



Application Note AN-NIR-110

Qualitätskontrolle von Zuckerrohrsaft

Multiparameter-Bestimmung innerhalb einer Minute mit NIRS

Zuckerrohr (Zucker spp.) ist eine sehr wichtige Kulturpflanze für die Weltwirtschaft. Sie wird häufig als Rohstoff für die Herstellung von Zucker, Alkohol, Hefe und mehr verwendet. Brix ($^{\circ}\text{Brix}$), Pol (%), Saftreinheit (%), reduzierende Zucker (%) und insgesamt erzielbarer Zucker (kg t^{-1}) sind einige der vielen Qualitätskontrollparameter (QC), die in Zuckerrohrsaft analysiert werden müssen.

Für die Qualitätskontrolle von Zuckerrohrsaft stehen

zahlreiche Methoden zur Verfügung, die auf mehreren Analysetechniken basieren. Diese Methoden können recht zeitaufwändig sein, da eine Probenaufbereitung Voraussetzung ist. Eine schnellere Alternative zu diesen anderen Methoden ist die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS). NIRS ermöglicht die gleichzeitige Bestimmung mehrerer QC-Bestandteile ohne Chemikalien oder Probenvorbereitung in weniger als einer Minute.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Zuckerrohrsaft wurde mit NIRS analysiert, und es wurden insgesamt 100 Spektren davon gesammelt, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung mehrerer QC-Parameter zu erstellen. Alle Proben wurden mit einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer (400–2500 nm) im Transmissionsmodus mit einer DS2500 Holder Flow Cell (**Abbildung 1**)

gemessen. In dieser Studie wurde eine Durchflusszelle mit einer Weglänge von 1 mm verwendet. Diese Durchflusszelle wurde über eine peristaltische Pumpe gefüllt. Für die gesamte Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung wurde das Softwarepaket Vision Air Complete von Metrohm verwendet.

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 und DS2500 Holder Flow Cell zur schnellen Bestimmung mehrerer QC-Parameter in Zuckerrohrsaft.

ERGEBNIS

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung von Brix ($^{\circ}$ Brix), Pol (%), Saftreinheit (%), reduzierenden Zuckern (%) und insgesamt gewinnbaren Zuckern (kg t $^{-1}$) zu erstellen¹). 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 3–8**).

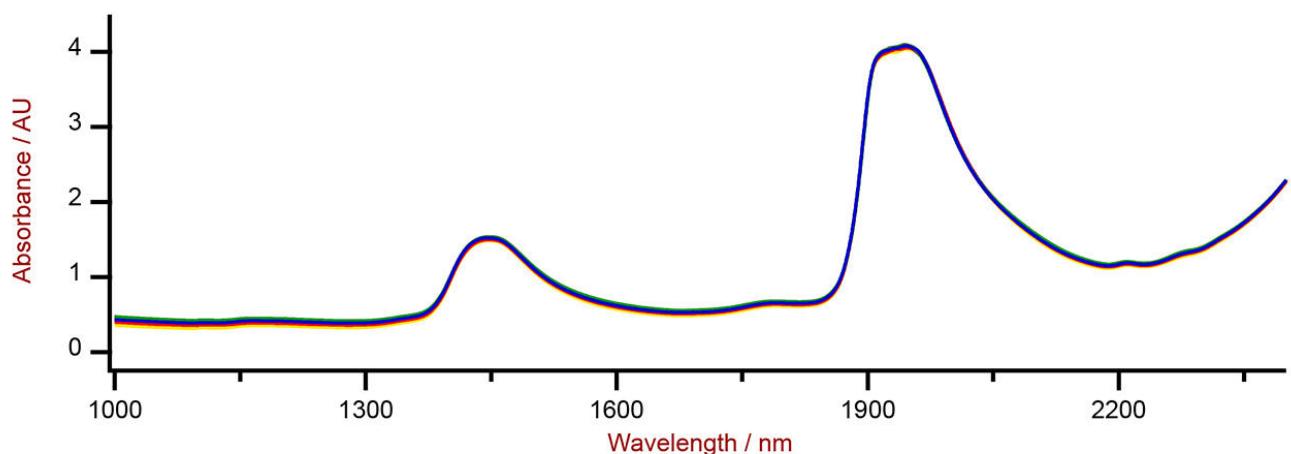


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Zuckerrohrsäftproben, die mit einem DS2500 Liquid Analyzer mit einer Durchflusszelle mit 1 mm Weglänge analysiert wurden.

