

NGHIÊN CỨU PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH MỘT SỐ PHỤ GIA THỰC PHẨM POLYSACCHARIDE BẰNG QUANG PHỔ HỒNG NGOẠI FTIR

Lưu Thị Huyền Trang^{1*}, Lê Thị Thúy¹, Trần Hoàng Giang¹, Vũ Thị Trang¹

Nguyễn Thị Minh Lợi², Phùng Vũ Phong³

¹Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia

²Trường Đại học Quảng Bình

³Viện Công nghệ xạ hiэм

(Ngày đến tòa soạn: 06/01/2020; Ngày sửa bài sau phản biện: 10/02/2020; Ngày chấp nhận đăng: 02/03/2020)

Tóm tắt

Nghiên cứu phát triển phương pháp xác định một số phụ gia thực phẩm trong nền mẫu nguyên liệu và hỗn hợp phụ gia bằng quang phổ hồng ngoại. Mô hình bình phương tối thiểu từng phần (PLS) với ma trận 07 vectơ trị riêng được xây dựng với mẫu chuẩn (24 mẫu chứa đồng thời 04 chất phân tích) được áp dụng để xác định đơn chất hoặc xác định đồng thời gồm guar, CMC, carrageenan, xanthan gồm trong các mẫu hỗn hợp phụ gia thực phẩm. Ma trận gồm 10 mẫu được tạo bởi bốn chất phân tích để đánh giá độ chính xác của mô hình PLS. Kết quả cho thấy, sai số tương đối từ 1,1 - 15% với mô hình PLS. Các điều kiện thí nghiệm tối ưu là vùng phổ: 1700 - 900 cm^{-1} ; tỷ lệ của mẫu/KBr: 2/98 (w/w); khối lượng ép viên 15 mg. Ứng dụng phương pháp để xác định 04 chất phân tích trong 15 mẫu nguyên liệu và hỗn hợp phụ gia thực phẩm, t 2017.

Từ khóa: FTIR, gồm guar, CMC, carrageenan, xanthan gồm, PLS.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Kiểm soát chất lượng và an toàn thực phẩm cần thực hiện ở tất cả các chuỗi chế biến thực phẩm, từ nguyên liệu thô đến thành phẩm. Đặc biệt, đối với ngành công nghệ chế biến thực phẩm hiện nay, việc đa dạng hóa thành phẩm từ việc thay đổi cấu trúc, tăng hương vị, duy trì chất lượng dinh dưỡng nhờ sử dụng các phụ gia thực phẩm mang lại giá trị kinh tế và văn hóa ẩm thực rất lớn.

Trong số các thành phần nguyên liệu thực phẩm được sử dụng rộng rãi hiện nay, polysaccharide là một nhóm các chất có cấu trúc đa dạng và phức tạp. Việc nghiên cứu xác định đặc tính của polysaccharide là một thách thức với các nhà nghiên cứu [10]. Hầu hết các phương pháp phân tích hiện nay chỉ dừng lại ở việc định lượng thành phần polysaccharide đơn lẻ khi đã biết loại polysaccharide [4]. Các phương pháp phân tích truyền thống thường tốn thời gian và yêu cầu quá trình chuẩn bị mẫu phức tạp. Mẫu cần được thủy phân thành các monosaccharide và phân tích trên các thiết bị như: sắc ký, điện di, điện hóa và quang phổ [5, 8, 11, 13]. Nhược điểm lớn nhất của các phương pháp này là quá trình thủy phân thường không hoàn toàn và khó áp dụng để phân tích hỗn hợp polysaccharide.

Quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) là một phương pháp phân tích nhanh và nhạy đối với các hợp chất có nhóm chức hóa học đặc trưng trong cấu trúc [2]. Phương pháp được sử dụng để xác định các hợp chất chưa biết, xác nhận cấu trúc và định lượng. Chemometrics [1, 3, 9, 12] được định nghĩa là việc ứng dụng các phương pháp toán học, thống kê, đồ họa,...

