

PŘEDPOVĚĎ REOLOGICKÝCH PARAMETRŮ PŠENIČNÉHO TĚSTA ANALÝZOU NIR SPEKTER PŠENIČNÉ MOUKY

MARIE HRUŠKOVÁ, MARTINA BEDNÁŘOVÁ
a PAVEL ŠMEJDA

Ústav chemie a technologie sacharidů, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Technická 5, 166 28 Praha 6

marie.hruskova@vscht.cz

Došlo 11.3.03, přepracováno 12.12.03, přijato 18.2.04.

Klíčová slova: reologické vlastnosti pšeničné mouky, farinograf, extenzograf, alveograf, NIRS 6500, předpověď

Úvod

Reologické vlastnosti pšeničného těsta, zejména pružnost, tažnost a stabilita, ovlivňují výrobní operace v pekárnách a mají významný vliv na spotřebitelskou kvalitu pekařských výrobků.

Při míchání pšeničné mouky a vody dochází nejprve k hydrataci částic mouky. Při hnětení se postupně jednotlivé molekuly bílkovin orientují, spojují četnými vazbami a vytváří se trojrozměrná síť, která dává těstu pružnost. Hnětením se struktura těsta zpevňuje a při optimálním zpracování klade těsto největší odpor vůči deformaci. Dalším namáháním při hnětení ztrácí těsto elasticitu, zvyšuje se jeho tažnost a často i lepivost.

Viskoelastické chování pšeničného těsta je popisováno různými teoretickými modely¹. Na základě exaktních fyzikálních poznatků byly sestrojeny uzanční přístroje, které popisují reologické chování pšeničného těsta za podmínek simulujících určité technologické pochody. Proces hnětení těsta popisuje farinograf, kde se z pšeničné mouky a vody za konstantní teploty připravuje těsto, které je definovaným způsobem namáháno do přehnětení². Viskoelastické vlastnosti těsta z pšeničné mouky a solného roztoku při jednorozměrné deformaci registruje extenzograf³ a při trojrozměrné deformaci alveograf⁴.

Reologické přístroje umožňují simulovat chování pšeničného těsta v technologickém procesu. Jsou však náročné svou metodologií a neumožňují provádění operativních provozních zásahů. Využití NIR spektroskopie, pracující na principu analýzy chování molekul organických látek v oblasti blízké infračervené oblasti světla, se proto rozšiřuje od předpovědi (predikce) analytických parametrů pšeničné mouky k předvídaní reologického chování těsta.

Delwiche⁵ sledoval reologické vlastnosti pšeničného těsta zjištěné na mixografu (přístroj pro hodnocení vlastností těsta při standardní přípravě, používaný v USA místo

farinografu) a na spektrografu NIRS 6500. Pro kalibraci přístroje bylo použito 396 vzorků mouky z amerických pšenic HRW. Validace vytvořeného modelu pro dobu vývinu těsta, optimální konzistenci a toleranci vůči přehnětení byla provedena souborem 385 vzorků mouky. Zjistil, že předpověď optimální konzistence a šířka křivky při maximálním odporu těsta závisí na jejich korelaci s obsahem bílkovin. Williams⁶ zjišťoval farinografické charakteristiky těsta z pšeničné mouky vyrobené z tvrdých, středně tvrdých a měkkých pšenic analýzou jejich NIR spekter. Ve všech souborech byla úspěšně stanovena farinografická stabilita těsta (směrodatná odchylka předpovědi $SEP = 1,1\text{--}3,2$ min, korelační koeficient $r = 0,8$). Farinografická vaznost mouk z tvrdých pšenic a stupeň změknutí těsta z mouky středně tvrdých pšenic byly také spolehlivě stanoveny. Možnost stanovení farinografické vaznosti pšeničné mouky NIR spektroskopii byla prokázána dalšími pracemi^{7,8}. Delwiche a Weaver⁹ udávají dostatečnou přesnost stanovení vaznosti vody na on-line spektrometru ($r = 0,78$) při vytvoření kalibračního modelu ze souboru 193 vzorků mouky z ozimých a jarních pšenic. Viskoelastické vlastnosti 66 vzorků mouky ze pšenic HRW byly použity pro kalibraci provozního NIR spektrometru. Vytvořený kalibrační model byl validován nezávislým souborem 26 vzorků. Pro extenzografickou energii byly zjištěny parametry $SEP = 29 \text{ cm}^2$ a $r = 0,81$. Při sledování viskoelastických charakteristik těsta z mouky tvrdých a měkkých pšenic pomocí alveografu byla vypočtena kalibrační rovnice, jejíž validace potvrdila uspokojivou předpověď alveografické energie pro těsta z mouky tvrdých pšenic a alveografické pružnosti, tažnosti a energie pro těsta z mouky měkkých pšenic⁶.