ERGEBNIS BRIX

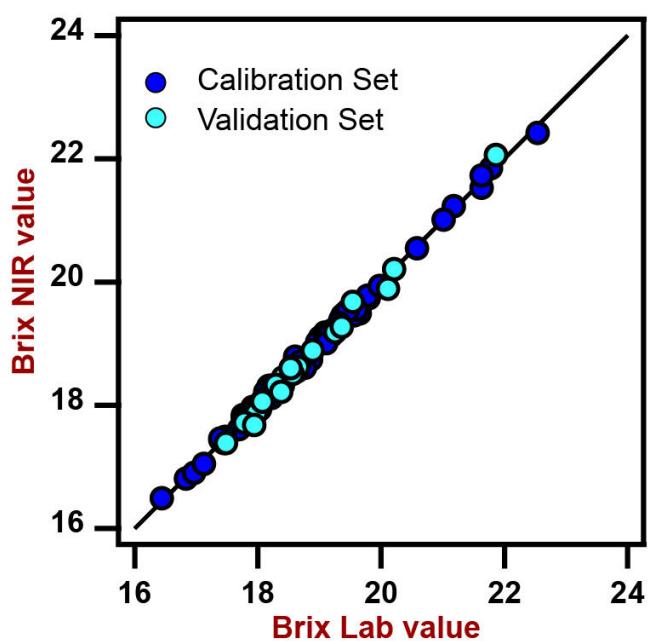


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage von Brix in Zuckerrohrsäft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden mit einem Refraktometer ausgewertet.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------|--------|
| R ² | 0.9875 |

| | |
|-------------------------------------|---------------------------|
| Standardfehler der Kalibrierung | 0,1323 ($^{\circ}$ Brix) |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,1467 ($^{\circ}$ Brix) |
| Standardfehler der Validierung | 0,138 ($^{\circ}$ Brix) |

ERGEBNIS POL

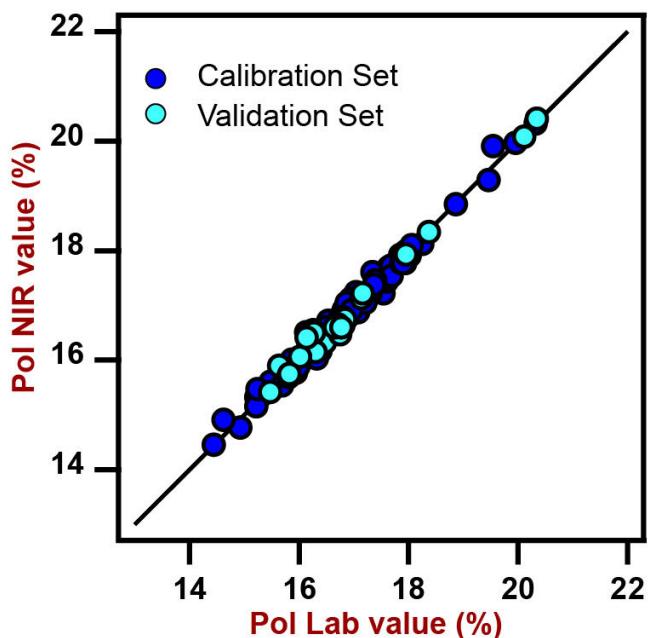


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage von Pol in Zuckerrohrsaft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden aus dem Saccharosewert, Brix und einigen Konstanten berechnet.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R ² | 0.9833 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0.1506% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.1851% |
| Standardfehler der Validierung | 0.1388% |