*Điện thoại: 0963385124 Email: luutrang1710@gmail.com

để quy hoạch thực nghiệm, tối ưu hoá các thông tin hoá học trích ra từ tập số liệu phân tích và đưa ra tối đa những thông tin hữu ích từ tập số liệu ban đầu. Sự khác nhau trong cấu trúc giữa các polysaccharide là cơ sở để nhận biết chúng bằng quang phổ hồng ngoại, kết hợp thống kê đa biến để định lượng chính xác chất phân tích trong hỗn hợp.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Hóa chất và thiết bị

Chất chuẩn, hóa chất: Các chất chuẩn sử dụng trong nghiên cứu gồm carrageenan, gồm guar, sodium carboxymethyl cellulose (CMC), xanthan gồm từ Sigma Aldrich, các hoá chất: ethanol từ Merck, KBr từ Thermo Scientific.

Thiết bị: Thiết bị quang phổ hồng ngoại Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR dải số sóng đo 4000 - 400 cm^{-1} , detector nhiệt DTGS.

Đối tượng mẫu gồm các mẫu nguyên liệu và hỗn hợp phụ gia. Các mẫu được lấy ngẫu nhiên trên địa bàn Hà Nội từ tháng 8 đến tháng 10 năm 2019.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Khảo sát vùng phổ hấp thụ hồng ngoại của các chất phân tích

Cấu trúc phân tử của các chất phân tích có chứa các liên kết và các nhóm chức như Sulfate, CO, CH, OH,... có khả năng hấp thụ bức xạ trong vùng hồng ngoại trung. Do đó, tiến hành đo phổ hồng ngoại của các hoạt chất nghiên cứu trong vùng phổ từ 4000 - 400 cm^{-1} . Chuẩn bị mẫu bằng cách trộn đều 3 mg hoạt chất với 97 mg KBr, nghiền mịn và đồng nhất bằng cối mã não trong 15 phút, cân khoảng 15 mg hỗn hợp vừa đồng nhất cho vào bộ dụng cụ ép viên, ép sao cho viên mỏng, trong suốt, sau đó tiến hành đo phổ hấp thụ hồng ngoại trong vùng phổ 4000 - 400 cm^{-1}

2.2.2. Khảo sát tỷ lệ khối lượng mẫu/KBr

KBr có vai trò quan trọng trong phân tích phổ hồng ngoại truyền qua, nó loại trừ được vấn đề các băng hấp thụ do cấu tử tạo hồ và cho phổ tốt hơn. Để khảo sát lựa chọn tỉ lệ khối lượng mẫu/KBr phù hợp tiến hành khảo sát bằng cách trộn từng chuẩn phân tích với KBr theo tỷ lệ khối lượng mẫu trên KBr là x/y với $x = 1 - 10$ và $y = 100 - x$.

2.2.3. Xây dựng mô hình hồi qui đa biến

Để định lượng nhanh và đồng thời 04 chất gồm CMC, carrageenan, xanthan gồm, gồm guar trong nguyên liệu và hỗn hợp phụ gia, thực hiện các bước như sau:

- Bước 1: Chuẩn bị 24 mẫu chuẩn, 10 mẫu kiểm tra chứa đồng thời bốn chất CMC, carrageenan, xanthan gồm, gồm guar với tỷ lệ thay đổi khác nhau. Tiến hành trộn đều và nghiền mịn, đồng nhất hỗn hợp trong cối mã não khoảng 15 phút.

- Bước 2: Lấy một lượng hỗn hợp vừa trộn với KBr theo tỷ lệ tối ưu, nghiền mịn, đồng nhất mẫu trong cối mã não 15 phút.

- Bước 3: Cân chính xác một lượng bột vừa nghiền được cho vào bộ ép thủy lực để thu được viên mẫu mỏng và trong suốt. Đo phổ hồng ngoại của viên mẫu, ghi lại độ hấp thụ các mẫu, xuất số liệu dưới dạng ASCII và chuyển dữ liệu vào phần mềm Matlab để tính kết quả.

