

Application Note AN-NIR-108

Messung von Brix und einzelnen Zuckern in Fruchtsäften mit NIR-Spektroskopie

Schnelle Multiparameter-Bestimmung von Zuckern mit NIRS

Fruchtsäfte werden wegen ihres erfrischenden Charakters, ihres Nährwerts und ihres schnellen Energieschubs hergestellt und konsumiert. Die Bestimmung der verschiedenen Zuckerkomponenten in diesen Süßgetränken ist in dieser Branche von großer Bedeutung. Insbesondere Fruktose, Glukose und Saccharose werden kontrolliert und überwacht. Für die Analyse des Zuckergehalts von Fruchtsäften werden in der Regel polarimetrische und Brechungsindexmessungen sowie Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) eingesetzt. Diese Messungen sind sehr zeitaufwendig und erfordern verschiedene Arten von Laborgeräten. Die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) ist eine chemiefreie Analysetechnik, mit der Glukose, Fruktose, Glukose und Brix in Säften innerhalb weniger Sekunden gleichzeitig gemessen werden können. Eine Probenvorbereitung ist bei der NIRS nicht erforderlich, und die Automatisierung mit einem OMNIS-Probenroboter macht die Analyse noch einfacher.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Insgesamt wurden 15 Proben, darunter wässrige Lösungen von Glucose (1-8 g/100 mL), Fructose (1-8 g/100 mL) und Saccharose (1-8 g/100 mL), hergestellt, um Vorhersagemodelle für die Quantifizierung zu erstellen. Alle Proben wurden im Transmissionsmodus auf einem OMNIS NIR Analyzer Liquid (1000-2250 nm) mit einer 2 mm-Küvetten-Durchflusszelle und einem Halter für Durchflusszellen gemessen (Abbildung 1). Für den Flüssigkeitstransfer wurde die integrierte Peristaltikpumpe des OMNIS Sample Robot S Pick&Place verwendet.



Abbildung 1. OMNIS NIR Analyzer Liquid und OMNIS Sample Robot S Pick&Place mit Pipettiersystem.

Proben von sechs verschiedenen Fruchtsäften (verschiedene Orangensäfte, Ananassaft, Mehrfruchtsaft und Apfelsaft) wurden mit dieser Einrichtung gemessen. Die Zuckerkonzentration, Glukose (%), Fruktose (%), Saccharose (%) und Brix (°Brix) wurden mithilfe der oben genannten Vorhersagemodelle vorhergesagt. Die Ionenchromatographie (IC) wurde als primäre Referenzmethode zur Messung der Konzentration verschiedener Zucker in den Saftproben (gemäß AN-P-072) und ein digitales Refraktometer zur Messung des Brix-Werts verwendet. Die OMNIS-Software wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung des Vorhersagemodells verwendet.

ERGEBNIS

Die erhaltenen NIR-Spektren (Abbildung 2) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell für die Quantifizierung von Glucose, Fructose, Saccharose und Brix zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die eine sehr hohe Korrelation zwischen der NIR-Vorhersage und den Referenzwerten zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei der Routineanalyse (Abbildungen 3-6).

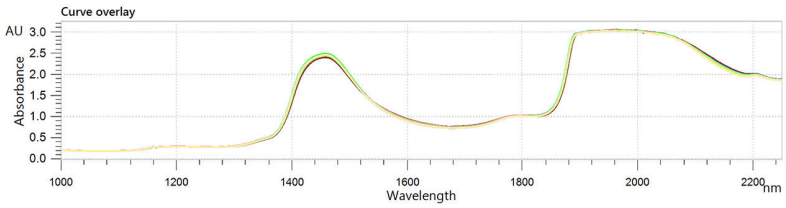


Abbildung 2. NIR-Spektren einer Mischung aus Glucose, Fructose und Saccharose in Wasser, analysiert mit einem OMNIS NIR Analyzer Liquid.