ERGEBNIS REINHEIT

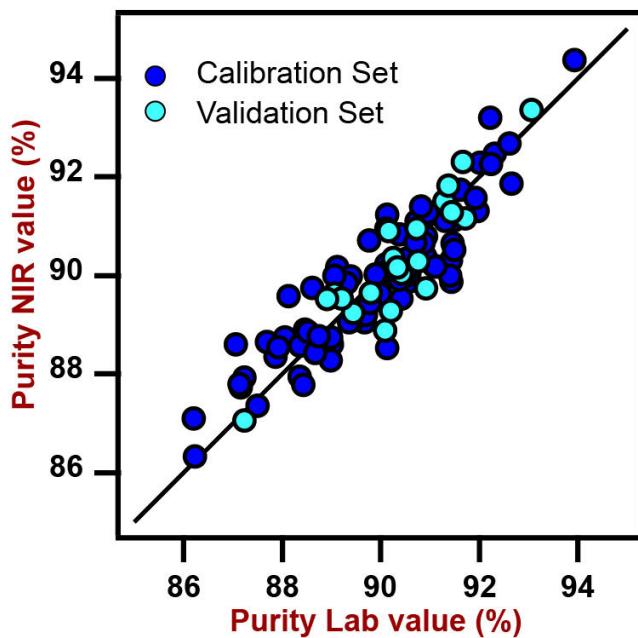


Figure 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage der Reinheit von Zuckerrohrsaft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden anhand der Ergebnisse der Pol- und Brix-Bestimmungen berechnet: Reinheit = $100 \times (\text{Pol}/\text{Brix})$.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R ² | 0.8194 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0.7202% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.7596% |
| Standardfehler der Validierung | 0.564% |

ERGEBNIS REDUKTIONSZUCKER

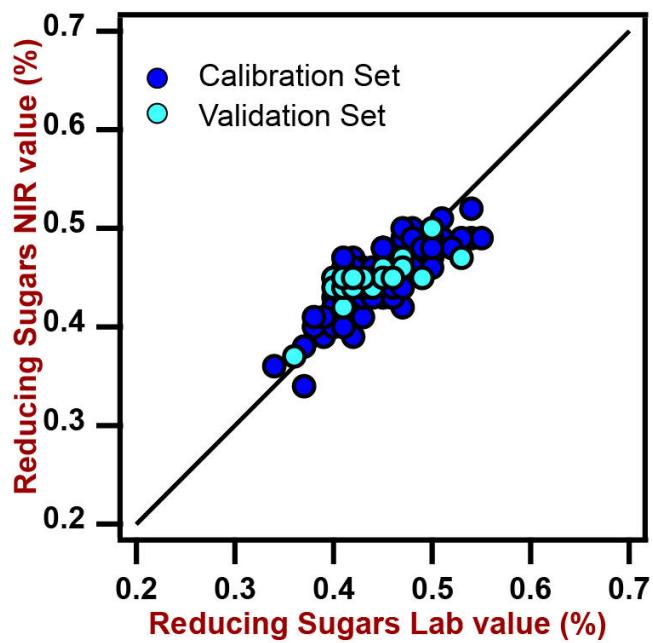


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage reduzierender Zucker in Zuckerrohrsaft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden mittels Ionenchromatographie (IC) gemessen.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R ² | 0.6497 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0.0263% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.0291% |
| Standardfehler der Validierung | 0.0249% |

ERGEBNIS SACCHAROSE

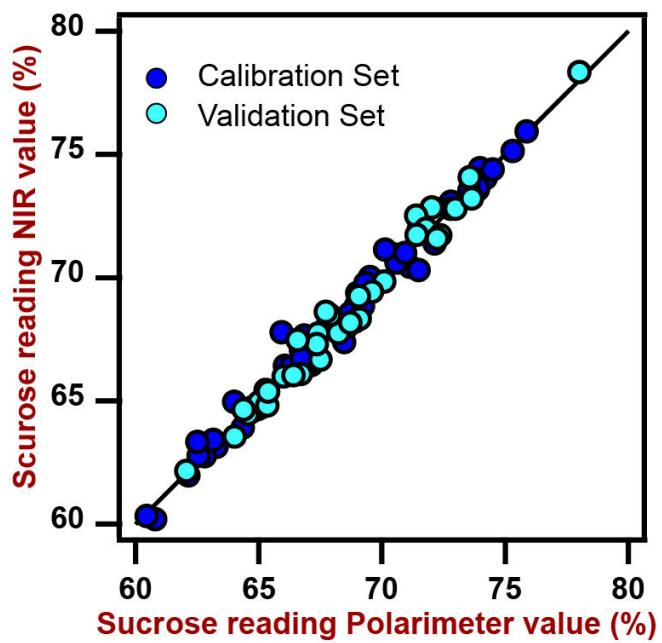


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage des Saccharosewerts in Zuckerrohrschaft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden mit einem Polarimeter ausgewertet.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R ² | 0.9911 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0.5388% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.6604% |
| Standardfehler der Validierung | 0.497% |

