



Application Note AN-NIR-044

Qualitätskontrolle von Palmöl

Umweltfreundliche Bestimmung von FFA-Gehalt, Jodzahl, Feuchtigkeit, DOBI und Carotin-Gehalt

Die Bestimmung von Schlüsselparametern in Palmöl, freie Fettsäuren (FFA) Iodzahl (IV), Feuchtigkeit Verschlechterung des Bleichindex (DOBI), und Karotin erfordert den Einsatz verschiedener Analysemethoden, welche aufwändig sind und Genauigkeitsprobleme haben können.

Diese Application Note zeigt, dass der XDS RapidLiquid Analyzer, der im sichtbaren und NIR Spektralbereich arbeitet (Vis-NIR) eine **kosteneffiziente und schnelle Lösung** für die Bestimmung dieser Qualitätsparameter in Palmöl bietet. **Ohne Probenvorbereitung und ohne**

Chemikalien kann die Vis-NIR Spektroskopie die Analyse von Palmöl **in weniger als einer Minute** durchführen, und diese **kann von jedem durchgeführt** werden.

This application note demonstrates that the XDS RapidLiquid Analyzer operating in the visible and near infrared spectral region (Vis-NIR) provides a **cost-efficient and fast solution** for the determination of these quality control parameters in palm oil. With **no sample preparation or chemicals needed**, Vis-NIR spectroscopy allows for the analysis of palm oil in **less than a minute** and can be used by anyone.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Palmölproben (rohes Palmöl) wurden im Transmissionsmodus mit einem XDS RapidLiquid Analyzer über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Eine reproduzierbare Spektrenaufnahme wurde durch die eingebaute Temperaturkontrolle (bei 60 °C) des XDS RapidLiquid Analyzers erreicht. Der Einfachheit halber wurden Einweg-Vials mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was die Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



Abbildung 1. XDS RapidLiquid Analyzer und einer Palmölprobe, die sich in einem 8 mm Einweg-Vial befindet.

Tabelle 1. Hardware und Softwareausstattung

Ausrüstung	Artikelnummer
XDS RapidLiquid Analyzer	2.921.1410
Einweg Vials, 8 mm Durchmesser, Transmission	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (Abbildung 2) wurden zur Erstellung von Vorhersagemodellen für die Quantifizierung der einzelnen Schlüsselparameter verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen

bewertet, die die Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode darstellen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei der Routineanalyse.

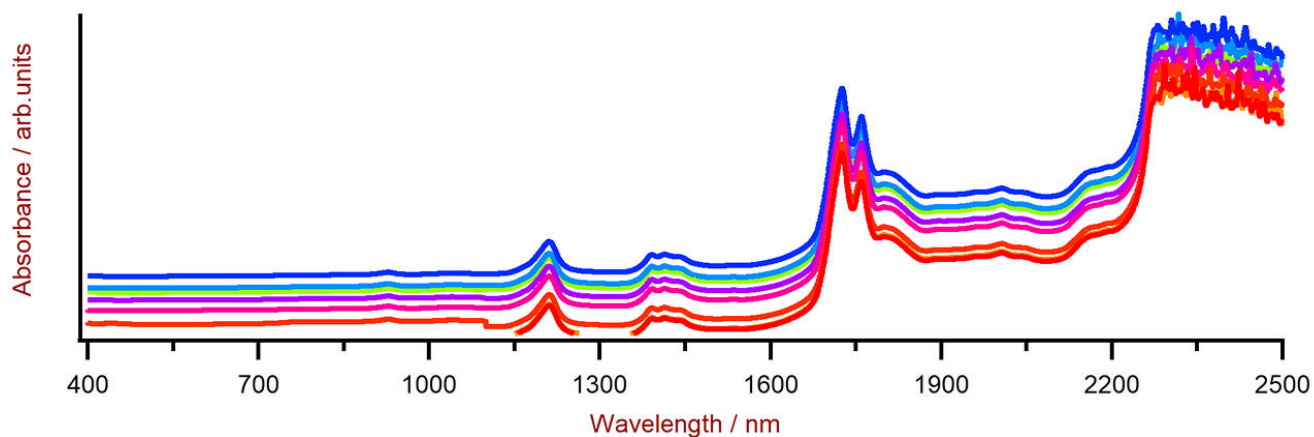


Abbildung 2. Auswahl von Palmöl Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 8-mm-Einweg-Vial gewonnen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektrren-Offset angewendet.