ERGEBNIS FRUCHTZUCKERGEHALT

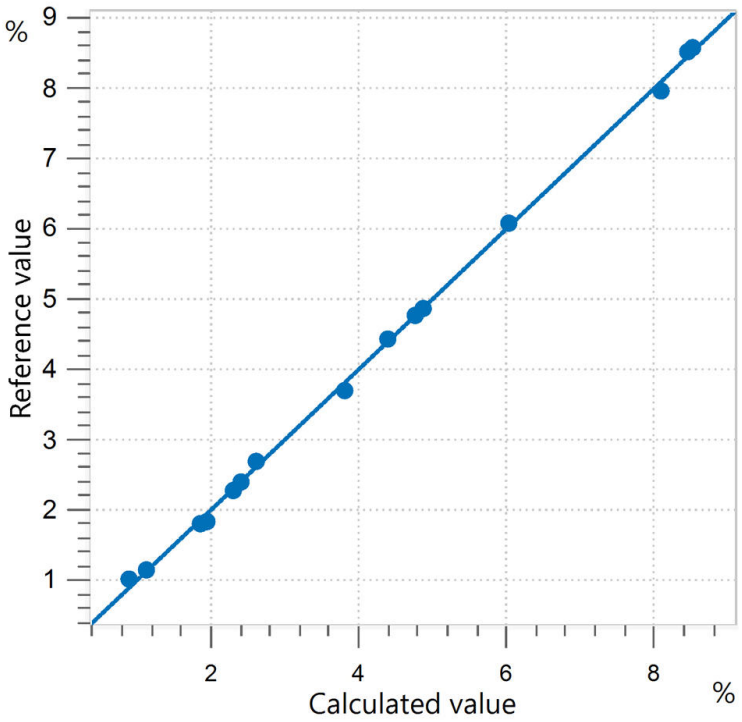


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Fructosegehalts in einer Zuckermischung in Wasser unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.06	0.07

ERGEBNIS GLUKOSEGEHALT

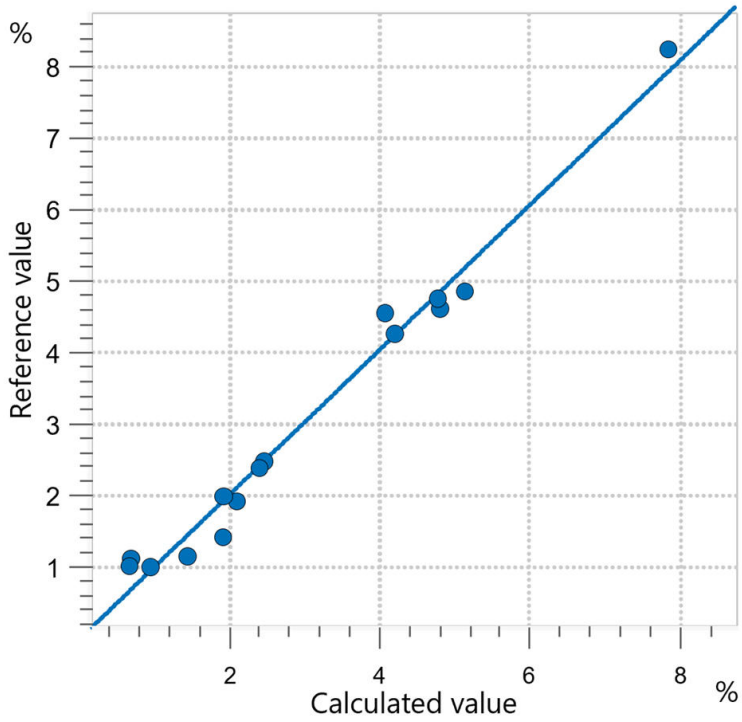


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Glukosegehalts in einem Zuckergemisch in Wasser unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.981	0.21	0.28