ERGEBNIS VERWERTBARER GESAMTZUCKER

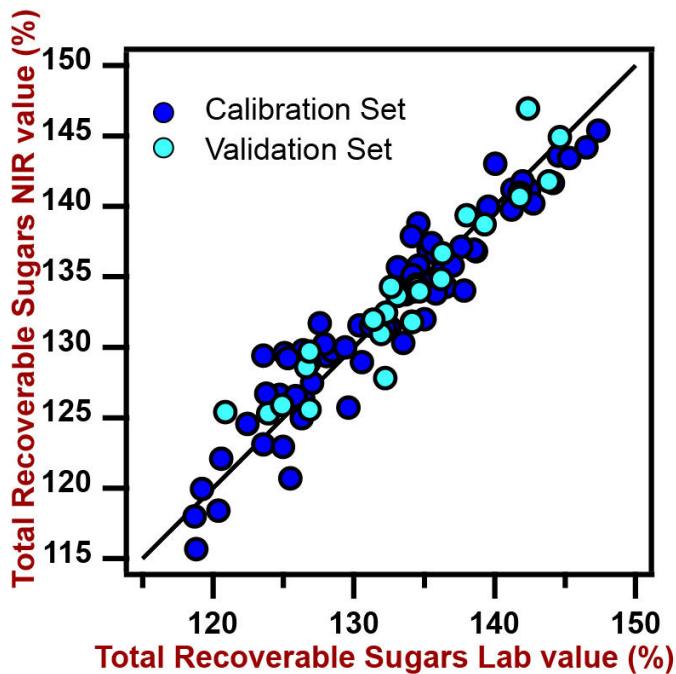


Abbildung 8. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs für die Vorhersage des gesamten gewinnbaren Zuckers in Zuckerrohrsaft mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden anhand von Pol- und reduzierenden Zuckerwerten bewertet: TRS = $(9,5263 \times \text{Pol}) - (9,05 \times \text{RS})$.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R ² | 0.9463 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 2.2985% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 2.5118% |
| Standardfehler der Validierung | 1.9074% |

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, Brix, Pol, Saftreinheit, reduzierende Zucker und insgesamt rückgewinnbare Zucker in Zuckerrohrsaft mit NIR-Spektroskopie zu bestimmen. Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht eine schnelle und

hochgenaue Alternative zu anderen Standardmethoden (Tabelle 2). Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich und die Ergebnisse werden in weniger als einer Minute geliefert.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis der verschiedenen Qualitätskontrollparameter, die typischerweise bei Zuckerrohrsaft gemessen werden.

| Parameter | Methode | Zeit zum Ergebnis |
|-----------------------------------|---|---|
| Brix | Refraktometer | 1 Minute |
| Pol | Berechnet aus Pol und Brix sowie der Anwendung einiger Konstanten | ca. 10 Min. Probenvorbereitung (Klärung und Filtration) + ca. 1 Min. Polarimeter + ca. 1 Min. Refraktometer |
| Reinheit | Berechnet aus Pol und Brix | Reinheit = $100 \times (\text{Pol}/\text{Brix})$ |
| Reduzierende Zucker (RS) | Ion Chromatography | 10 Min. Probenvorbereitung (Klärung und Filtration) + ca. 40 Min. IC |
| Saccharose-Lesung | Polarimeter | 10 Min. Probenvorbereitung (Klärung und Filtration) + 1 Min. Polarimeter |
| Gesamter erzielbarer Zucker (TRS) | Berechnet aus Pol und reduzierenden Zuckern | $\text{TRS} = (9,5263 \times \text{Pol}) - (9,05 \times \text{RS})$ |

Internal reference: AW NIR CH-0073-042023

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.