$  zwischen externer Lichtquelle und Detektorkopf ebenso wie im Bereich der Positionierung des projizierten Lichtflecks und des Messflecks des Detektors zueinander (Abstand  $\Delta x$ ) und der Größe des Messflecks (Durchmesser 0,5 bis 1,5 cm) (siehe Abb. 1).

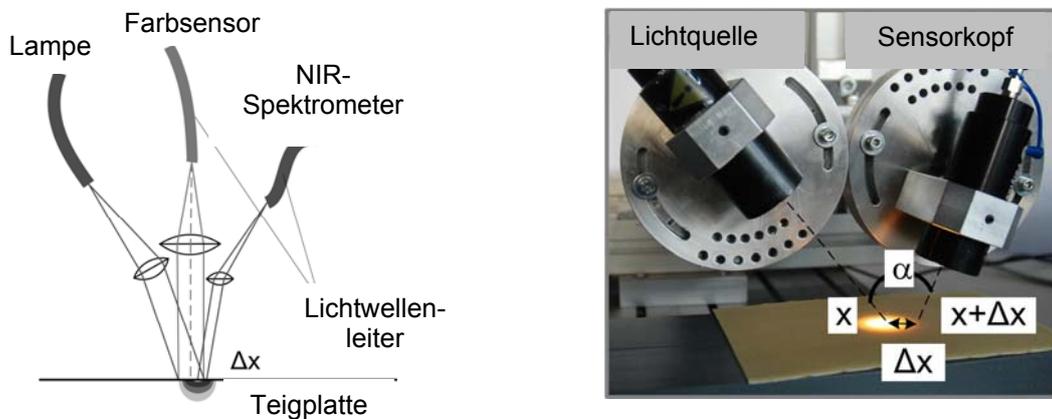


Abb. 1: Darstellung des Prinzips der diffusen Reflexionsmessung (links) und messtechnischer Aufbau (rechts)

Werden NIR-Spektren während eines ablaufenden Trocknungsprozesses einer Teigplatte aufgezeichnet, zeigen sich deutliche Korrelationen der charakteristischen Wasserschwingungen und somit des Wassergehalts mit der detektierten Absorption im Spektrum. Die graphische Darstellung der NIR-Spektren zeigt die Abhängigkeit zwischen Absorption und Feuchtegehalt der untersuchten Teigware. So nimmt die Absorption mit abnehmendem Wassergehalt des Nudelteiges insgesamt über den gesamten betrachteten Wellenlängenbereich ab. Außerdem zeigt sich, dass insbesondere in den Wellenlängenbereichen um 1450 nm und 1900 nm eine wassergehaltsabhängige Absorption vorliegt. In diesen Bereichen sind die Obertonschwingungen der für Wasser charakteristischen Oszillationen lokalisiert (siehe Abb. 2).

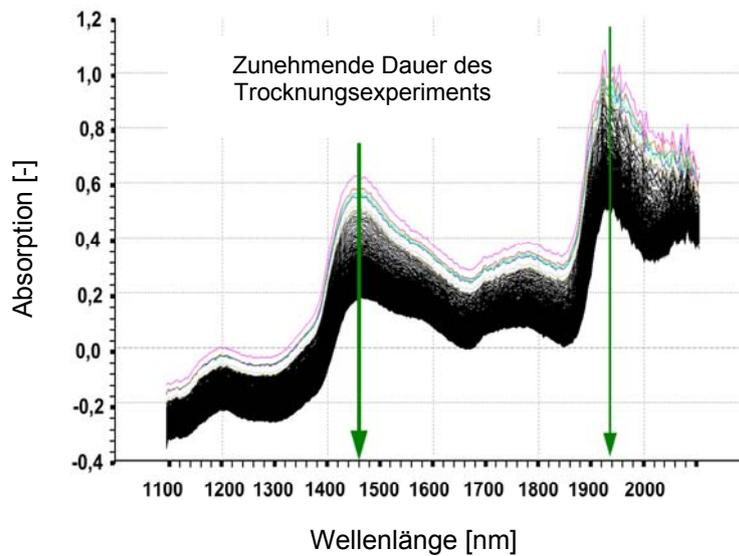


Abb. 2: Während des Trocknungsverlaufs aufgezeichnete NIR-Spektren

Der Einfluss der Trocknungstemperatur kann durch den Spektrenverlauf von Trocknungsversuchen unterschiedlicher Wärmezufuhr veranschaulicht werden. So können höhere Trocknungstemperaturen zu insgesamt höheren Absorptionsbanden führen (siehe Abb. 3 und Abb. 4).