Stanovení reologických vlastností pšeničného těsta analýzou NIR spekter pšeničné mouky je ovlivněna složitostí systému pšeničného těsta, což se projevuje chybou referenčních reologických metod a závislostí na analytickém složení mouky. Spolehlivost předpovědi lze zabezpečit vyhodnocením NIR spekter velkého souboru pšeničných mouk s odlišnými jakostními znaky.

Cílem práce bylo ověřit spolehlivost stanovení reologických ukazatelů pšeničných těst, zjištěných na farinografu, extenzografu a alveografu analýzou spekter NIR pšeničné mouky získaných na přístroji NIRSystems 6500. Pro ověření vlivu kvality pšeničné mouky byly hodnoceny vzorky získané laboratorním i komerčním mletím potravinářské pšenice ze čtyř ročníků sklizně. Dva sledované soubory (1998, 1999) standardně připravených těst byly sledovány na farinografu a extenzografu a dva (2000, 2001) na alveografu.

Experimentální část

Oblast experimentální práce lze shrnout do šesti základních okruhů:

- stanovení jakostních znaků čtyř souborů pšeničných mouk hladkých podle ČSN 560512 (cit.¹⁰),
- stanovení vlastností těsta mouka-voda na farinografu

- Brabender (SRN) podle ČSN ISO 5530-1 (cit.¹¹), stanovení vlastností těsta mouka-solný roztok za konstantní konzistence na extenzografu Brabender (SRN) podle ČSN ISO 5530-2 (cit.¹²),
- stanovení vlastností těsta mouka-solný roztok konstantní hydratace na alveografu Chopin (Francie) podle ČSN ISO 5530-4 (cit.¹³),
- změření spekter NIR na spektrofotometru NIRSystem 6500 s mřížkovým monochromátorem (Perstorp Analytical, USA),
- vyhodnocení spekter a výpočet kalibračních a validačních rovnic pomocí NIR Software ISI Presents WINISI II (Infrasoft International, USA).

mouk hladkých:

- 75 vzorků získaných laboratorním mletím jarních pšeníc ze sklizně 1998,
- 114 vzorků získaných laboratorním mletím ozimých pšeníc ze sklizně 1999,
- 70 vzorků získaných z průmyslových mlýnů z komerčních pšeníc ze sklizně 2000,
- 70 vzorků získaných z průmyslových mlýnů z komerčních pšeníc ze sklizně 2001.

Pro laboratorní mletí (mlýn Bühler, SRN) pocházely vzorky pšenice ze šlechtitelských pokusů Ústředního kontrolního ústavu zemědělského (ÚKZÚZ) Brno, kde byly pěstovány za stejných agrotechnických podmínek ve 3 lokalitách ČR. Měřené vzorky hladkých mouk z potravinářské pšenice ze sklizní 2000 a 2001 byly odebrány z různých průmyslových mlýnů ČR tak, aby reprezentovaly průměrnou jakost komerčních mouk pro pekárny z daného ročníku sklizně.

Kalibrační a validační soubory pšeničných mouk

Pro měření byly použity čtyři soubory pšeničných

Tabulka I
Analytické znaky pšeničných mouk

Ukazatel	Průměr	Rozpětí		Variační koef. [%]
		min.	max.	
<i>Sklizeň 1998</i>				
Obsah mokrého lepku, %	25,1	18,5	31,8	13,9
Obsah bílkovin, % v suš.	12,3	10,9	14,3	5,6
Zeleného sediment ^a , ml	33	20	43	18,1
Číslo poklesu ^b , s	362	285	440	9,0
<i>Sklizeň 1999</i>				
Obsah mokrého lepku, %	26,1	21,5	29,3	12,1
Obsah bílkovin, % v suš.	12,5	10,8	14,3	5,9
Zeleného sediment ^a , ml	33	24	43	14,2
Číslo poklesu ^b , s	309	195	382	21,6
<i>Sklizeň 2000</i>				
Obsah mokrého lepku, %	30,1	25,7	36,7	9,3
Obsah bílkovin, % v suš.	11,8	10,2	13,1	5,3
Zeleného sediment ^a , ml	35	27	45	10,4
Číslo poklesu ^b , s	305	250	396	11,0
<i>Sklizeň 2001</i>				
Obsah mokrého lepku, %	33,8	27,3	41,1	9,3
Obsah bílkovin, % v suš.	12,8	11,0	15,0	7,3
Zeleného sediment ^a , ml	31	19	39	16,4
Číslo poklesu ^b , s	364	251	386	17,6

