Application Note AN-NIR-106

Qualitätskontrolle nicht nahrhafter Süßstoffe mittels NIR-Spektroskopie

NIRS liefert Ergebnisse der Mischungsanalyse innerhalb einer Minute

Die Verwendung nicht-nahrhafter Süßstoffe als Zuckerersatz in Lebensmitteln hat im letzten Jahrzehnt dramatisch zugenommen, beispielsweise in Erfrischungsgetränken und Snacks. Zwei Beispiele sind Sucralose, ein halogeniertes Saccharose-Derivat, und Stevia, das aus den Blättern der Pflanze Stevia rebaudiana gewonnen wird. Beide sind viel süßer als Zucker und werden in Lebensmitteln in viel geringeren Konzentrationen verwendet. Um die Lebensmittelsicherheit zu gewährleisten, werden die Vorschriften für nicht nahrhafte Süßstoffe immer strenger. Zur Bestimmung verschiedener Süßstoffe stehen mehrere Analysemethoden zur Verfügung, z. B. Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC), Ionenchromatographie und Dünnschichtchromatographie. Diese Methoden sind jedoch zeitaufwändig und verursachen hohe laufende Kosten. Die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) ermöglicht die gleichzeitige Bestimmung mehrerer Süßstoffe in weniger als einer Minute ohne jegliche Chemikalien oder Probenvorbereitung.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Mischungen aus Stevia (0,5–4,5 %) und Sucralose (0,5–4,5 %) in Saccharose (95 %) wurden hergestellt und analysiert, um ein Vorhersagemodell für die Quantifizierung zu erstellen.

Die Proben wurden mit einem Metrohm NIRS DS2500 Feststoffanalysator gemessen (Abbildung 1) mit 15-mm-Einwegfläschchen, einem DS2500-Halter und einer DS2500-Iris im Reflexionsmodus. 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 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Iris	6.7425.100
Einwegfläschchen, 15 mm	6.7402.110
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Feststoffanalysator zur Bestimmung des Stevia- und Sucralose-Gehalts in Saccharosemischungen.

Alle gemessenen Vis-NIR-Spektren (Abbildung 2) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell für die Quantifizierung von Sucralose und Stevia in Saccharose zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle 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 3–4).

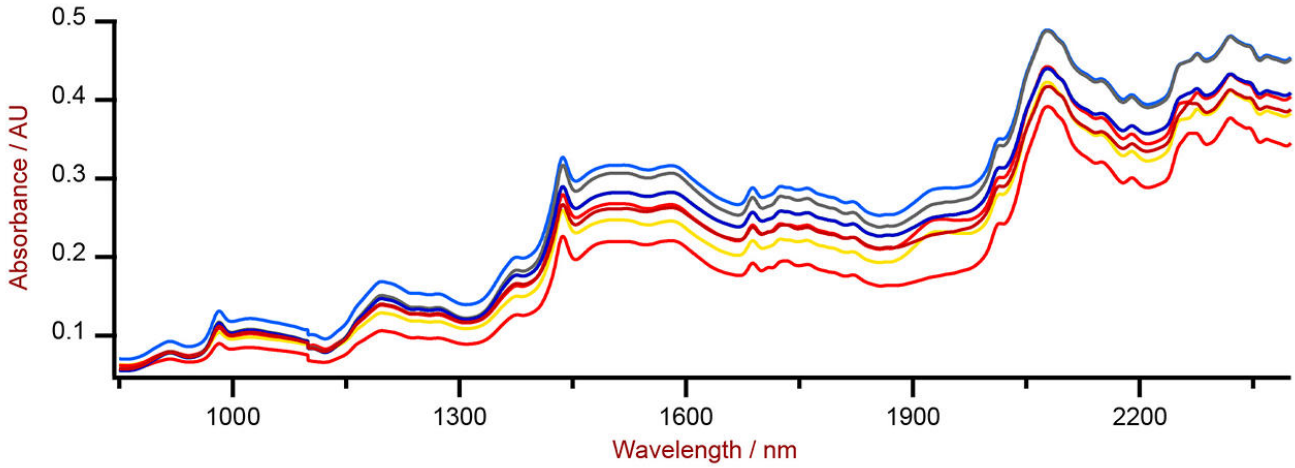

Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Stevia und Sucralose in Saccharoseproben, die auf einem DS2500 Solid Analyzer analysiert wurden.

