



Application Note AN-NIR-109

Bestimmung von Brix, Fructose, Glucose und Saccharose mit NIRS

Kostengünstige Multiparameter-Analyse innerhalb einer Minute

Saccharose, Glukose und Fruktose sind drei häufig vorkommende Zucker, die vom Körper unterschiedlich aufgenommen werden. Jeder dieser Zucker hat leicht unterschiedliche Wirkungen. Ein wichtiger Faktor hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf unsere Gesundheit ist, ob diese Zucker natürlicherweise in Lebensmitteln vorkommen oder während einer Verarbeitungsphase hinzugefügt wurden. Die Bestimmung der einzelnen Zuckerarten und des Brix-Wertes ($^{\circ}\text{Bx}$, ein Maß für den Gehalt an gelöstem Zucker) sind wichtige Qualitätsparameter in der Lebensmittelindustrie.

Die Bestimmung dieser Parameter kann beispielsweise mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC), Ionenchromatographie (IC) und Dünnschichtchromatographie (TLC) erfolgen. Allerdings können diese Methoden zeitaufwändig sein und hohe laufende Kosten verursachen. Andererseits ermöglicht die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) die gleichzeitige Bestimmung vieler Zucker ohne Chemikalien oder Probenvorbereitung in weniger als einer Minute.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Insgesamt wurden 50 Spektren wässriger Lösungen von Glukose, Fruktose und Saccharose erstellt, um ein Vorhersagemodell für die Quantifizierung zu erstellen. Alle Proben wurden mit einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer (400–2500 nm, **Abbildung 1**) im Transmissionsmodus gemessen mit einer

Halterung für Durchflusszellen. Für diese Anwendung wurde eine Durchflusszelle mit 1 mm Schichtdicke verwendet. Die Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung erfolgte mit dem Softwarepaket Vision Air Complete von Metrohm.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Equipment	Artikelnummer
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Halter Durchflusszelle	6.7493.000
NIRS-Quarzküvettenfluss 1 mm	6.7401.310
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Flüssigkeitsanalysator zur Quantifizierung von Glukose, Fruktose, Saccharose und Gesamtzucker (Brix) in wässrigen Proben.

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung von Glukose, Fruktose, Saccharose und Brix 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**).

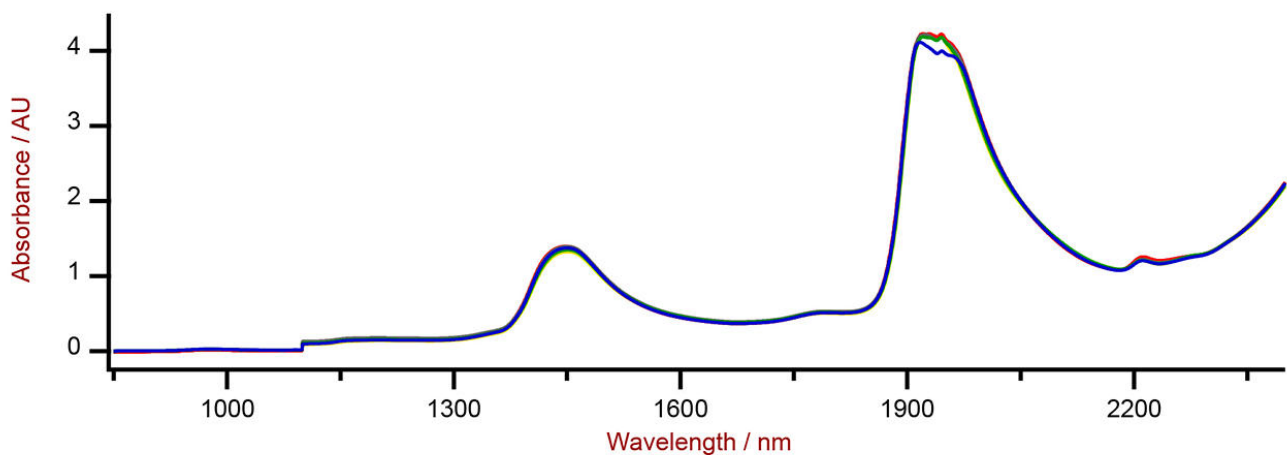


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren einer wässrigen Mischung aus Glucose, Fructose und Saccharose, analysiert auf einem DS2500 Liquid Analyzer. Form

ERGEBNIS FRUKTOSEGEHALT

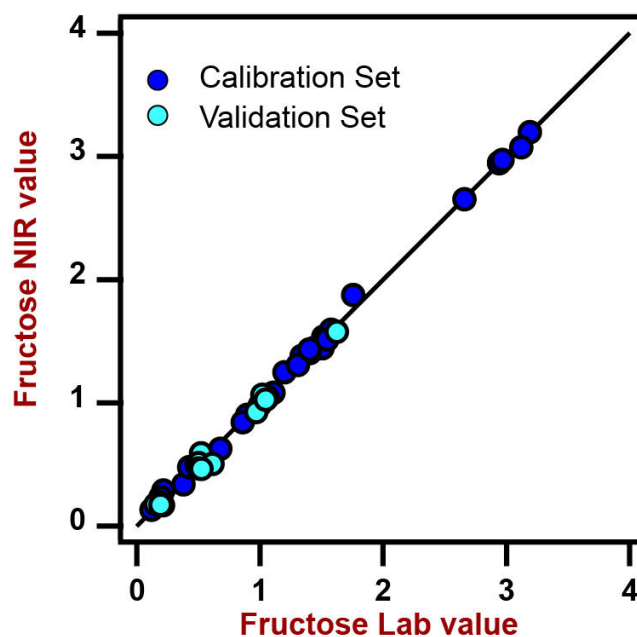


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Fruktosegehalts in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9882
Standardfehler der Kalibrierung	0.04%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.06%
Standardfehler der Validierung	0.05%