^a Zeleného sediment - číslo udávající objem sedimentu v ml, který vznikne v roztoku kyseliny mléčné ze suspenze pšeničné mouky, připravené za specifických podmínek metody ČSN ISO 5529; ^b číslo poklesu - číslo udávající čas potřebný k poklesu viskozimetrického tělíska ve vodné suspenzi cereálních produktů předepsané granulace ve vroucí lázni za podmínek metody ČSN ISO 3093 měřené na přístroji Falling Number

Tabulka II
Charakteristika reologických znaků mouk-farinografické hodnocení

Ukazatel	Průměr	Rozpětí		Variační koeficient [%]
		min.	max.	
<i>Sklizeň 1998</i>				
Vaznost vody, %	60,6	54,8	67,4	5,7
Doba vývinu, min	4,6	1,6	8,4	38,1
Stabilita, min	9,3	1,8	18,6	51,2
Změknutí po 10 min, F.J.	38,1	8,0	128,0	69,6
Stupeň změknutí ^a , F.J.	68	18	154	52,1
<i>Sklizeň 1999</i>				
Vaznost vody, %	56,2	52,2	69,1	6,4
Doba vývinu, min	3,5	1,8	7,2	34,7
Stabilita, min	6,1	2,6	15,7	48,1
Změknutí po 10 min, F.J.	50	13	96	36,3
Stupeň změknutí ^a , F.J.	68	31	141	29,8

^a Změknutí po 10 min a stupeň změknutí jsou hodnoty charakterizující změnu konzistence pšeničného těsta, připraveného na farinografu podle ČSN ISO5530-1, které se odečítají z farinogramu po 10 min, resp. na konci zkoušky a vyjadřují toleranci standardně připraveného těsta vůči přehnětení

Tabulka III
Charakteristika reologických znaků mouk –alveografické hodnocení

Ukazatel	Průměr	Rozpětí		Variační koef. [%]
		min.	max.	
<i>Sklizeň 2000</i>				
P ^a , mm	105,90	52,27	153,84	22,7
L ^b , mm	63,87	42,24	95,26	21,2
P/L ^c	1,79	0,70	3,56	40,3
W ^d , 10 ⁻⁴ J	163,10	78,55	230,25	22,6
<i>Sklizeň 2001</i>				
P ^a , mm	102,73	51,70	136,78	22,3
L ^b , mm	58,45	37,51	96,88	24,4
P/L ^c	1,98	0,94	3,62	38,5
W ^d , 10 ⁻⁴ J	165,69	100,02	247,71	21,4

^a P-pružnost těsta, ^b L-tažnost těsta, ^c P/L-alveografický poměr, ^d W-alveografická energie

Referenční jakostní charakteristiky

Analytické vlastnosti pšeničných mouk byly hodnoceny obsahem bílkovin, Zelenyho testem a číslem poklesu.

Reologické charakteristiky pšeničných mouk byly sledovány na farinografu, kde byly vlastnosti těsta při přípravě hodnoceny vazností vody, dobou vývinu, stabilitou a stupněm změknutí těsta. Viskoelastické znaky těsta při době odležení 45, 90 a 135 min byly popsány odporem, maximem, tažností, poměrem a energií zjištěnými na extenzografu. Biaxiální deformace těsta při měření na alveografu byla popsána pružností, tažností, poměrem a energií při konstantní době odležení těsta 20 min.

Výsledky rozborů pšeničné mouky a těsta byly summárně hodnoceny průměrem, minimální a maximální hodnotou a variačním koeficientem pro každý testovaný soubor.

Měření a vyhodnocování spekter NIR

Na disperzním spektrofotometru NIRSystems 6500 byla změřena spektra mouk v blízké infračervené oblasti. Specifikace vlnových délek byla prováděna mřížkovým monochromátorem v rozsahu vlnových délek 400–2500 μm s rozlišením po 2 μm. Spektra byla změřena v režimu reflektance při použití kruhové kyvety (small ring cup).