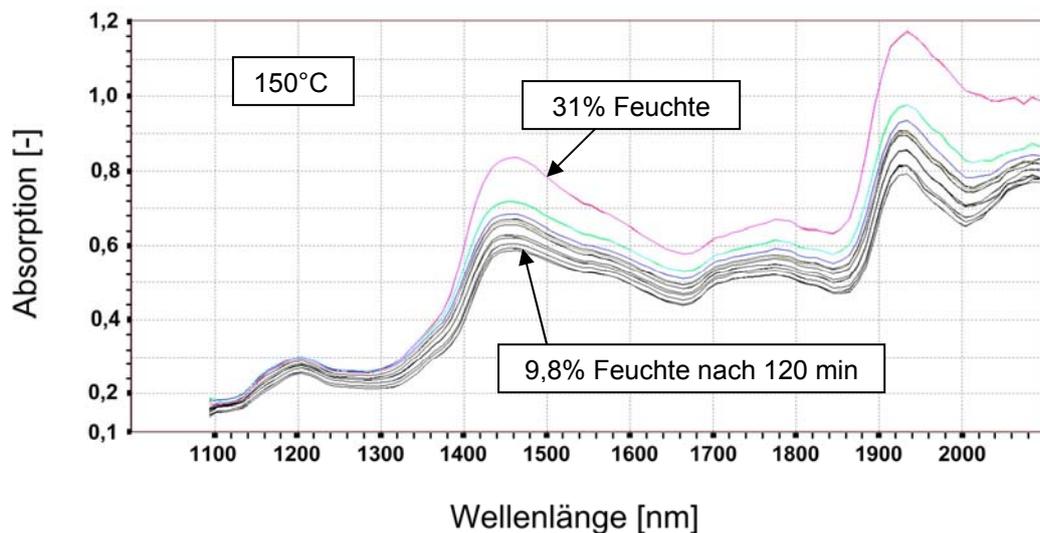


Abb. 3: Während des Trocknungsverlaufs aufgezeichnete NIR-Spektren bei einer eingestellten Temperatur von 150°C

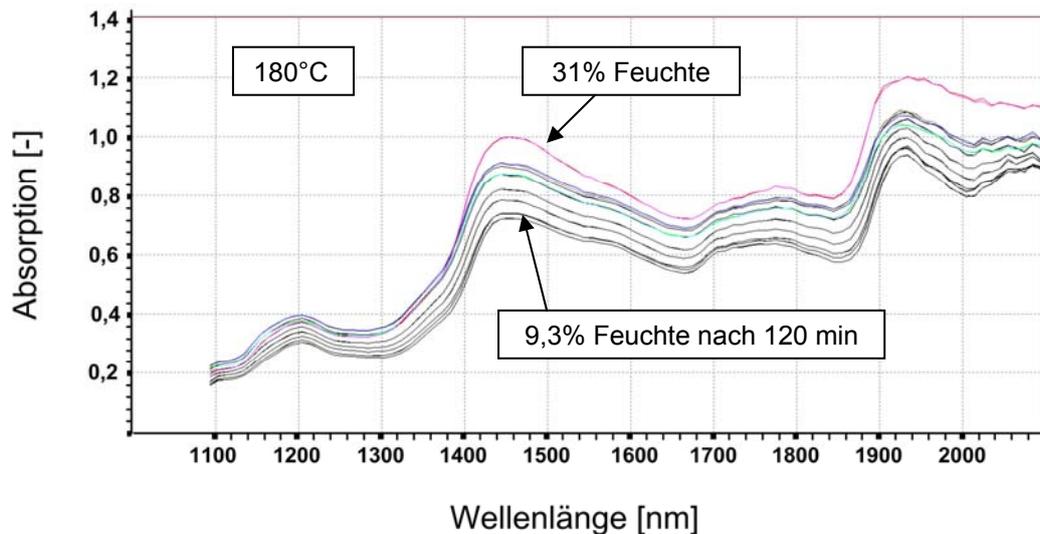


Abb. 4: Während des Trocknungsverlaufs aufgezeichnete NIR-Spektren bei einer eingestellten Temperatur von 180°C

### MRT-Referenzierung

Zusätzlich zu einer gravimetrischen Referenzierung der NIR-Daten zur Bestimmung des Feuchtegehalts der Teigplatten sollen zur quantitativen Analyse MRT-Messungen eingesetzt werden, um nicht nur einen absoluten Feuchtegehalt, sondern auch eine Feuchteverteilung zugänglich zu machen. Kritisch für den Trocknungsprozess bei Teigwaren sind gerade Gradienten, die sich dabei aufbauen und zu Riss- und Bruchbildung bzw. zu minderen Qualitäten führen können.