- Bước 4: Đường chuẩn đa biến được xây dựng dựa trên ma trận độ hấp thụ quang của các mẫu chuẩn và mẫu kiểm tra. Xử lý số liệu trên phần mềm Matlab, tính toán theo mô hình hệ số hồi quy theo 2 phương pháp PLS và PCR. So sánh sai số tương đối của mỗi phương pháp, lựa chọn phương pháp tối ưu nhất để tiến hành định lượng các mẫu thực tế.

Sai số tương đối được xác định bằng công thức: $S_{\text{aiso}} = (X_{\text{oktra}} - X_{\text{ktra}}) * 100 / X_{\text{oktra}}$

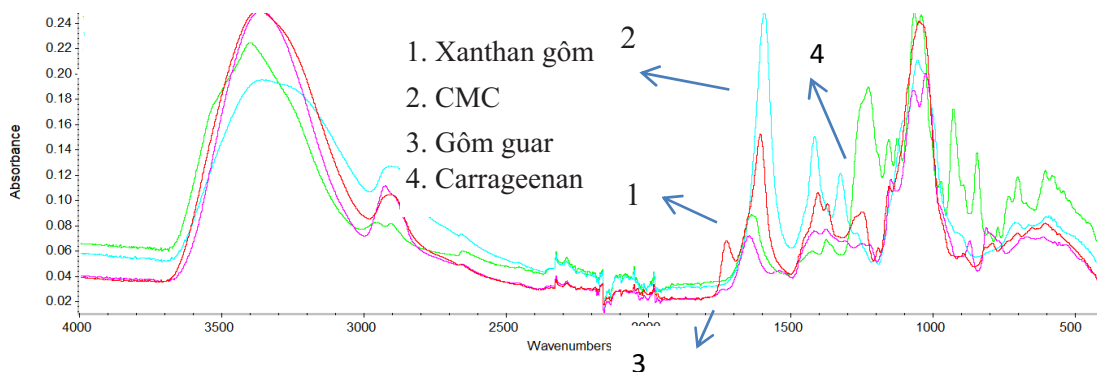
Trong đó: X_{oktra} là hàm lượng chất phân tích từ mẫu chuẩn và mẫu kiểm tra
 X_{ktra} là hàm lượng chất phân tích được tính lại từ mô hình.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

Trên cơ sở tham khảo tài liệu [1, 9], tín hiệu đo phổ hồng ngoại ảnh hưởng bởi rất nhiều yếu tố: hàm lượng chất trong mẫu, mức độ phân tán đồng đều của chất trong mẫu đo, độ dày mẫu, kích thước hạt,... Trong nghiên cứu này, việc khảo sát được thực hiện với các yếu tố gồm: lựa chọn vùng phổ thích hợp, hàm lượng các chất trong mẫu đo, độ dày mẫu.

3.1. Khảo sát vùng phổ hấp thụ hồng ngoại của các chất phân tích

Phổ hồng ngoại của bốn chất CMC, carrageenan, canthan gôm, gôm guar được kết quả trong hình 1.



Hình 1. Phổ hồng ngoại của bốn chất gôm guar, CMC, xanthan gôm, carrageenan trong vùng 4000 - 400 cm^{-1}

Để phương pháp nghiên cứu có độ chính xác cao, đối với mẫu dạng rắn cần chọn được vùng phổ cho tín hiệu cao đối với hoạt chất. Từ kết quả đo phổ trong hình 1 nhận thấy, các chất nhóm polysaccharides đều hấp thụ mạnh trong khoảng số sóng 1700 - 900 cm^{-1} . Khi chồng các phổ hấp thụ của bốn chất kết quả cho thấy: tuy cùng xuất hiện các đỉnh pic đặc trưng của các nhóm chức CO, C-H, sulfat nhưng do tác động của các nhóm chức lẫn nhau nên có sự thay đổi chiều cao và đỉnh pic tại các bước sóng khác nhau, nếu dùng phương pháp đường chuẩn hay thêm chuẩn để định lượng đồng thời các chất trong mẫu là điều không thể thực hiện được, mà phải sử dụng phương pháp phổ hồng ngoại kết hợp với toán hóa để định lượng được từng chất này.