Výpočet kalibračních rovnic byl prováděn v programu NIR Software ISI Present WINISI II (Intrasoft Int. USA). Z naměřených spekter byla pro vyhodnocování

Tabulka IV
Charakteristika reologických vlastností mouk – extenzografické hodnocení

Ukazatel	Průměr	Rozpětí		Variační koeficient [%]
		min.	max.	
Sklizeň 1998				
<i>Doba odležení 45 min</i>				
Odpor, E.J.	286	140	450	26,5
Maximum, E.J.	412	140	745	35,9
Tažnost, mm	167	131	199	9,5
Poměr, l	1,7	1	2,5	25,0
Energie, cm ²	96	26	180	38,7
<i>Doba odležení 90 min</i>				
Odpor, E.J.	338	125	520	29,0
Maximum, E.J.	489	130	900	38,9
Tažnost, mm	162	130	212	10,1
Poměr, l	2,1	0,7	3,2	29,2
Energie, cm ²	108	33	198	39,2
<i>Doba odležení 135 min</i>				
Odpor, E.J.	354	130	560	30,1
Maximum, E.J.	507	135	935	39,9
Tažnost, mm	161	109	206	18,2
Poměr, l	2,3	0,8	3,8	31,5
Energie, cm ²	109	24	203	39,8
Sklizeň 1999				
<i>Doba odležení 45 min</i>				
Odpor, E.J.	190	115	360	33,7
Maximum, E.J.	257	115	535	39,8
Tažnost, mm	177	124	218	19,4
Poměr, l	1,1	0,7	2,1	36,3
Energie, cm ²	64	20	120	37,9
<i>Doba odležení 90 min</i>				
Odpor, E.J.	231	125	410	31,7
Maximum, E.J.	311	130	645	39,4
Tažnost, mm	180	151	234	10,6
Poměr, l	1,3	0,6	2,6	36,4
Energie, cm ²	76	29	162	35,7
<i>Doba odležení 135 min</i>				
Odpor, E.J.	247	130	490	32,2
Maximum, E.J.	341	140	715	40,8
Tažnost, mm	177	145	223	10,0
Poměr, l	1,4	0,8	3,3	40,6
Energie, cm ²	81	33	160	33,6

použita oblast vlnových délek 1108–2492,8 μm . Pro kalibraci byly použity matematické modely mPLS a PLA. Byl zadán maximální počet cyklů výpočtu (odborný název term) 4 a při výpočtech nebyly vyřazeny žádné odlehle vzorky. Byly zkoušeny matematické úpravy 1,4,4,1 a 1,8,8,1 a všechny úpravy spekter, které program nabízí. Současně s kalibračním výpočtem byla pro každou varianu úprav prováděna křížová (cross) validace pro ověření přesnosti kalibračních modelů. Z odzkoušených kombinací úprav a postupů byly vybrány ty kalibrační rovnice, kde hodnota směrodatné odchylky předpovědi *SEP* příslušné křížové validace byla nejmenší.

Tímto postupem byly hodnoceny soubory pšeničných mouk ze sklizní pšenice 1998 až 2001 a spojený soubor testovaných vzorků ze sklizně 1998 a 1999. Kalibrační rovnice souboru vzorků ze sklizně 1999 byla ověřena nezávislou validací souborem vzorků ze sklizně 1998 pro měření na farinografu a extenzografu. Pro měření na alveografu byla kalibrační rovnice pro soubor ze sklizně 2000 validována souborem ze sklizně 2001.

Posuzování přesnosti předpovědi každého reologického ukazatele je dáno hodnotami:

- *SEP* (směrodatná odchylka předpovědi) – vyjadřuje kolísání rozdílů mezi naměřenými a vypočtenými hodnotami.
- *r* (korelační koeficient) – vyjadřuje míru lineární závislosti mezi naměřenými a vypočtenými hodnotami.

