



Application Note AN-NIR-108

Qualitätskontrolle von Zucker in Fruchtsäften

Schnelle Multiparameter-Bestimmung von Zuckern mit NIRS

Fruchtsäfte werden wegen ihres erfrischenden Charakters, ihrer ernährungsphysiologischen Vorteile und als gute Quelle für sofortige Energie hergestellt und konsumiert. Da es sich bei Säften um süße Getränke handelt, ist die Bestimmung verschiedener Zuckerbestandteile in dieser Branche von großer Bedeutung. Insbesondere werden die Zucker Fructose, Glucose und Saccharose kontrolliert und überwacht. Die herkömmliche Laboranalyse zur Bestimmung dieser Zucker in Fruchtsäften umfasst die Verwendung von Flüssigkeitschromatographie sowie Messungen der Polarimetrie und des

Brechungsindex. Diese Kombination von Techniken nimmt für die vollständige Analyse viel Zeit in Anspruch und erfordert unterschiedliche Arten von Laborgeräten.

Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) ist eine Analysetechnik, die die gleichzeitige Bestimmung von Glucose, Fructose und Saccharose in Fruchtsäften in weniger als einer Minute ermöglicht. Darüber hinaus sind bei der Verwendung der NIR-Spektroskopie keine Chemikalien erforderlich, und eine Probenvorbereitung ist nicht erforderlich.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Zur Erstellung eines Vorhersagemodells wurden insgesamt 27 Proben vorbereitet, darunter wässrige Lösungen von Glucose (0–8 g/100 ml), Fructose (0–8 g/100 ml) und Saccharose (0–8 g/100 ml). Alle Proben wurden im Transmissionsmodus auf einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer (400–2500 nm, **Abbildung 1**) gemessen mit einer Halterung für 2-mm-Vials. Der Einfachheit halber wurden Einwegvials mit einer Schichtdicke von 2 mm verwendet, was eine Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Mit diesem Aufbau wurden Proben von 10

verschiedenen Fruchtsäften gemessen. Der Gehalt an Glucose, Fructose und Saccharose wurde mithilfe der oben genannten Vorhersagemodelle vorhergesagt. Als Referenzmethode wurde die Ionenchromatographie (IC) verwendet, um die Konzentration verschiedener Zucker in den Saftproben zu messen. Für die gesamte Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung wurde das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete verwendet.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Equipment	Artikelnummer
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Halter für 2 mm Einwegvials	6.749.2000
Einwegfläschchen, 2 mm	6.7402.070
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Flüssigkeitsanalysator zur Bestimmung verschiedener Zucker in Fruchtsäften.

ERGEBNIS

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung von Glucose, Fructose, Saccharose und Gesamtzucker zu erstellen. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die eine sehr hohe Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den

Referenzwerten zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision einer Vorhersage während der Routineanalyse an (**Abbildungen 3–6**). Der Standardfehler der Vorhersage (SEP) für jede in dieser Studie gemessene Komponente ist in **Abbildung 7** dargestellt.

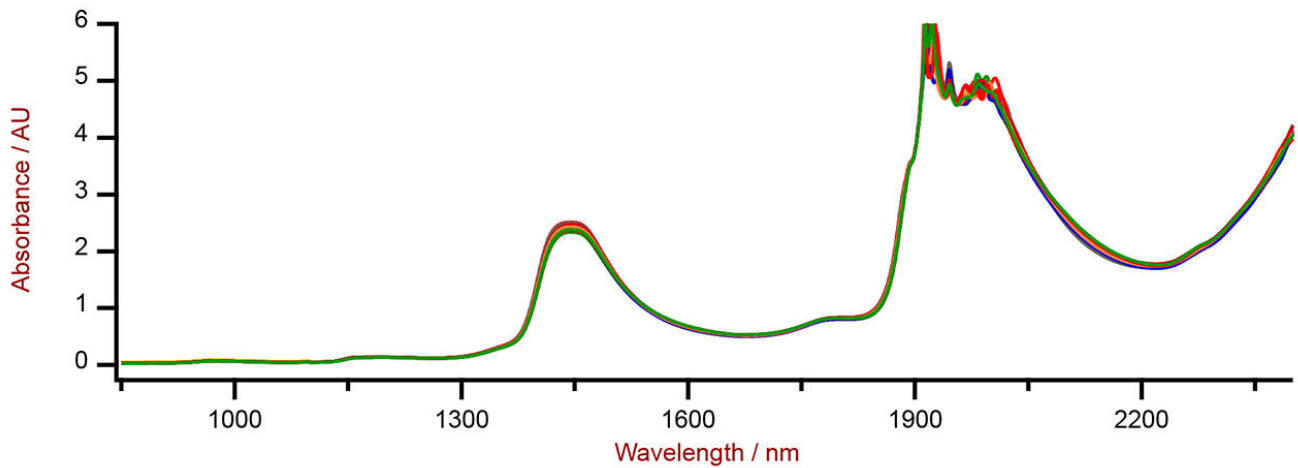


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren einer wässrigen Mischung aus Glukose, Fruktose und Saccharose, analysiert auf einem DS2500 Liquid Analyzer.