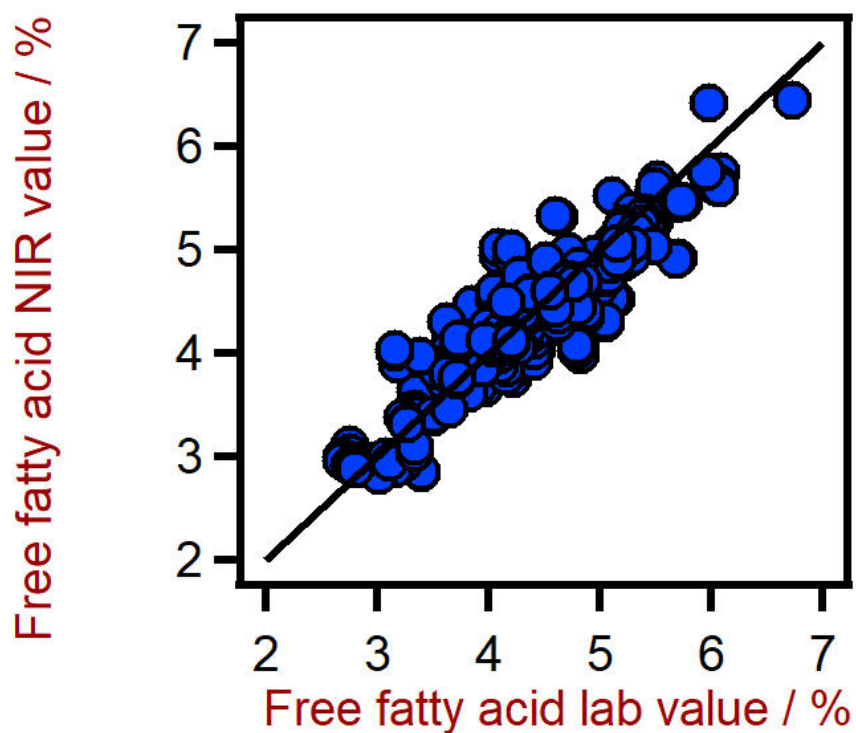


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Ergebnisses der freien Fettsäure in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Laborwert der freien Fettsäure wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 2. Gütezahlen für die Vorhersage der freien Fettsäuren in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Gütezahl	Wert
R^2	0,835
Standardfehler der Kalibrierung	0,266%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,270%

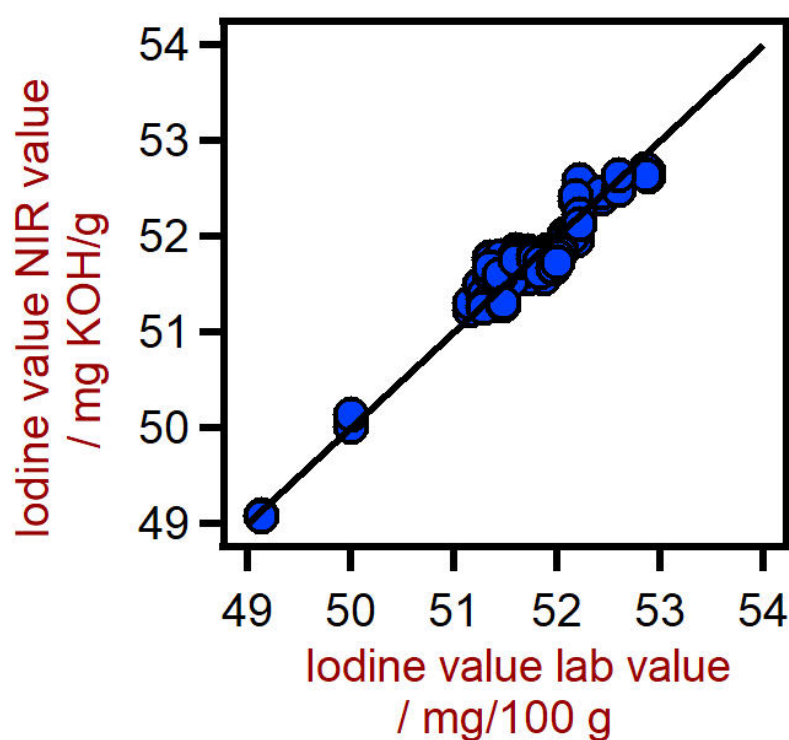


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Jodzahl (IV) in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Jod-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 3. Gütezahlen für die Vorhersage der Jodzahl in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Gütezahl	Wert
R^2	0,911
Standardfehler der Kalibrierung	0,184 mg/100 g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,201 mg/100 g