Výsledky a diskuse

Jakostní znaky pšeničných mouk

Analytické jakostní znaky testovaných pšeničných mouk uvedené v tabulce I odpovídají požadavkům normy na pšeničnou mouku hladkou světlou. Obsah bílkovin je v rozsahu 10,2–15,0 %, Zelenyho sedimentační hodnota 19–45 ml, číslo poklesu 195–440 s. Pšeničné mouky ze sklizně roku 2000 lze hodnotit jako pekařsky nejkvalitnější. Proti roku 2001 se vyznačují nižším obsahem bílkovin, avšak vyšší kvalitou a stav sacharido-amylasového komplexu podle čísla poklesu je z hlediska pekařských požadavků lepší. Rozdíl mezi jednotlivými soubory jsou způsobeny klimatickými vlivy v jednotlivých ročnících sklizně. Pro účely robustní kalibrace je tento rozptyl jakostních znaků vítaný a dané soubory byly vybírány záměrně.

Reologické vlastnosti pšeničných mouk z jednotlivých ročníků sklizně pšenice uvádí tabulky II, III a IV. Podle farinografických ukazatelů (hodnoceny ve 2 ročnících sklizně) lze pšeničné mouky ze sklizně 1998 hodnotit jako pekařsky silnější, což potvrzuje vyšší vaznost vody, delší průměrná doba vývinu a stability těsta a vyšší tolerance vůči přehnětení. Viskoelastické vlastnosti těst, vyrobených z těchto mouk, jsou podle hodnocení na extenzografu typické pro středně silné mouky s vyrovanou pružností a tažností lepkové struktury. Odležením se vlastnosti těst z mouk obou souborů zlepšují.

Tabulka V

Předikce reologických znaků – kalibrace a křížová validace – farinografické hodnocení

Ukazatel	Kalibrace				Křížová validace		
	<i>n</i>	počet termů	<i>SEP</i>	<i>r</i>	počet skupin	<i>SEP</i>	<i>r</i>
<i>Sklizeň 1998</i>							
Vaznost vody	75	4	1,8	0,817	75	2,0	0,789
Doba vývinu	75	1	0,9	0,560	75	0,9	0,511
Stabilita	75	1	2,4	0,297	75	1,0	0,145
Změknutí po 10 min	75	2	16,7	0,457	75	17,8	0,342
Stupeň změknutí	75	1	18,6	0,219	75	20,2	0,109
<i>Sklizeň 1999</i>							
Vaznost vody	114	3	2,3	0,724	114	2,5	0,655
Doba vývinu	114	1	1,1	0,623	114	1,2	0,592
Stabilita	114	1	3,3	0,559	114	3,4	0,494
Změknutí po 10 min	114	3	19,6	0,531	114	20,5	0,477
Stupeň změknutí	114	3	22,9	0,466	114	24,5	0,335

Tabulka VI

Predikce reologických znaků – kalibrace a křížová validace – extenzografické hodnocení

Ukazatel	Kalibrace				Křížová validace		
	<i>n</i>	počet termů	<i>SEP</i>	<i>r</i>	počet skupin	<i>SEP</i>	<i>r</i>
Sklizeň 1998							
<i>Doba odležení 45 min</i>							
Odpor	74	4	42,8	0,507	74	46,4	0,366
Maximum	74	4	69,5	0,550	74	78,9	0,338
Tažnost	74	1	16,6	0,169	74	17,7	0,000
Poměr	74	1	0,3	0,240	74	0,3	0,077
Energie	74	3	17,0	0,506	74	118,3	0,383
<i>Doba odležení 90 min</i>							
Odpor	75	4	50,5	0,554	75	54,1	0,464
Maximum	75	3	85,7	0,507	75	94,0	0,342
Tažnost	75	3	14,3	0,578	75	17,0	0,263
Poměr	75	4	0,4	0,519	75	0,4	0,471
Energie	75	4	20,2	0,468	75	22,0	0,289
<i>Doba odležení 135 min</i>							
Odpor	75	4	58,8	0,509	75	61,8	0,439
Maximum	75	4	103,3	0,496	75	110,3	0,390
Tažnost	75	1	15,9	0,378	75	16,6	0,277
Poměr	75	1	0,5	0,421	75	0,5	0,361
Energie	75	3	19,9	0,510	75	21,7	0,372
Sklizeň 1999							
<i>Doba odležení 45 min</i>							
Odpor	113	1	50,1	0,750	113	57,7	0,651
Maximum	113	1	59,3	0,749	113	102,4	0,654
Tažnost	113	1	14,7	0,536	113	16,1	0,389
Poměr	113	1	0,3	0,738	113	0,4	0,624
Energie	113	1	20,9	0,748	113	24,1	0,648
<i>Doba odležení 90 min</i>							
Odpor	114	2	66,9	0,700	114	73,7	0,622
Maximum	114	1	110,1	0,748	114	128,4	0,637
Tažnost	114	1	15,4	0,573	114	16,0	0,529
Poměr	114	1	0,5	0,649	114	0,5	0,607
Energie	114	1	25,3	0,701	114	28,2	0,609
<i>Doba odležení 135 min</i>							
Odpor	114	1	73,3	0,681	114	79,1	0,616
Maximum	114	1	131,4	0,664	114	145,2	0,568
Tažnost	114	1	19,8	0,508	114	21,0	0,418
Poměr	114	1	0,5	0,653	114	0,6	0,610
Energie	114	1	25,2	0,702	114	28,3	0,602