ERGEBNIS GLUKOSEGEHALT

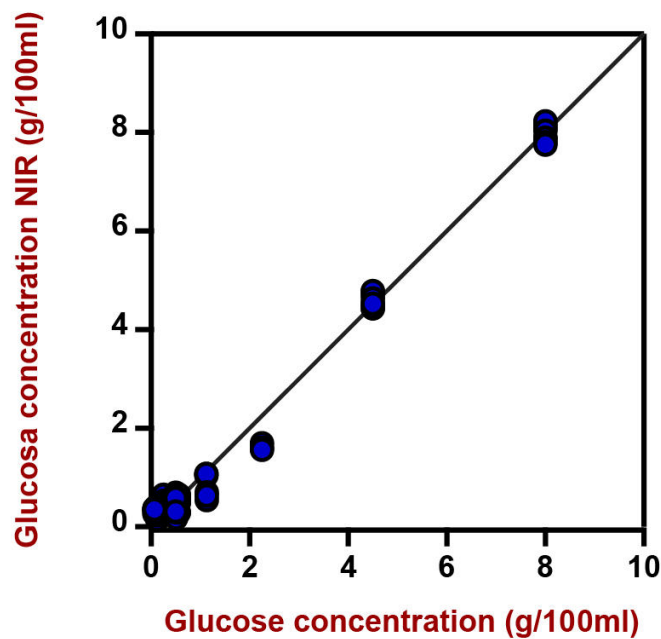


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Glukose in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit IC ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9913

Standardfehler der Kalibrierung	0,2586 (g/100 ml)
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,2633 (g/100 ml)

ERGEBNIS FRUKTOSEGEHALT

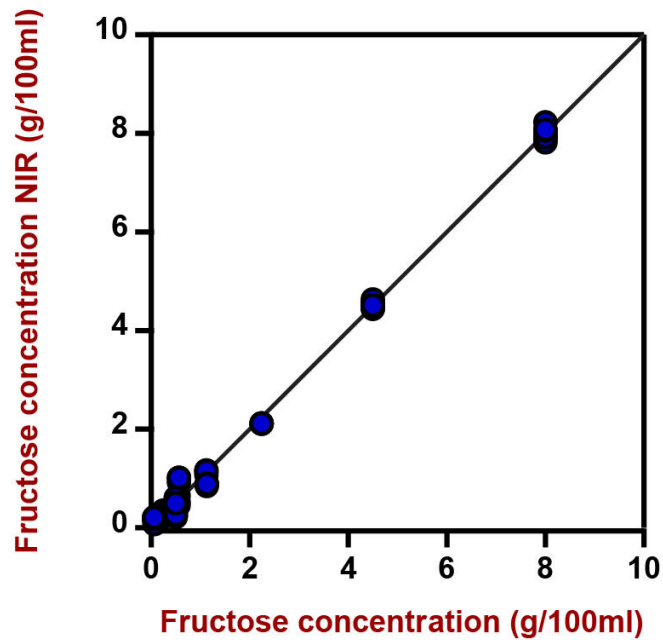


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Fruktosegehalts in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit IC ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9967
Standardfehler der Kalibrierung	0,1682 (g/100 ml)
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,1876 (g/100 ml)

ERGEBNIS SACCHAROSEGEHALT

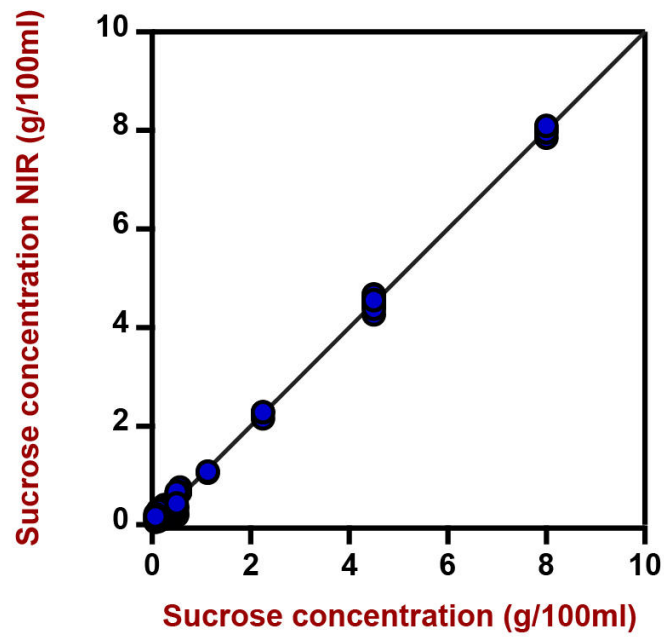


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Saccharosegehalts in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit IC ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9902
Standardfehler der Kalibrierung	0,2390 (g/100 ml)
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,2401 (g/100 ml)