3.2. Khảo sát tỷ lệ khối lượng mẫu/ KBr

Khi trộn bốn chất chuẩn gôm guar, CMC, xanthan gôm, carrageenan với KBr theo tỷ lệ khối lượng khác nhau kết quả được thể hiện trong bảng 1, 2, 3, 4.

Bảng 1. Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng gôm guar/KBr đến độ hấp thụ quang tại các số sóng đặc trưng

| Tỷ lệ mẫu/KBr (mg/mg) | 1/99 | 2/98 | 3/97 | 4/96 | 5/95 |
|---------------------------------|-------|--------------|-------|-------|-------|
| Số sóng: ν (cm^{-1}) | | | | | |
| 1653,47 | 0,998 | 1,089 | 1,152 | 1,198 | 1,265 |
| 1419,42 | 1,052 | 1,152 | 1,209 | 1,295 | 1,356 |
| 1014,46 | 1,237 | 1,325 | 1,381 | 1,427 | 1,489 |

Bảng 2. Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng CMC/KBr đến độ hấp thụ quang tại các số sóng đặc trưng

| Tỷ lệ mẫu/KBr (mg/mg) Số sóng ν (cm^{-1}) | 1/99 | 2/98 | 3/97 | 4/96 | 5/95 |
|--|-------|--------------|-------|-------|-------|
| 1617,03 | 1,119 | 1,208 | 1,267 | 1,291 | 1,276 |
| 1419,59 | 1,113 | 1,245 | 1,281 | 1,314 | 1,357 |
| 1327,88 | 1,114 | 1,185 | 1,261 | 1,283 | 1,259 |
| 1056,98 | 1,091 | 1,218 | 1,254 | 1,265 | 1,293 |

Bảng 3. Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng carrageenan/KBr đến độ hấp thụ quang tại các số sóng đặc trưng

| Tỷ lệ mẫu/KBr (mg/mg) Số sóng ν (cm^{-1}) | 1/99 | 2/98 | 3/97 | 4/96 | 5/95 |
|--|-------|--------------|-------|-------|-------|
| 1653,11 | 1,163 | 1,140 | 1,249 | 1,569 | 1,556 |
| 1256,28 | 1,145 | 1,199 | 1,234 | 1,578 | 1,620 |
| 1069,19 | 1,189 | 1,229 | 1,325 | 1,691 | 1,792 |

Bảng 4. Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng xanthan gôm/KBr đến độ hấp thụ quang tại các số sóng đặc trưng

| Tỷ lệ mẫu/KBr (mg/mg) Số sóng ν (cm^{-1}) | 1/99 | 2/98 | 3/97 | 4/96 | 5/95 |
|--|-------|---------------|-------|-------|-------|
| 1618,07 | 0,975 | 1,0521 | 1,132 | 1,196 | 1,250 |
| 1407,32 | 0,902 | 0,987 | 1,156 | 1,272 | 1,325 |
| 1250,35 | 0,821 | 0,901 | 0,964 | 0,995 | 1,105 |
| 1068,85 | 1,037 | 1,256 | 1,309 | 1,567 | 1,766 |

Kết quả ở bảng 1, 2, 3, 4 cho thấy, khi tỷ lệ khối lượng mẫu/KBr tăng thì độ hấp thụ quang của các mẫu viên cũng tăng lên nhưng độ lặp lại của phép đo càng kém. Nếu lượng mẫu đưa vào quá nhỏ thì dễ gây ra sai số trong quá trình cân, do đó tỷ lệ khối lượng mẫu/KBr là 2/98 là phù hợp.