$r_{\text{krit}}(\alpha=0,01, 100 \text{ vzorků}) = 0,254$, $r_{\text{krit}}(\alpha=0,01, 75 \text{ vzorků}) = 0,296$, $r_{\text{krit}}(\alpha=0,01, 74 \text{ vzorků}) = 0,298$,
 $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 100 \text{ vzorků}) = 0,195$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 75 \text{ vzorků}) = 0,228$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 74 \text{ vzorků}) = 0,229$

Tabulka VII

Predikce reologických znaků –kalibrace a křížová validace – alveografické hodnocení

Ukazatel	Kalibrace			Křížová validace		
	počet termů	SEP	r	počet skupin	SEP	r
<i>Sklizeň 2000^a</i>						
P	4	17,67	0,440	70	19,25	0,345
L	4	11,06	0,385	70	12,04	0,283
P/L	4	0,55	0,458	70	0,63	0,305
W	3	26,31	0,474	70	28,83	0,377
<i>Sklizeň 2001^b</i>						
P	4	11,74	0,746	30	15,78	0,557
L	3	10,12	0,514	30	13,02	0,222
P/L	4	0,38	0,753	30	0,53	0,545
W	4	20,82	0,668	30	23,81	0,574
<i>Spojené soubory^c</i>						
P	4	20,23	0,488	130	21,72	0,415
L	4	12,06	0,314	130	12,92	0,219
P/L	3	0,86	0,261	130	0,91	0,178
W	3	31,61	0,324	130	33,13	0,263

^a $r_{(\alpha=0,01,70\text{vzorků})} = 0,306$, $r_{(\alpha=0,05,70\text{vzorků})} = 0,236$; ^b $r_{(\alpha=0,01,30\text{vzorků})} = 0,464$, $r_{(\alpha=0,05,30\text{vzorků})} = 0,362$,

^c $r_{(\alpha=0,01)} = 0,257$, $r_{(\alpha=0,05)} = 0,197$

Soubory pšeničných mouk ze sklizně pšenice 2000 a 2001 (hodnoceny alveografem) lze označit za pekařsky průměrné, typické pro naše klimatické podmínky pěstování pšenice. Vyznačují se podle alveografického měření vyšší pružností těsta a průměrnou hodnotou energie. Z technologického hlediska lze viskoelastické vlastnosti pšeničných mouk ze sklizně 2000 považovat za vhodnější pro standardní zpracování.

Kalibrace a křížové validace

Předpověď reologických ukazatelů pšeničných mouk ze sklizní 1998–2001 jsou uvedeny v tabulkách V, VI a VII. Výsledky kalibrace a křížové validace jsou popsány ukazateli SEP a r. Z porovnání statisticky významných hodnot korelačních koeficientů na hladině významnosti 0,01 při křížové validaci pro farinografické charakteristiky vyplývá úspěšná předpověď všech sledovaných ukazatelů v souboru mouk ze sklizně 1999. Také extenzografické charakteristiky lze v tomto souboru spolehlivě stanovit na hladině významnosti 0,01. Avšak pro ročník sklizně 1999, kde byl testován menší soubor vzorků, nebyla statistická významnost pro některé parametry prokázána (např. pro stabilitu a stupeň změknutí těsta při zkoušení na farinografu a pro tažnost těsta při žádné době odležení při extenzografickém hodnocení). Pro alveografická měření lze podle výsledků křížové validace úspěšně předpovědět v obou

souborech i po jejich spojení pouze pružnost a alveografickou energii těsta na hladině významnosti 99 %. S 95% pravděpodobností lze stanovit také alveografickou tažnost.