ERGEBNIS GESAMTZUCKERGEHALT

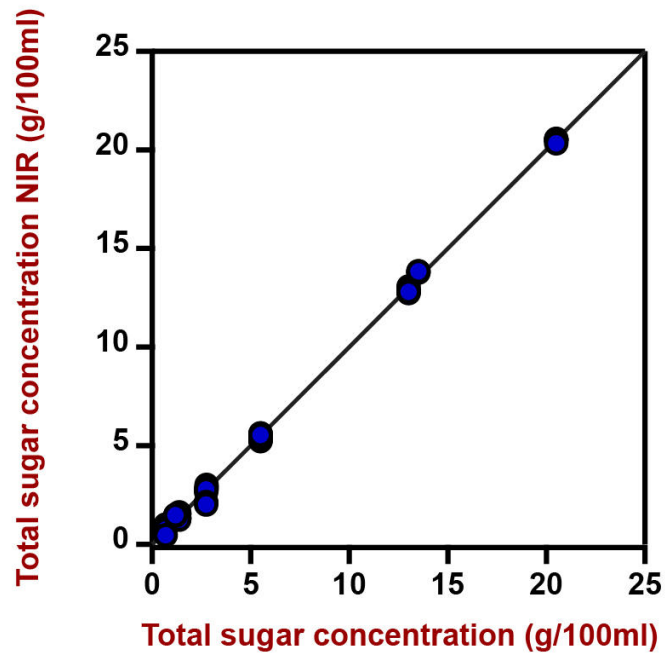


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Gesamtzuckers in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit einem Refraktometer ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,9985
Standardfehler der Kalibrierung	0,2718 (g/100 ml)
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,2770 (g/100 ml)

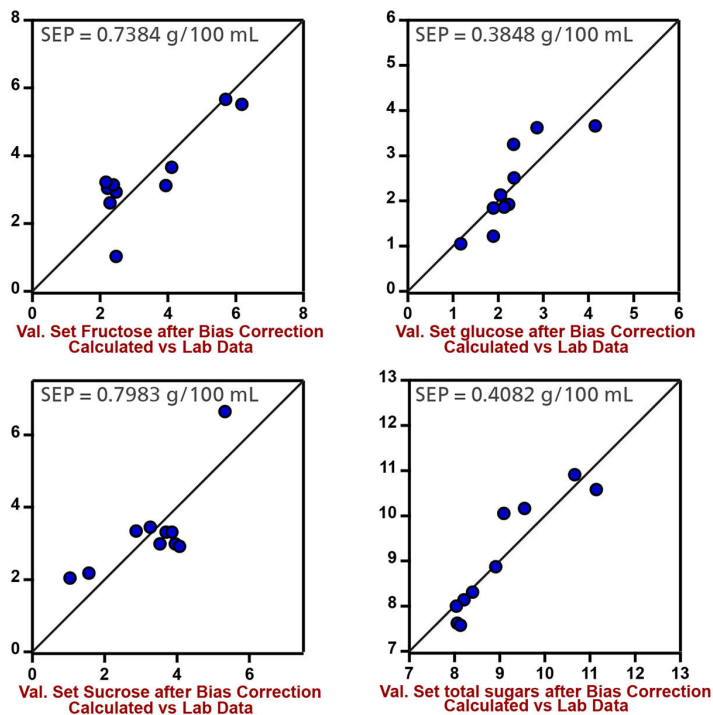


Abbildung 7. Validierungsdiagramme von Fructose, Glucose, Saccharose und Gesamtzucker in Fruchtsäften 1 bis 10 mit SEP (Standard Error of Prediction).

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, Glukose, Fruktose, Saccharose und Gesamtzucker in Säften mit Nahinfrarotspektroskopie zu bestimmen. Vis-NIR-Spektroskopie bietet Benutzern schnelle und hochpräzise Ergebnisse, ohne dass hochqualifizierte

Analytiker, Chemikalien oder Probenvorbereitung erforderlich sind. Daher stellt NIRS eine geeignete Alternative zu anderen Standardmethoden wie der Flüssigkeitschromatographie dar (Tabelle 2).

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Zucker, die üblicherweise in Säften analysiert werden.

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Glukose, Fruktose, Saccharose	Ionenchromatographie	5 Min. (Vorbereitung) + 40 Min. (IC)
Brix	Refraktometer	1 min

Internal reference: AW NIR CH-0071-042023

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



DS2500 Liquid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Liquid Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, und Vibrationen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab, heizt Proben bis auf 80°C hoch und ist kompatibel mit verschiedenen Einwegvials und Quartzküvetten. Der somit auf Ihre individuellen Probenanforderungen anpassbare DS2500 Liquid Analyzer unterstützt Sie genaue und reproduzierbare Ergebnisse in weniger als einer Minute zu erhalten. Mit Hilfe der integrierten Probenhaltererkennung und der selbsterklärenden Vision Air Software wird ausserdem eine einfache und sichere Bedienung durch den Anwender gewährleistet.

Im Falle grösserer Probenmengen kann die Produktivität durch den Einsatz einer Durchflusszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.