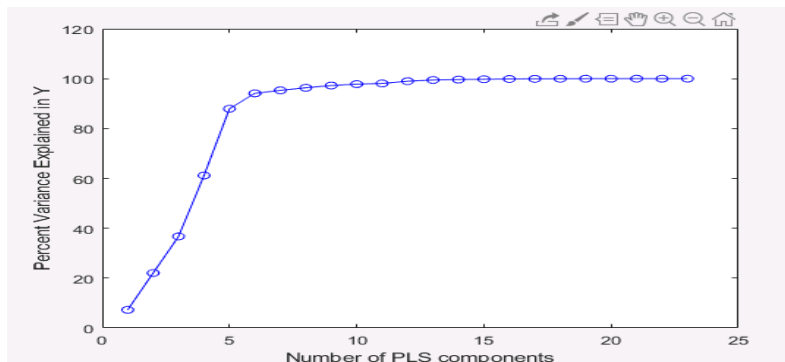
Như vậy, điều kiện tối ưu để xác định hàm lượng gôm guar, CMC, xanthan gôm, carrageenan

trên FTIR là vùng phổ: 1700 - 900 cm^{-1} , tỷ lệ khối lượng mẫu/KBr = 2/98, độ dày viên: 15 mg.

3.3. Đánh giá tính phù hợp của mô hình PCR và PLS

3.3.1. Tìm số PC phù hợp cho mô hình PCR, PLS

Nhập ma trận nồng độ mẫu chuẩn và ma trận tín hiệu đo của các mẫu chuẩn vào phần mềm Matlab, tìm số cấu tử chính phù hợp. Kết quả được thể hiện trên hình 2.



Hình 2. Kết quả phân tích tìm số cấu tử chính phù hợp

Từ hình 2 cho thấy, 07 cấu tử đầu chiếm khoảng 95% lượng thông tin của tập dữ liệu. Do đó có thể kết luận 07 cấu tử ban đầu có ảnh hưởng chính tới các thông tin chứa trong tập số liệu. Vì vậy, chúng tôi lựa chọn số cấu tử chính là 07 được lựa chọn để làm cơ sở cho không gian mới của tập số liệu.

3.3.2. Đánh giá tính phù hợp của mô hình PCR

Sau khi lựa chọn được số cấu tử chính phù hợp, tiến hành nhập các kết quả của hai ma trận nồng độ chuẩn và ma trận nồng độ kiểm tra cùng với các ma trận tín hiệu đo vào trong phần mềm Matlab, tính theo mô hình PCR thu được kết quả hàm lượng và sai số tương đối của các mẫu kiểm tra như trong bảng 5.

Bảng 5. Hàm lượng (%) và sai số tương đối xác định đồng thời 04 chất phân tích trong mẫu kiểm tra bằng phương pháp PCR

| Mẫu | Hàm lượng tìm thấy (%) | | | | Sai số tương đối (%) | | | |
|-----|------------------------|-------|-------------|-------------|----------------------|---------|-------------|-------------|
| | Gôm guar | CMC | Xanthan gôm | Carrageenan | Gôm guar | CMC | Xanthan gôm | Carrageenan |
| 1 | 43,81 | 20,44 | 24,31 | 9,63 | 13,40 | - 0,27 | - 22,26 | - 5,39 |
| 2 | 43,12 | 20,41 | 24,03 | 9,72 | 13,28 | - 2,93 | - 10,23 | - 12,50 |
| 3 | 43,47 | 20,20 | 24,09 | 9,49 | 12,23 | - 3,08 | - 7,67 | - 11,77 |
| 4 | 41,28 | 23,24 | 24,35 | 12,37 | 14,79 | 11,27 | - 103,3 | 7,63 |
| 5 | 40,30 | 21,29 | 23,26 | 10,92 | 22,33 | 7,08 | - 50,97 | - 11,28 |
| 6 | 40,65 | 20,61 | 23,15 | 10,29 | 20,53 | 2,11 | - 24,12 | - 12,50 |
| 7 | 38,77 | 18,46 | 21,64 | 8,83 | 22,33 | - 9,23 | 17,78 | - 28,53 |
| 8 | 29,80 | 19,99 | 18,76 | 11,60 | 39,90 | - 26,31 | 34,63 | - 97,20 |
| 9 | 43,23 | 25,22 | 25,83 | 13,68 | - 52,63 | - 43,53 | 33,33 | 10,91 |
| 10 | 47,12 | 25,38 | 27,38 | 13,17 | 8,47 | - 12,51 | - 69,34 | - 34,55 |