Výsledky kalibrace a křížové validace lze využít pro stanovení reologických ukazatelů pšeničného těsta v rámci daného ročníku sklizně pšenice, ze které jsou pšeničné mouky vyrobeny. Protože však jakostní znaky pšeničné mouky vlivem ročníku pěstování výrazně kolísají, nutno kalibrace ročně upřesňovat.

Nezávislá validace

Křížová (cross) validace není jednoznačně průkazná pro ověření vypočítaných kalibračních křivek, neboť kalibrační a validační soubory nejsou zcela nezávislé. Proto byla kalibrační rovnice pro mouky ze sklizně pšenice 1999 nezávisle validována souborem mouk ze sklizně pšenice 1998 pro farinografické a extenzografické měření a kalibrační rovnice pro vzorky ze sklizně 2000 souborem ze sklizně 2001 pro alveografické měření (tabulka VIII). Z farinografických charakteristik těsta je v souladu s pracemi Delwiche⁹ a Williamse⁶ nezávisle stanovena doba vývinu těsta a stupeň změknutí těsta, který charakterizuje odolnost těsta vůči přehnětení. Na hladině významnosti 0,05 byla také spolehlivě určena farinografická vaznost mouky, jak bylo zjištěno na amerických a kanadských moukách. Tento ukazatel je mimo pekařskou technologii

Tabulka VIII
Nezávislá validace reologických znaků těsta

Ukazatel	Kalibrace				Validace		
	<i>n</i>	počet termů	<i>SEP</i>	<i>r</i>	<i>n</i>	<i>SEP</i>	<i>r</i>
<i>Farinografické ukazatele</i>							
Vaznost vody	75	4	1,8	0,817	39	3,4	0,401
Doba vývinu	75	1	0,9	0,560	39	1,4	0,619
Stabilita	75	1	2,4	0,297	39	4,7	0,202
Změknutí po 10 min	75	2	16,7	0,457	39	24,3	0,402
Stupeň změknutí	75	1	18,6	0,219	39	34,3	0,415
<i>Alveografické ukazatele</i>							
Pružnost	70	4	17,7	0,440	70	26,4	0,298
Tažnost	70	4	11,1	0,385	70	15,5	0,018
Poměr	70	4	0,7	0,458	70	1,1	0,115
Energie	70	4	26,3	0,474	70	35,4	0,382
<i>Extenzografické ukazatele (doba odležení 45 min)</i>							
Odpor	74	4	42,8	0,507	39	85,5	0,071
Maximum	74	4	69,5	0,550	39	160,7	0,095
Tažnost	74	1	16,6	0,169	39	16,4	0,071
Poměr	74	1	0,3	0,240	39	0,4	0,200
Energie	74	3	17,0	0,506	39	39,5	0,100
<i>Extenzografické ukazatele (doba odležení 90 min)</i>							
Odpor	75	4	50,5	0,554	39	100,1	0,118
Maximum	75	3	85,7	0,507	39	194,6	0,063
Tažnost	75	3	14,3	0,578	39	18,1	0,330
Poměr	75	4	0,4	0,519	39	0,6	0,228
Energie	75	4	20,2	0,468	39	44,7	0,045
<i>Extenzografické ukazatele (doba odležení 135 min)</i>							
Odpor	75	4	58,8	0,509	39	102,8	0,276
Maximum	75	4	103,3	0,496	39	205,5	0,095
Tažnost	75	1	15,9	0,378	39	27,1	0,394
Poměr	75	1	0,5	0,421	39	0,7	0,373
Energie	75	3	19,9	0,510	39	45,6	0,032

$r_{\text{krit}}(\alpha = 0,01, 75 \text{ vzorků}) = 0,296$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 75 \text{ vzorků}) = 0,228$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,01, 74 \text{ vzorků}) = 0,298$,
 $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 74 \text{ vzorků}) = 0,229$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,01, 39 \text{ vzorků}) = 0,408$, $r_{\text{krit}}(\alpha = 0,05, 39 \text{ vzorků}) = 0,317$,
 α – významnost, r_{krit} – kritický korelační koeficient

také ekonomicky významný pro mlýny. Z uvedených výsledků byly odvozeny kalibrační rovnice pro filtrový NIR přístroj Inframatic 8600, kde lze stanovení vaznosti mouky zjistit s chybou 2–4 %.