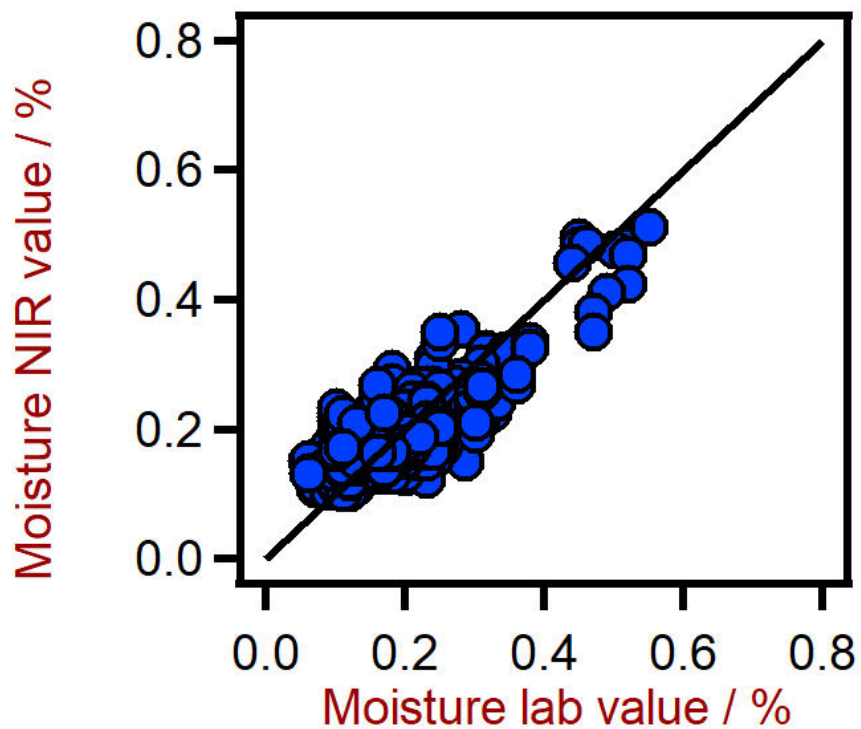


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Feuchte-Laborwert wurde mit Hilfe der Karl-Fischer-Titration (KF) ermittelt.

Tabelle 4. Gütezahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Gütezahl	Wert
R^2	0,638
Standardfehler der Kalibrierung	0,046%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,047%

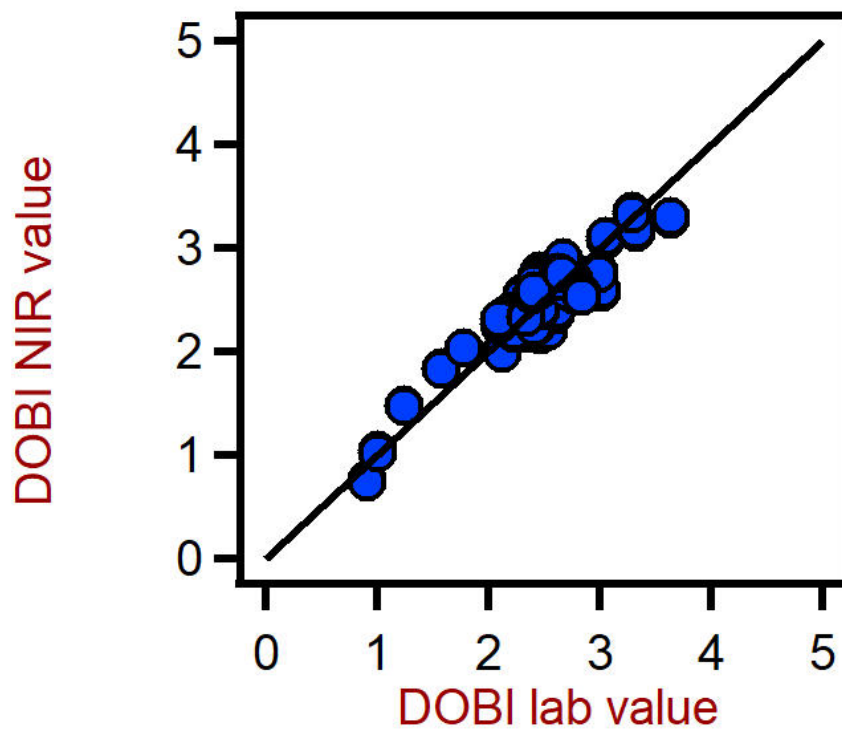


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Verschlechterung des Bleichbarkeitsindex (DOBI) in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der DOBI-Laborwert wurde mittels Photometrie bewertet.