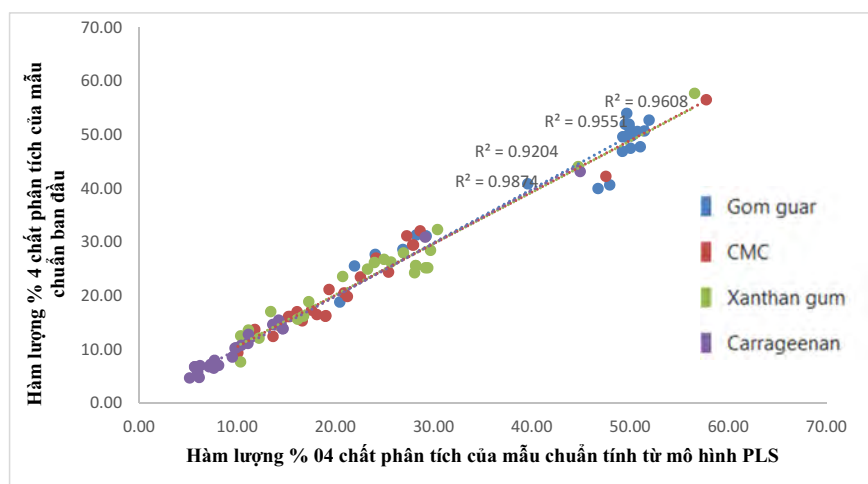
Từ bảng 5 cho thấy kết quả sai số tương đối lớn ở một số mẫu vượt quá sai số cho phép, hàm lượng các cấu tử thu được sai khác nhiều so với hàm lượng cấu tử ban đầu, do đó mô hình PCR không phải là mô hình tối ưu để xác định đồng thời các hoạt chất nghiên cứu trong cùng hỗn hợp.

3.3.3. Đánh giá tính phù hợp của mô hình PLS

Nhập các kết quả của hai mai trận nồng độ chuẩn và ma trận nồng độ kiểm tra cùng với các ma trận tín hiệu đo vào trong phần mềm Matlab, tính theo mô hình bình phương tối thiểu từng phần (PLS) thu được kết quả so sánh tương quan hàm lượng của 04 chất phân tích tìm được từ mô hình PLS và hàm lượng thực của chúng trong mẫu chuẩn, được mô tả như trong bảng 6 và hình 3.

Bảng 6. Hàm lượng (%) và sai số tương đối xác định đồng thời 04 chất phân tích bằng phương pháp PLS

| Mẫu | Hàm lượng tìm thấy (%) | | | | Sai số tương đối (%) | | | |
|-----|------------------------|---------|-----------------|-----------------|----------------------|---------|-----------------|-----------------|
| | Guar gum (%) | CMC (%) | Xanthan gum (%) | Carrageenan (%) | Guar gum (%) | CMC (%) | Xanthan gum (%) | Carrageenan (%) |
| 1 | 50,52 | 20,35 | 20,96 | 8,17 | - 0,15 | - 0,17 | 5,41 | - 10,58 |
| 2 | 48,95 | 18,99 | 23,71 | 8,35 | - 1,57 | - 4,22 | 8,76 | - 3,40 |
| 3 | 48,63 | 19,12 | 23,47 | 8,79 | - 1,83 | - 2,46 | 4,91 | 3,51 |
| 4 | 42,60 | 29,81 | 12,66 | 14,94 | - 12,06 | 13,81 | 5,66 | 11,56 |
| 5 | 47,01 | 24,80 | 17,25 | 10,94 | - 9,39 | 8,26 | 11,93 | 11,53 |
| 6 | 50,37 | 20,95 | 19,38 | 9,30 | - 1,53 | - 0,47 | 3,91 | 1,64 |
| 7 | 49,54 | 16,89 | 25,93 | 7,65 | - 0,74 | - 0,08 | - 1,50 | 11,29 |
| 8 | 51,35 | 17,04 | 24,85 | 6,76 | 3,56 | 7,66 | - 13,43 | 14,93 |
| 9 | 31,01 | 15,07 | 39,71 | 14,20 | 9,49 | - 14,20 | 2,51 | - 7,53 |
| 10 | 50,68 | 23,49 | 15,62 | 10,22 | - 1,56 | 4,10 | - 3,42 | 4,38 |