ERGEBNIS SACCHAROSEGEHALT

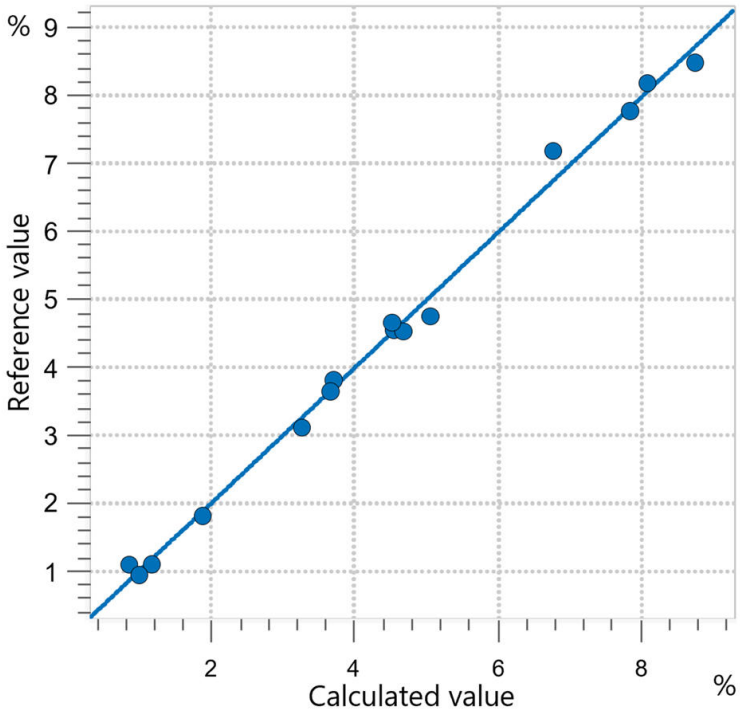


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Saccharosegehalts in einer Zuckermischung in Wasser unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.995	0.14	0.18

ERGEBNIS BRIX

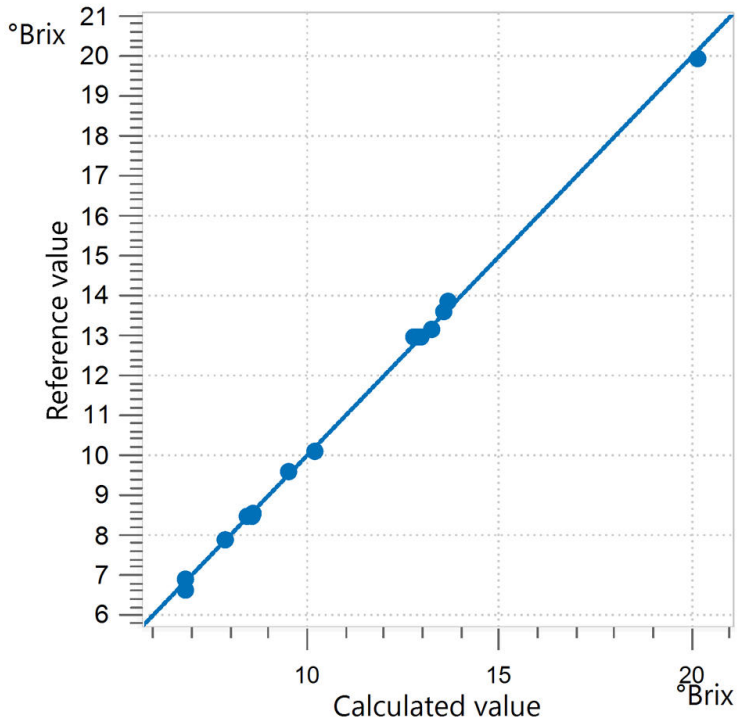


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Brix-Wertes in einer Zuckermischung in Wasser unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.08	0.12

