



Application Note AN-NIR-115

Bestimmung der Jodzahl und des Fettsäureprofils in Palmöl durch NIRS

NIR-Spektroskopie bietet schnelle, zuverlässige Ergebnisse ohne Chemikalien

Palmöl ist derzeit das am häufigsten produzierte und konsumierte Pflanzenöl der Welt. Als Rohstoff für die Lebensmittel- und Non-Food-Industrie (z. B. Körperpflege- und Kosmetikprodukte) findet es vielfältige Verwendungsmöglichkeiten. Die Marktfähigkeit von Rohpalmöl (CPO) wird durch viele Qualitätsindikatoren wie Jodzahl (IV) und Fettsäurezusammensetzung bestimmt.

Diese Application Note zeigt, dass die Nahinfrarotspektroskopie (NIR) eine ideale Alternative zu herkömmlichen Analysetechniken wie der Gaschromatographie ist. NIRS kann Ergebnisse in weniger als einer Minute liefern, ohne dass eine Probenvorbereitung oder chemische Reagenzien erforderlich sind, was die Produktivität steigert und die Kosten senkt.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

20 Proben von rohem Palmöl (CPO) mit unterschiedlichen Jodwerten (IV) wurden zur Verflüssigung mindestens 30 Minuten lang in einem Wasserbad bei 60 °C gehalten. Diese Proben wurden dann bei 60 °C auf einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer gemessen (**Abbildung 1**) im Transmissionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400–2500 nm) unter Verwendung von 8-mm-Einwegvials. Die Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung

wurde mit dem Komplettssoftwarepaket Vision Air von Metrohm durchgeführt.

Nach der Methylveresterung der Fettsäuren kam die Referenzmethode der Gaschromatographie (GC) zum Einsatz. Die Konzentration der Fettsäuren wurde aus der entsprechenden Peakfläche abgeleitet. Die Jodwerte wurden aus den kombinierten Konzentrationen von Ölsäure und Palmitinsäure berechnet.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Equipment	Artikelnummer
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials	6.7492.020
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Flüssigkeitsanalysator zur Bestimmung der Jodzahl und der Fettsäurezusammensetzung in rohen Palmölproben.

ERGEBNIS

Die gemessenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung der Jodzahl (IV), Linolsäure (18:2), Ölsäure (18:1) und Palmitinsäure (16:0) in CPO zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde mithilfe von Korrelationsdiagrammen bewertet, die

eine hohe Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den GC-Ergebnissen zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision und bestätigen die Machbarkeit in der Routineanalyse (**Abbildungen 3–6**)