Hình 3. Tương quan hàm lượng 04 chất phân tích tìm được từ mô hình trong mẫu chuẩn

Từ bảng 6 và hình 3, cho thấy kết quả sai số tương đối nhỏ, hàm lượng các cấu tử thu được sai khác không nhiều so với hàm lượng cấu tử ban đầu. Trong 2 mô hình, mô hình PLS cho kết quả tốt hơn so với mô hình PCR khi so sánh trong các ma trận kiểm tra. Do đó để định lượng 04 chất gồm guar, CMC, carrageenan, xanthan gồm bằng phương pháp phổ hồng ngoại kết hợp với thuật toán hồi quy đa biến lựa chọn mô hình PLS với số PC = 7.

3.4. Phân tích trong một số mẫu thực tế

Ứng dụng quy trình để xác định các chất trong mẫu nguyên liệu và hỗn hợp nguyên liệu. Tiến hành phân tích trên một số mẫu thực (mẫu dạng nguyên liệu đơn chất và nguyên liệu hỗn hợp) được mua ở chợ. Kết quả phân tích mẫu thực được thể hiện trong bảng 7:

Từ kết quả thu được ở bảng 7 cho thấy, với các mẫu nguyên liệu có hàm lượng trong khoảng 99,0 - 99,7%, còn với các mẫu hỗn hợp có hàm lượng các chất trong khoảng từ 7,67 - 52,72%.

4. KẾT LUẬN

Trong nghiên cứu này, việc xác định đồng thời 04 chất đã được thực hiện trên mô hình hồi quy PLS, kết quả của ma trận mẫu chuẩn và mẫu kiểm tra có sai số $\leq 15\%$ (có sai số nằm trong giới hạn cho phép). Mặt khác có thể ứng dụng mô hình hồi quy tuyến tính PLS kết hợp với phổ hồng ngoại giữa để xác định nhanh hàm lượng gồm guar, CMC, carrageenan, xanthan gồm trong mẫu phụ gia dạng nguyên liệu hỗn hợp và đơn thành phần đang lưu hành trên thị trường hiện nay. Ưu điểm của phương pháp là có thể định lượng nhanh, không phải xử lý mẫu về dạng dung dịch.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Đoàn Thị Huyền, Đặng Ngọc Định, Tạ Thị Thảo, Bùi Xuân Thành, “Nghiên cứu định lượng nhanh và đồng thời cefadroxil, cefixim trong thuốc viên nén bằng phương pháp quang phổ hồng ngoại gần và trung bình”, *Tạp chí phân tích Hóa, Lý và Sinh học*, tập 22, số 1 (Đặc biệt), 2017.
- [2] Nguyễn Đình Thành, *Cơ sở các phương pháp phổ ứng dụng trong hóa học*, Bộ môn Hóa hữu cơ, Khoa Hóa học, trường Đại học Khoa học Tự Nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, 2011.
- [3] Tạ Thị Thảo, *Bài giảng chuyên đề thống kê trong hóa phân tích*, Bộ môn Hóa phân tích, Khoa Hóa học, trường Đại học Khoa học Tự Nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, 2005.
- [4] B. M. Prado, S. Kim, B. F. Ozen and L. J. Mauer, “Differentiation of Carbohydrate Gôm and Mixtures Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy and Chemometrics”, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 53, pp. 2823-2829, 2005.
- [5] B. Quemenera, C. Marota, L. Mouilletb, V. Da Rizc and J. Dirisd, “Quantitative analysis of hydrocolloids in food systems by methanolysis coupled to reverse HPLC. Part 2. Pectins, alginates and xanthan”, *Food Hydrocolloids*, vol.14, no.1, pp. 19-28, 2000.
- [6] M. Černá, A. S. Barros, A. Nunes, S. M. Rocha, I. Delgadillo, J. Čopíková and M. A. Coimbra, “Use of FT-IR spectroscopy as a tool for the analysis of polysaccharide food additives”, *Carbohydrate Polymers*, vol. 51, no. 4, pp. 383-389, 2003.
- [7] J. Čopíková, A. Synytsya, M. Černa, J. Kaasova and M. Novotna, “Application of FT-IR spectroscopy in detection of food hydrocolloids in confectionery jellies and food supplements”, *Czech Journal of Food Science*, vol. 19, pp. 51-56, 2001.
- [8] H. S. Soedjak, “Colorimetric Determination of Carrageenans and Other Anionic Hydrocolloids with Methylene Blue”, *Analytical Chemistry*, vol. 66, pp. 4514-4518, 1994.
- [9] J. Čopíková, A. S. Barros, I. Šmídová, M. Černá, D. H. Teixeira, A. Synytsya and M. A. Coimbra, “Influence of hydration of food additive polysaccharides on FT-IR spectra