ERGEBNIS SUCRALOSEGEHALT IN SACCHAROSE

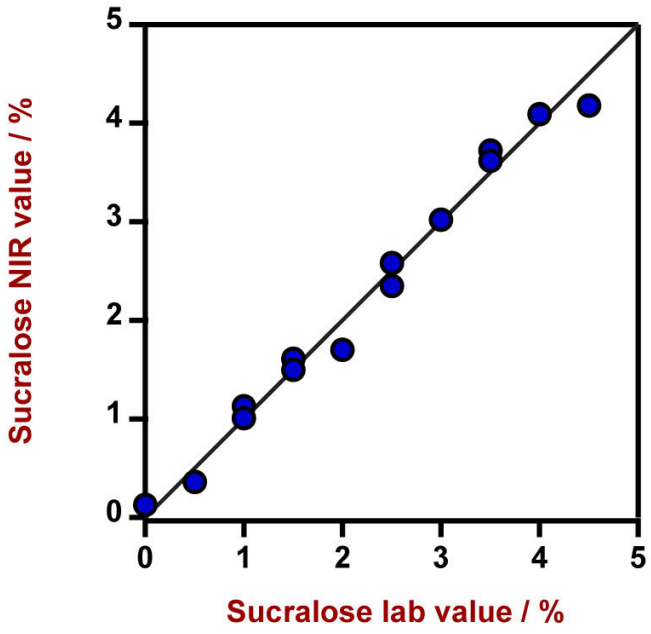

Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Sucralosegehalts in Saccharose mit einem DS2500 Solid Analyzer. Die Laborwerte wurden mittels HPLC ermittelt.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9854
Standardfehler der Kalibrierung	0.1898%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.1997%

ERGEBNIS STEVIA-GEHALT IN SACCHAROSE

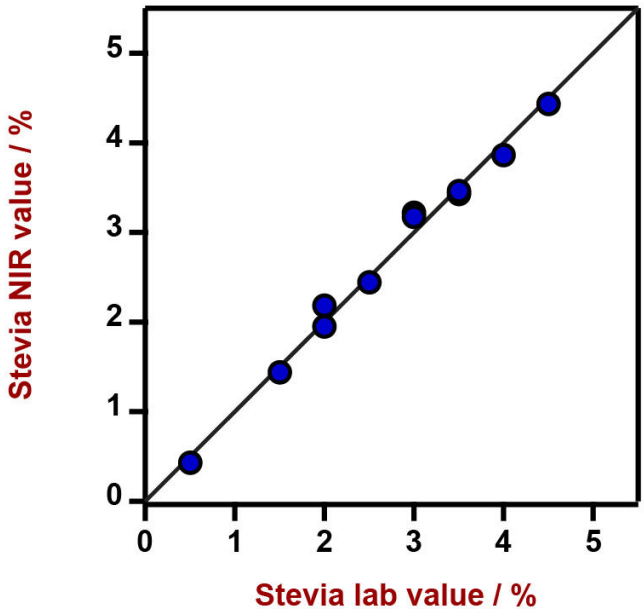

Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Stevia-Gehalts in Saccharose mit einem DS2500 Solid Analyzer. Die Laborwerte wurden mittels HPLC ermittelt.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9885
Standardfehler der Kalibrierung	0.1500%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.1997%

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, die Konzentration der nicht nahrhaften Süßstoffe Sucralose und Stevia in Saccharosemischungen mittels NIR-Spektroskopie zu bestimmen. Die Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht schnelle und kostengünstige Messungen mit hoher Genauigkeit und bietet damit eine geeignete Alternative zu anderen Standardanalysemethoden (Tabelle 2).

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen nicht nahrhaften Süßstoffe, die in dieser Studie untersucht wurden.

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Stevia	HPLC	5 Min. (Vorbereitung) + 40 Min. (HPLC)
Sucralose	HPLC	5 Min. (Vorbereitung) + 40 Min. (HPLC)

Internal reference: AW NIR AE10-0002-072021

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt
info@metrohm.de

KONFIGURATION

DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

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

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Probentyp, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.