VORAUSSICHTLICHE WERTE VON HANDELSÜBLICHEN FRUCHTSÄFTEN

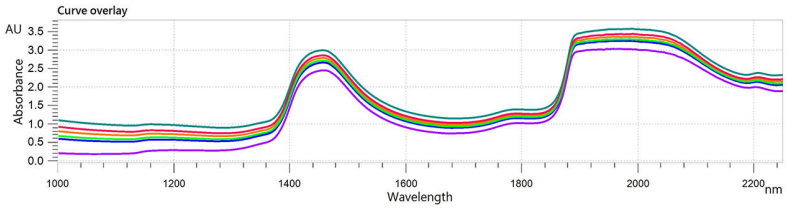


Abbildung 7. NIR-Spektren von Fruchtsaftproben, die mit einem OMNIS NIR Analyzer Liquid analysiert wurden.

Unter Verwendung der zuvor beschriebenen Vorhersagemodelle wurden Proben kommerzieller Fruchtsäfte mit NIR-Spektroskopie gemessen (Abbildung 7), wobei der automatische Aufbau in Abbildung 1 verwendet wurde. Die vorhergesagten Werte von Glukose, Fruktose, Saccharose und Brix in kommerziellen Fruchtsäften (1 bis 6) sind in den Tabellen 2-5 aufgeführt.

Tabelle 2. Durch NIR vorhergesagte Ergebnisse für Brix im Vergleich zur Referenzmethode (Refraktometer).

Fruchtsaft Nr.	Brix-Refraktometer (°Brix)	Brix Vorhersage NIR (°Brix)
1	11.32	11.11
2	11.32	10.96
3	12.59	12.68
4	11.32	10.94
5	11.63	11.79
6	11.06	11.74

Tabelle 3. Durch NIR vorhergesagte Ergebnisse für Fruktose im Vergleich zur Referenzmethode (IC).

Fruchtsaft Nr.	Fruktose (%) (IC)	Fruktose Vorhersage NIR (%)
1	2.47	2.27
2	2.29	2.79
3	2.47	2.73
4	2.22	2.55
5	4.08	3.09
6	5.70	5.80

Tabelle 4. Durch NIR vorhergesagte Ergebnisse für Saccharose im Vergleich zur Referenzmethode (IC).

Fruchtsaft Nr.	Saccharose (%) (IC)	Saccharose Vorhersage NIR (%)
1	3.7	2.6
2	3.86	4.21
3	5.33	4.77
4	3.95	3.33
5	3.09	2.94
6	1.04	3.29

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, Glukose, Fruktose, Saccharose und Brix in verschiedenen Fruchtsäften mit Nahinfrarotspektroskopie zu bestimmen.
Die NIR-Spektroskopie bietet den Anwendern schnelle und äußerst genaue Ergebnisse, ohne dass hochqualifizierte Analytiker, Chemikalien oder eine Probenvorbereitung erforderlich sind. Daher stellt die NIRS eine geeignete Alternative zu den herkömmlichen HPLC- und Brix-Analysemethoden dar (Tabelle 6). Darüber hinaus spart die Möglichkeit, die NIR-Spektroskopie für die Fruchtsaftanalyse zu automatisieren, noch mehr Zeit und Kosten. Die Messung des Zuckergehalts in Fruchtsaft war noch nie so einfach.

Table 6. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Zuckerparameter, die üblicherweise in Säften analysiert werden.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
Glukose, Fruktose, Saccharose	HPLC	5 min (Vorbereitung) + 40 min (HPLC)
Brix	Refraktometer	1 min

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Nahinfrarot-Spektrometer für Flüssigproben.

Der OMNIS NIR Analyzer ist die nach Schweizer Qualitätsstandards entwickelte und produzierte Nahinfrarotspektroskopie(NIRS)-Lösung für die Routineanalytik entlang der gesamten Produktionskette. Die Nutzung neuester Technologien und die Einbindung in die moderne OMNIS Software spiegeln sich in der Geschwindigkeit, der Bedienbarkeit und dem flexiblen Einsatz dieser NIR-Spektrometer wider.