Tabelle 5. Gütezahlen für die Vorhersage der Verschlechterung des Bleichbarkeitsindex (DOBI) in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Gütezahl	Wert
R^2	0,842
Standardfehler der Kalibrierung	0,17
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,19

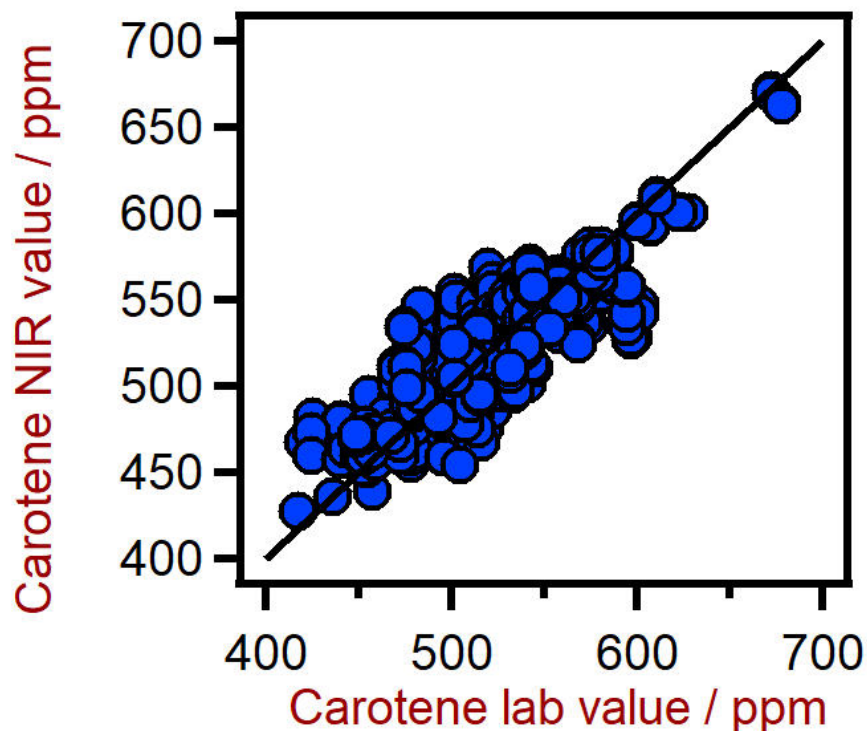


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Karotingehalts in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Carotin-Laborwert wurde mittels Photometrie ermittelt.

Tabelle 6. Gütezahlen für die Vorhersage des Karotingehalts in Palmöl unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Gütezahl	Wert
R^2	0,677
Standardfehler der Kalibrierung	22,9 ppm
Standardfehler der Kreuzvalidierung	23,4 ppm

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die mögliche Verwendung der NIR-Spektroskopie zur Analyse des FFA-Gehalts, der Jodzahl, des Feuchtigkeitsgehalts, des DOBI und des Karotingehalts in Palmöl. Im

Vergleich zu nasschemischen Methoden sind die **Betriebskosten** beim Einsatz der NIR-Spektroskopie deutlich geringer (Tabelle 7 und Abbildung 8).

Tabelle 7. Vergleich der Betriebskosten für die Bestimmung der Hydroxylzahl mit Titration und NIR-Spektroskopie.

	Labormethode	NIR-Methode
Anzahl der Analysen pro Tag	10	10
Kosten des Betreibers pro Stunde	\$25	\$25
Kosten für Verbrauchsmaterial und Chemikalien (FFA, IV, Feuchtigkeit, DOBI, Karotin)	\$9	\$1
Zeitaufwand für Analysen (FFA, IV, Feuchtigkeit, DOBI, Karotin)	22 min	1 min
Gesamtbetriebskosten pro Jahr	\$42,900	\$2,063

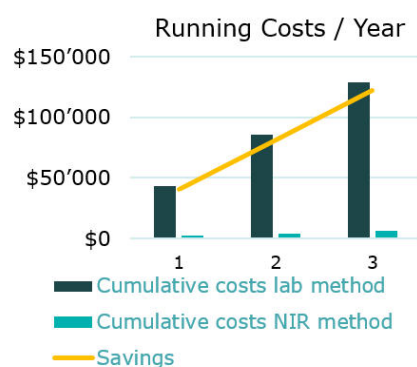


Abbildung 8. Vergleich der kumulierten Kosten über drei Jahre für die Bestimmung der wichtigsten Qualitätsparameter in Palmöl mit Titration/Photometrie und NIR-Spektroskopie.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)