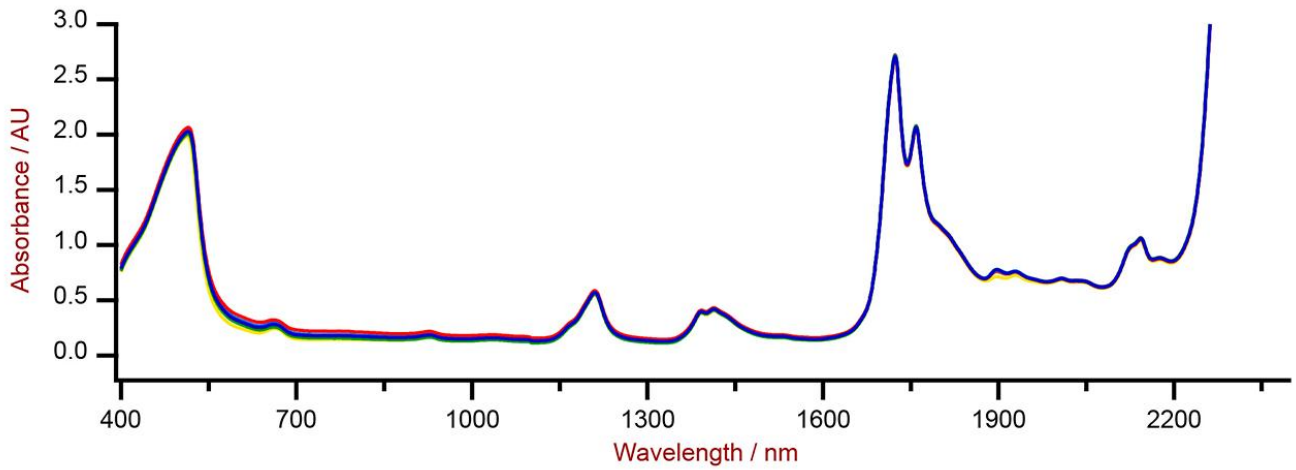


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Rohpalmölproben, analysiert auf einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer mit 8-mm-Fläschchen.

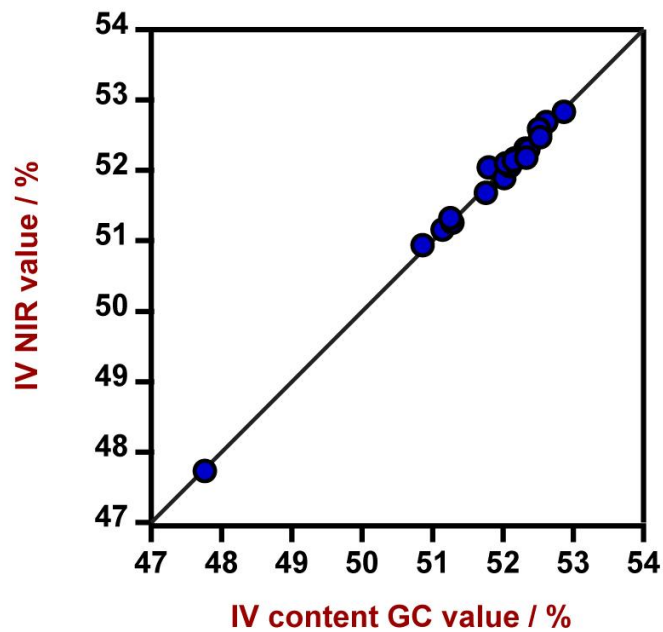


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Jodwerts im CPO mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mittels GC gemessen.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.994
Standardfehler der Kalibrierung	0.10%

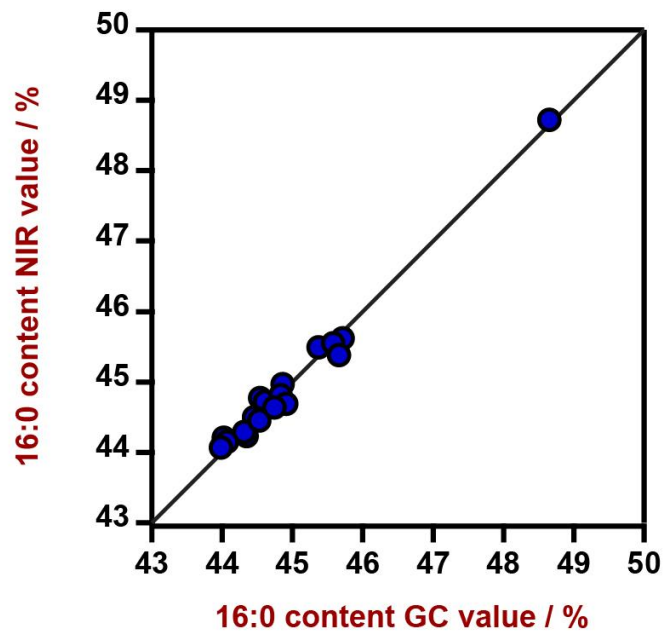


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des relativen Palmitinsäuregehalts in CPO mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mittels GC gemessen.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9836
Standardfehler der Kalibrierung	0.15%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.15%