- distinction”, *Carbohydrate Polymers*, vol. 63, no. 3, pp. 355-359, 2006.
- [10] R. Kizil, J. Irudayaraj and K. Seetharaman, “Characterization of Irradiated Starches by Using FT-Raman and FTIR Spectroscopy”, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 50, no. 14, pp. 3912-3918, 2002.
- [11] R. A. Hassan, L. Y. Heng, A. Ahmad and L. L. Tan, “Rapid determination of kappa-carrageenan using a biosensor from immobilized *Pseudomonas carrageenovora* cells”, *PLoS One*, Vol. 14, no. 4: e0214580, 2019.
- [13] R. Sacithraa, M. Madhanmohan, S. Vijayachitra, “Quantitative analysis of tapioca starch using FT-IR spectroscopy and partial least squares”, *International Journal of Computer Applications*, pp 29-33, 2013.
- [14] Y. Chen, T. Tadey, M. Hu, G. Carr and J. Guo, “Quantitative HPLC analysis of active pharmaceutical ingredients in syrup vehicle using centrifugal filter devices and determination of xanthan gum in syrup vehicle using rheometry”, *Journal of Chromatographic Science*, vol. 48, No. 9, 2010.

Summary

STUDY ON THE METHOD FOR DETERMINATION OF SOME POLYSACCHARIDE FOOD ADDITIVES BY FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTRUM (FTIR)

Luu Thi Huyen Trang¹, Le Thi Thuy¹, Tran Hoang Giang¹, Vu Thi Trang¹

Nguyen Thi Minh Loi², Phùng Vũ Phong³

¹National Institute for Food Control

²Quang Binh University

³Institute for Technology of Radioactive and Rare Elements

In this study, the simultaneous quantitative analysis of samples using multivariate linear regression based on near infrared spectrum has been developed. The model of partial least squares (PLS) matrix with seven value vectors is built with a standard matrix of samples (24 samples containing four analytes together with a total number of excipients) are applied for individual and/or simultaneous determination of guar gum, CMC, carrageenan, xanthan gum in real samples. A matrix of test samples including 10 samples created by four analytes to assess the accuracy of the PLS model. The results indicated that the relative error varied from 1.1 to 15%. The optimum experimental conditions were: spectral region: 1700 - 900 cm^{-1} ; volume ratio of sample/KBr: 2/98 (w/w); weight per capsule was 15 mg. The method was applied to identify four analytes in 15 material samples and food additive mixture samples.

Keywords: FTIR, guar gum, CMC, carrageenan, xanthan gum.