Die Vorteile des OMNIS NIR Analyzer Liquid im Überblick:

- Messungen von Flüssigproben in weniger als 10 Sekunden
- Temperaturregelung an der Probe von 25 °C – 80 °C
- Automatische Erkennung des Einsetzens und der Entnahme des Probengefässes
- Einfache Einbindung in ein Automationssystem oder Verknüpfung mit weiteren Analysentechniken (Titration)
- Unterstützung zahlreicher Probengefässe mit unterschiedlicher Pfadlänge



NIRS 12.5 mm Quarzküvette Durchfluss 2 mm

Die Durchflussquarzküvetten ermöglichen die kontinuierliche Überwachung von beispielsweise Tablettenauflösungsprozessen und Reaktionskinetiken. Die hohe Druckbeständigkeit und ein spezielles Blasenfangsystem machen alle Messungen besonders komfortabel.

Fenster aus Quarzglas in höchster Reinheit und Homogenität gewährleisten eine Transmission von über 80% im Wellenlängenbereich von 200 nm - 2500 nm.

Verschiedene Schichtdicken sind erhältlich:

0.5 mm Schichtdicke und ein Volumen = 175 µL (Bestellnummer: 67401300)

1 mm Schichtdicke und ein Volumen = 350 µL (Bestellnummer: 67401310)

2 mm Schichtdicke und ein Volumen = 700 µL (Bestellnummer: 67401320)

5 mm Schichtdicke und ein Volumen = 1750 µL (Bestellnummer: 67401330)

10 mm Schichtdicke und ein Volumen = 3500 µL (Bestellnummer: 67401340)

Dimensionen h x l x b = 35 mm x 12.5mm x 12.5 mm

Fensterhöhe = 8.5 -15 mm

Kompatibel mit dem NIRS Abstandshalter für den XDS Rapidliquid Analyzer und DS2500 Halter für den DS2500 Liquid Analyzer.



Halter OMNIS NIR, Durchflusszellen

Küvettenhalter für den OMNIS NIR Analyzer für Durchflusszellen

(6.7401.300; 6.7401.310; 6.7401.320; 6.7401.330; 6.7401.340).

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem WindowsTM Computer.

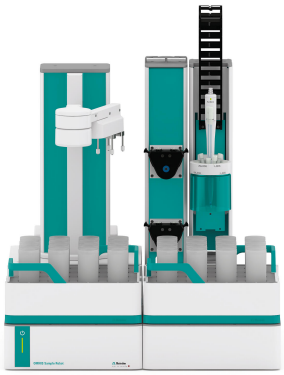
Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits eine OMNIS Geräte Lizenz.
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Softwarelizenz Quant Development

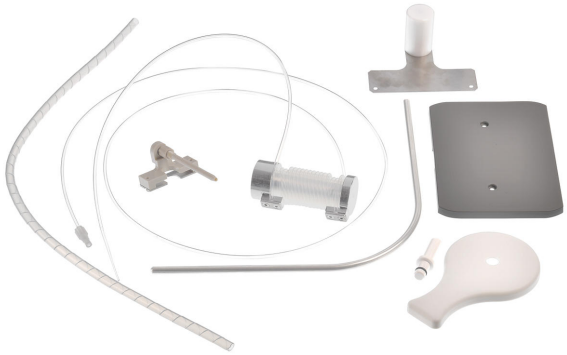
Softwarelizenz für die Erstellung und Bearbeitung von Quantifizierungsmodellen in einer Stand-Alone OMNIS Software Installation.



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.



OMNIS Pipettierausrüstung

Komplettes Zubehörset um den OMNIS Sample Robot Pick&Place in eine Variante mit Pipettiermöglichkeiten umzurüsten. Das Set kann auf allen Versionen des OMNIS Sample Robot (S,M and L) montiert werden.