### Grundlagen der Magnetresonanztomographie (MRT)

Die Magnetresonanztomographie stellt ein nicht-invasives Bildgebungsverfahren dar, das in der Regel eingesetzt wird, um Wasserverteilungen zu messen. In einem starken, mit einem hochfrequenten Wechselfeld (Radiofrequenz) kombinierten Magnetfeld zeigen beispielsweise Protonen magnetische Resonanz. Das magnetische Moment der Kerne verursacht eine Ausrichtung der Protonen im starken Magnetfeld. Die Kerne präzidieren, wenn sie aus ihrem Gleichgewicht ausgelenkt werden und induzieren dadurch eine Spannung in der Messspule, die detektiert werden kann. Die Relaxationszeit bzw. die Wiederausrichtung ist charakteristisch für das detektierte Element und dessen Bindung (siehe Richardson et al. 2005). Die resultierende Signalintensität korreliert mit der Helligkeit bzw. Lichtintensität der MRT-Bilder.

Im Department für experimentelle und klinische Pharmakologie und Toxikologie, Lehrstuhl für Pharmakologie und Toxikologie in Erlangen, wurden MRT-Messungen in einem 4.7 T Tomographen „Biospec“ (Fa. Bruker BioSpin GmbH; siehe Abb. 5 (links)) durchgeführt.

Die Analyse von Nudelplatten erfordert den Einsatz einer speziell für diese Anwendung geeigneten Spule. Dazu ist die Entwicklung und Etablierung einer speziellen Messmethode notwendig. So müssen die Einstellungen der Parameter an die Form der nur 1 mm dünnen Teigplatten angepasst werden, um eine entsprechende Auflösung realisiert zu können. Zur zeitgleichen Messung von NIR-Spektren und MRT-Daten wurde ein Aufbau zur spektroskopischen Messung direkt im Tomographen entwickelt (siehe Abb. 5, rechts).

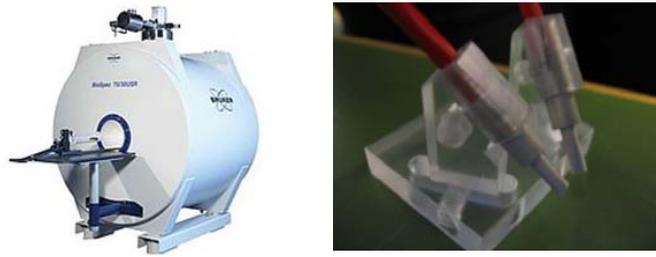


Abb. 5: Bruker BioSpec (links), Aufbau zur NIR-Messung direkt im Tomographen (rechts)

MRT-Messungen von Teigplatten zeigen abhängig vom Feuchtegehalt der untersuchten Teigware klare Unterschiede in der Bildhelligkeit bzw. -farbe. Mittels magnetresonanztomographischer Bildgebung werden folglich Informationen über die Verteilung des Wassers innerhalb des Querschnitts eines Teiglings zugänglich. So machen die magnetresonanztomographischen Aufnahmen die von außen einsetzende Abnahme des Wassergehalts innerhalb der analysierten Nudelplatten während der Trocknung (siehe Abb. 6) sichtbar.