Pro extenzografické ukazatele neprokázala nezávislá validace zjištěné kalibrační rovnice možnost úspěšně stanovit žádný sledovaný ukazatel při sledovaných dobách odležení na hladině významnosti 0,01, avšak tažnost těsta lze s pravděpodobností 95 % nezávisle předpovědět pro zkoušky s delší dobou odležení těsta (90 a 135 min).

Při alveografickém měření byla v souladu prací Williams⁸ nezávisle stanovena alveografická pružnost a energie těsta.

Závěr

Filtrové přístroje pracující na principu NIR spektroskopie se standardně používají v mlýnském a pekárenském oboru k rychlému zjištění analytických znaků pšeničné mouky.

Při stanovení reologických charakteristik pšeničné mouky, na které nejsou filtrové NIR přístroje dosud kalibrovány, byly zjištěny větší rozdíly mezi naměřenými a matematicky stanovenými hodnotami. Přesto závislost mezi nimi byla statisticky významná pro farinografickou vaznost, dobu vývinu a stupeň změknutí těsta. V souladu s pracemi citovaných autorů lze předpokládat i předpověď extenzografických charakteristik pšeničné mouky, které nebyly v těchto souborech jednoznačně prokázány na hladině významnosti 99 %. S nižší přesností však lze nezávisle určit extenzografickou tažnost těsta, která je důležitou technologickou vlastností a podle tohoto parametru se řídí i fortifikace mouk zlepšovacími přípravky. Úspěšná předpověď dalších extenzografických ukazatelů metodou NIR spektroskopie vyžaduje pravděpodobně rozsáhlejší soubory vzorků. Přesnost zjištění dvou alveografických parametrů těsta (pružnost a energie) analýzou spekter NIR pšeničné mouky lze považovat za srovnatelné s referenčním postupem.

LITERATURA

1. Pomeranz Y.: *Wheat Chemistry and Technology*. AACC, St. Paul 1971.
2. Shuey W. C.: *The Farinograph Handbook*. AACC, St. Paul 1972.
3. Rasper V. F., Preston K. R.: *The Extensigraph Handbook*. AACC, St. Paul 1991.
4. Faradi H., Rasper V. F.: *The Alveograph Handbook*. AACC, St. Paul 1987.
5. Delwiche S. R., Graybosh R. A., Peterson C. J.: *Cereal Chem.* 75, 412 (1998).
6. Williams P. C., El-Haramen F. J., Ortis-Ferira G., Srivasta J. P.: *Cereal Chem.* 65, 109 (1984).
7. Osborne B. G., Baret G. M., Cauvain S. P., Fearn T.: *J. Sci. Food Agric.* 35, 940 (1984).
8. Rubenthaler G. L., Pomeranz Y.: *Cereal Chem.* 64, 407 (1987).
9. Delwiche S. R., Weaver G.: *J. Food Sci.* 59, 412 (1987).
10. ČSN 560512: *Metody zkoušení mlýnských výrobků* (1993).
11. ČSN ISO 5530-1: *Fyzikální charakteristiky těst, část 1: Stanovení vaznosti vody a reologických vlastností na farinografu* (1995).
12. ČSN ISO 5530-2: *Fyzikální charakteristiky těst, část 2: Stanovení reologických vlastností na extenzografu* (1995).
13. ČSN ISO 5530-4: *Fyzikální charakteristiky těst, část 4: Stanovení reologických vlastností na alveografu* (1995).

M. Hrušková, M. Bednářová and P. Šmejda
(*Department of Carbohydrate Chemistry and Technology, Institute of Chemical Technology, Prague*): **Prediction of Rheological Parameters of Dough by NIR Spectral Analysis of Wheat Flour**

Rheological quality of wheat dough prepared from 189 varieties of flour samples (wheat harvest 1998 and 1999) and 140 commercial flour samples (wheat harvest 2000 and 2001) was assessed using a farinograph, extensigraph, alveograph and a NIR spectrograph. The prediction quality was evaluated by the correlation coefficient between the measured and predicted values from cross and independent validation. A statistically significant dependence between predicted and measured values (with probability higher than 99 %) was observed in all rheological characteristics in cross validation. Out of farinograph parameters only water absorption, dough time development and mixing tolerance and of alveograph characteristics only dough elasticity and energy were successfully predicted by independent validation. Predictions of extensigraph characteristics were not statistically significant due to a small number of tested samples.