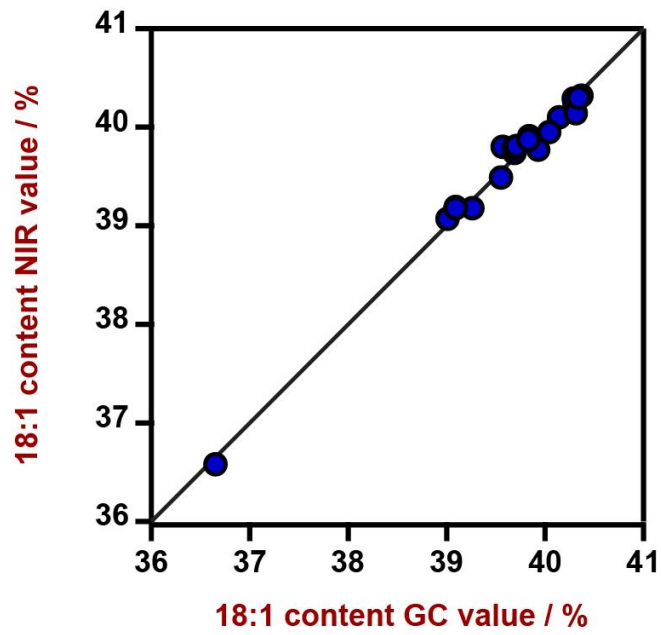


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des relativen Ölsäuregehalts in CPO mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mittels GC gemessen.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9851
Standardfehler der Kalibrierung	0.11%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.12%

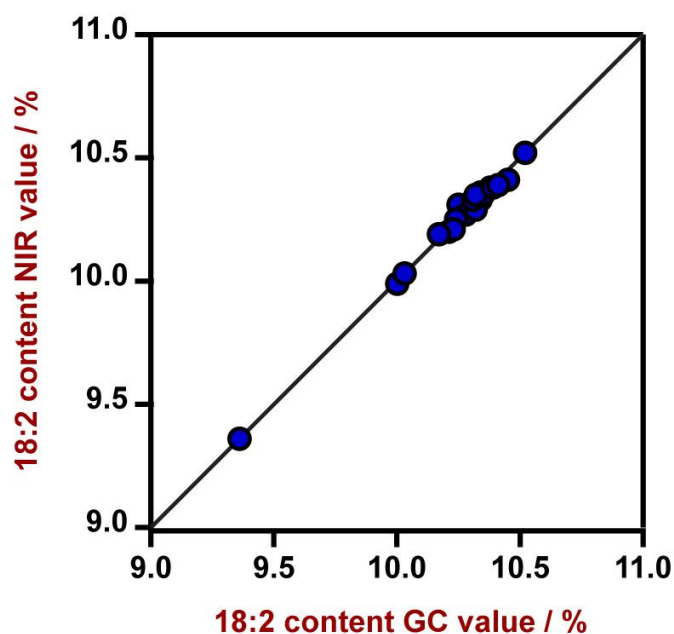


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des relativen Linolsäuregehalts in CPO mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Der Laborwert wurde mittels GC gemessen.

Leistungsmerkmale	Wert
R ²	0.9916
Standardfehler der Kalibrierung	0.03%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.04%

FAZIT

Diese Application Note zeigt die Vorteile der Verwendung des Metrohm NIRS DS2500 Flüssigkeitsanalyzers für die routinemäßige Qualitätskontrollanalyse von rohem Palmöl. Im Vergleich zu herkömmlichen Methoden erfordert die

Bestimmung mit Vis-NIR-Spektroskopie keine Probenvorbereitung. Dies führt folglich zu einer Reduzierung der Arbeitsbelastung (**Tabelle 2**) und der Betriebskosten.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die Bestimmung der Jodzahl und der Fettsäurezusammensetzung in Palmöl mit Standardmethoden.

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Jodwert, Fettsäurezusammensetzung	Gaschromatographie	40 Min. Probenvorbereitung (Methylveresterung + Probenvorbereitung) + 20 Min. GC

Internal reference: AW NIR CH-0066-042023

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.