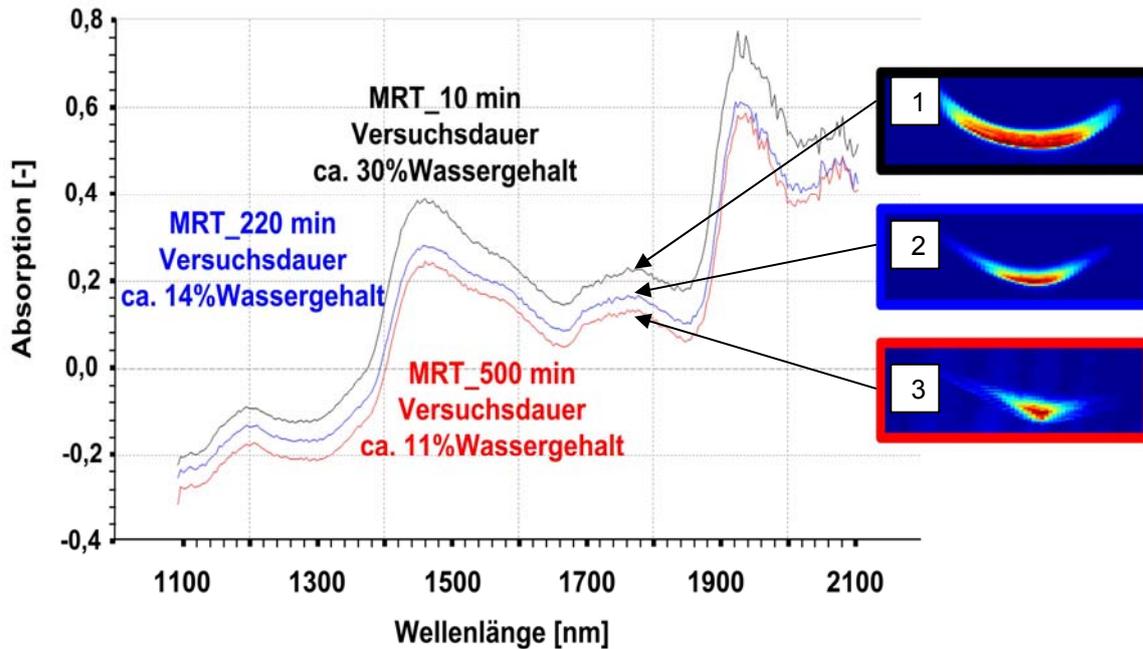


Abb. 6: Während eines Trocknungsversuchs aufgezeichnete NIR-Spektren sowie die zeitgleich erfassten MRT-Bilder bei 10-minütiger Versuchsdauer (1, schwarz), 220-minütiger Versuchsdauer (2, blau) und 500-minütiger Versuchsdauer (3, rot)

## Optische Erfassung der Oberflächentemperatur und Produktfarbe

Sowohl für die Produktqualität als auch hinsichtlich der Kundenakzeptanz sind nicht nur Informationen über den Feuchtegehalt, sondern auch über Farbe und Oberflächentemperatur der Nudelteigplatten von Bedeutung. Thermische Spannungen erhöhen das Risiko der Rissbildung und damit der produktbasierten Verluste. Unter verschärften Trocknungsbedingungen bei hohen Temperaturen können unerwünschte Maillardreaktionen sowohl qualitative als auch farbliche Änderungen der Teigware verursachen, die von Verbrauchern nicht akzeptiert werden (siehe Acquistucci, 2000), die konkrete Vorstellungen bzw. Vorlieben haben und so hinsichtlich der Farbe z.B. intensives Gelb oder einen rötlichen Ton bevorzugen. Die Farbmessung der Teigplatten erfolgt mittels Colorimeter. Dazu wurde zunächst eine Anordnung des optischen Systems entwickelt, in der die Linsen im variablen Winkel zueinander positioniert werden können. Zwei Lichtquellen werden für die Farbmessung so arretiert, dass sich die von ihnen gebündelten Lichtflecken überlagern und mit dem Detektorfleck übereinstimmen (siehe Abb. 7, links). Im entwickelten Aufbau (Labormaßstab) werden diesen Hintergrund berücksichtigend die spektroskopischen NIR-Messungen von Aufzeichnungen der Produktfarbe und Oberflächentemperatur ergänzt (siehe Abb. 7, rechts).