ERGEBNIS GLUKOSEGEHALT

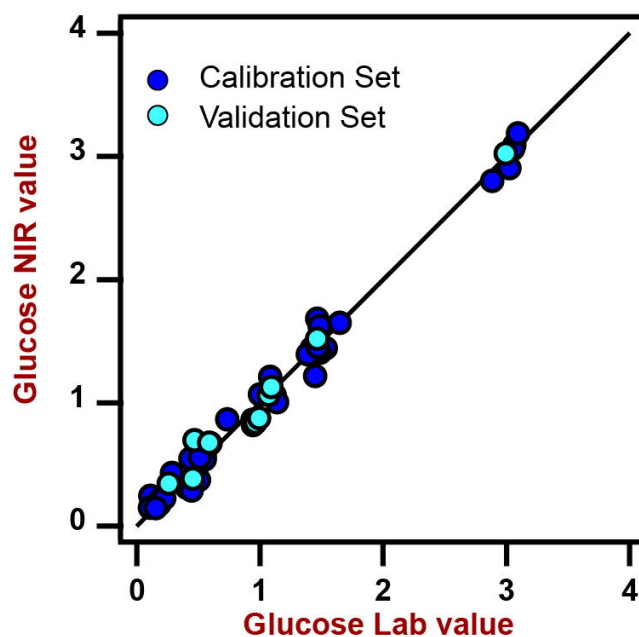


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Glukosegehalts in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9877
Standardfehler der Kalibrierung	0.11%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.12%
Standardfehler der Validierung	0.10%

ERGEBNIS SACCHAROSEGEHALT

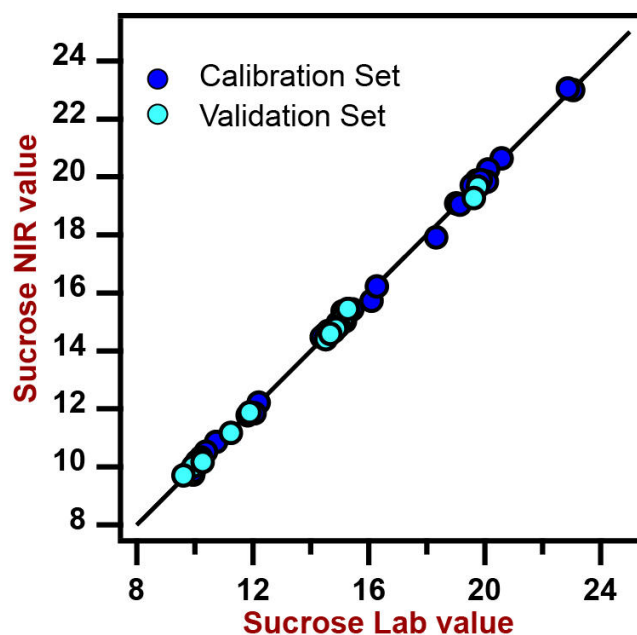


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Saccharosegehalts in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9886
Standardfehler der Kalibrierung	0.16%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.16%
Standardfehler der Validierung	0.13%

ERGEBNIS BRIX

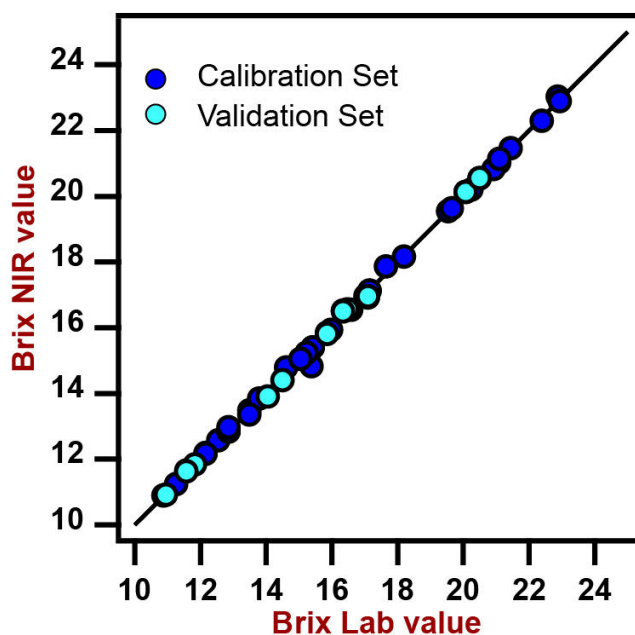


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Brix (Gesamtzucker) in einer wässrigen Zuckermischung mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit einem Refraktometer ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,9988
Standardfehler der Kalibrierung	0,13 (°Brix)
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,15 (°Brix)
Standardfehler der Validierung	0,09 (°Brix)

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, Glucose, Fructose, Saccharose und Brix in wässrigen Proben mit NIR-Spektroskopie zu bestimmen. Vis-NIR-

Spektroskopie ist eine schnellere, einfachere und hochpräzise Alternative zu anderen Standardanalysemethoden (Tabelle 2).

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Parameter.

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

Internal reference: AW NIR CH-0072-042023

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 Durchflussszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.