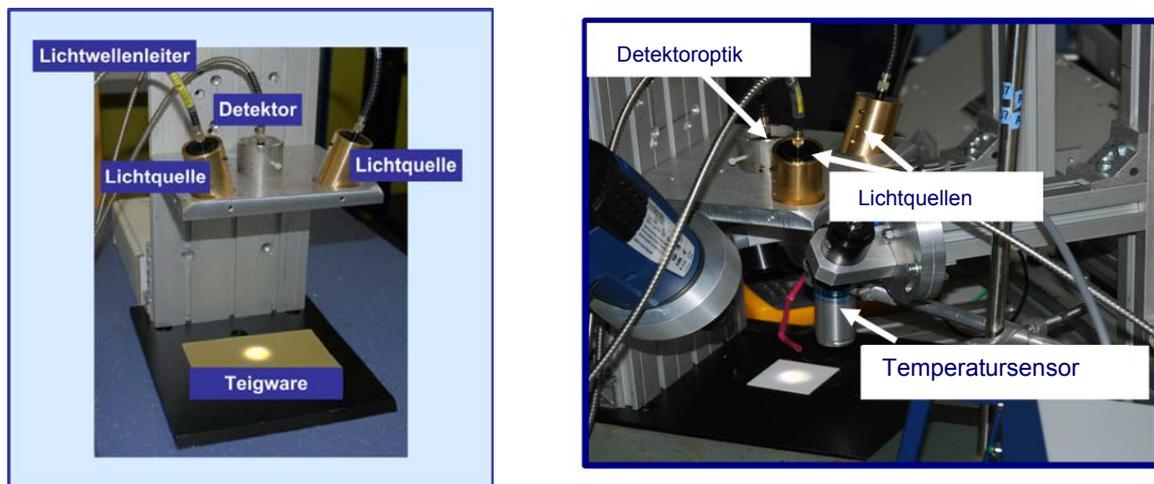


Abb. 7: Farbmessungen mittels Colorimeter (Farbsensor) (links), Colorimeter im kombinierten Aufbau mit Temperatur und NIR-Messungen (rechts)

## Schlussfolgerung und Ausblick

Der optische, online-fähige Messaufbau, der neben der Aufzeichnung von Farb- und Temperaturwerten, die Erfassung von NIR-spektroskopischen Daten ermöglicht und so Informationen über die Feuchte innerhalb des Produkts (Feuchteprofil) zugänglich macht, wird in einen Klimaprüfschrank eingebracht und das System an die so realisierbaren definierten Rahmenbedingungen für Umgebungstemperatur und -feuchte adaptiert und entsprechend kalibriert. Darauf aufbauend ist die Implementierung in Pilotanlagen in der Industrie für erste Probeläufe und zur Konkretisierung der industriellen Anwendbarkeit geplant und vorgesehen.

Der aus online-Prozessdaten und ergänzender offline Laboranalytik generierte Datenpool wird in ein zu entwickelndes, fuzzy-basiertes System eingebracht, um in Kombination mit dem Wissen von Experten eine linguistische Regelstruktur zur Regelung des Trocknungsprozesses zu entwickeln. Dabei ist die MRT-Referenzierung von entscheidender Bedeutung für eine Berücksichtigung nicht nur einer Durchschnittsfeuchte, sondern des für die Qualitätsparameter entscheidende Feuchteprofil innerhalb der trocknenden Teigware. So kann

der Prozess mittels fuzzy-Regelungssystem situativ an die jeweils vorliegenden Bedingungen adaptiert werden, um damit eine Optimierung hinsichtlich Effizienz und Produktqualität zu erzielen.

Im Klimaprüfschrank sollen die charakteristischen Trocknungsparameter um die Bewegung der analysierten Teigwaren, wie sie auf den industriellen Bandtrocknern realisiert wird, ergänzt und erweitert werden, indem die Bewegung des messtechnischen Aufbaus im Labortrockner bei ruhenden Nudeln simuliert werden. Des Weiteren werden verschiedene Nudelgeometrien (Formate), wie z.B. Rigatoni oder Farfalle, untersucht, um durch die Konkretisierung der Grenzen der entwickelten und untersuchten Messtechnik den Rahmen der industriellen Anwendbarkeit der Messtechnik zu definieren.

### **Dankesworte**

Dieses Vorhaben wird aus Mitteln der industriellen Gemeinschaftsforschung (Bundesministerium für Wirtschaft und Arbeit (BMWA) via AiF über den Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI) gefördert, AiF-Projekt Nr. 284 ZN.

Die Autoren bedanken sich bei dem Department für experimentelle und klinische Pharmakologie und Toxikologie, Lehrstuhl für Pharmakologie und Toxikologie, für die Erlaubnis, deren Laborausstattung nutzen zu dürfen, um die magnetresonanztomographische Bildgebung realisieren zu können. Ein besonderer Dank geht an Dr. Andreas Hess and Dr. Lubos Budinsky für deren intensive und umfassende Unterstützung bei der Implementierung und Durchführung der Messungen.

### **Literatur**

Okada, E., Firbank, M., Delpy, D. T., 1995: "The effect of overlying tissue on the spatial sensitivity profile of near-infrared spectroscopy", *Phys. Med. Biol.*, 40, pp. 2093–2108

Acquistucci, R., 2000: "Influence of maillard reaction on protein modification and color development in pasta. Comparison of different drying conditions", *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 33(1), pp. 48-52

Richardson, J. C., Bowtell, W., Mäder, K., Melia, C. D., 2005: "Pharmaceutical applications of magnetic resonance imaging (MRI)", *Advanced Drug Delivery Reviews*, 57, pp. 1191–1209