



Application Note AN-NIR-115

Multiparameter-Qualitätskontrolle von Palmöl mittels NIR-Spektroskopie

Erhalten Sie schnelle und zuverlässige Ergebnisse ohne den Einsatz von Chemikalien

Palmöl ist derzeit das weltweit am meisten produzierte und konsumierte Pflanzenöl und wird in vielen Industriezweigen als Rohstoff verwendet. Rohes Palmöl (CPO) wird in verschiedenen Speiseprodukten verwendet, darunter Speiseöl, Margarine und verarbeitete Lebensmittel. CPO kann raffiniert werden, um Verunreinigungen zu entfernen und Farbe, Geschmack und Geruch zu verbessern. Zur Herstellung von raffiniertem, gebleichtem, desodoriertem Palmöl (RBDPO) sind mehrere Schritte erforderlich (z. B. Entschleimung, Neutralisierung, Bleichen, Desodorierung). RBDPO wird zum Frittieren

verwendet und ist auch in Lebensmitteln wie Instantnudeln und Eiscreme enthalten.

Wird während der Produktion festgestellt, dass die Zusammensetzung des Palmöls nicht den Spezifikationen entspricht, wird der Prozess gestoppt und das Öl recycelt. Die Bestimmung wichtiger Qualitätsparameter wie der Jodzahl und des Fettsäureprofils von Palmöl kann mit Hilfe der Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) in wenigen Sekunden und ohne Probenvorbereitung durchgeführt werden.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Bei dieser Applikation wurden 20 Proben rohes Palmöl (CPO) und 30 Proben raffiniertes, gebleichtes, desodoriertes Palmöl (RBDPO) für mindestens 30 Minuten in ein Wasserbad bei 60 °C gelegt, um sie zu verflüssigen. Alle Proben wurden mit einem OMNIS NIR Analyzer Liquid im Transmissionsmodus bei 60 °C unter Verwendung von 8-mm-Einwegfläschchen gemessen. Die Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen wurden mit der OMNIS-Software durchgeführt.

Die Gaschromatographie (GC) wurde nach der Methylierung der Fettsäuren als Referenzmethode verwendet. Die Konzentration der Fettsäuren wurde aus der entsprechenden Peakfläche abgeleitet. Die Bestimmung der Jodzahl in Palmöl war durch eine Berechnung aus den kombinierten Konzentrationen von Ölsäure (18:1) und Linolsäure (18:2) entsprechend der erhaltenen Fettsäurezusammensetzung des Palmöls möglich.

Ein weiterer Satz von CPO-Proben (681) wurde zur Bestimmung des Wassergehalts verwendet. Diese Proben wurden auf die gleiche Weise wie oben beschrieben behandelt und mittels NIR-Spektroskopie gemessen. Die Karl-Fischer-Titration (KF) wurde in diesem Fall als Standardmethode verwendet.



Abbildung 1. OMNIS NIR Analyzer und eine in ein Einwegvial gefüllte Probe.

Tabelle 1. Übersicht über Hard- und Softwareausstattung.

Ausrüstung	Metrohm-Artikelnummer
OMNIS NIR Analyzer Liquid	2.1070.0010
Halter OMNIS NIR, Vial, 8mm	6.07401.070
Einwegvial, 8mm, Transmission	6.7402.240
OMNIS Stand-Alone Lizenz	6.06003.010
Quant Development Software-Lizenz	6.06008.002

ERGEBNIS

Die gemessenen NIR-Spektren von CPO (**Abbildung 2**) und RBDPO (**Abbildung 3**) wurden verwendet, um Vorhersagemodelle für die Quantifizierung von Jodzahl (IV), Linolsäure (18:2), Ölsäure (18:1) und Palmitinsäure (16:0) für die beiden verschiedenen Palmöle zu erstellen. Ein Quantifizierungsmodell für den Wassergehalt in Palmöl wurde anhand eines weiteren Satzes von CPO-Proben erstellt.

Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen (**Abbildungen 4-12**) bewertet, die eine hohe Korrelation zwischen den NIR-Vorhersagen und den Ergebnissen der Primärmethoden (d. h. GC und KF-Titration) zeigen. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision und bestätigen die Durchführbarkeit bei Routineanalysen.

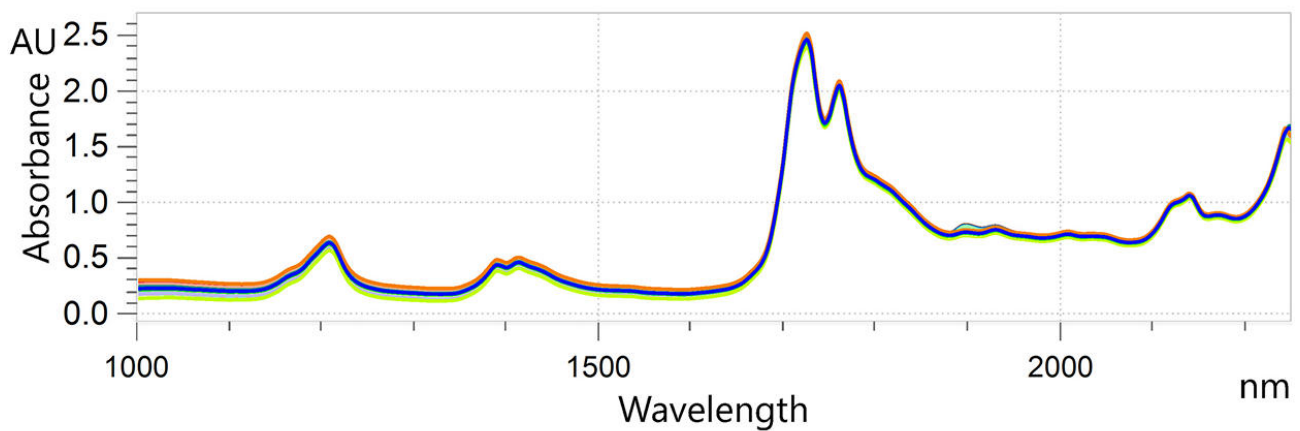


Abbildung 2. Überlagerte NIR-Spektren von CPO-Proben, die auf einem OMNIS NIR Analyzer Liquid bei 60 °C analysiert wurden.

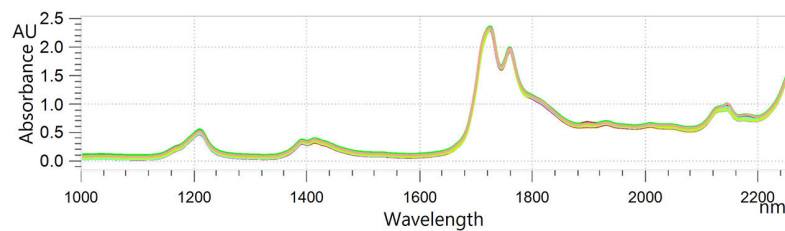


Abbildung 3. Überlagerte NIR-Spektren von RBDPO-Proben, die auf einem OMNIS NIR Analyzer Liquid bei 60 °C analysiert wurden.

ERGEBNIS IV IN RBDPO

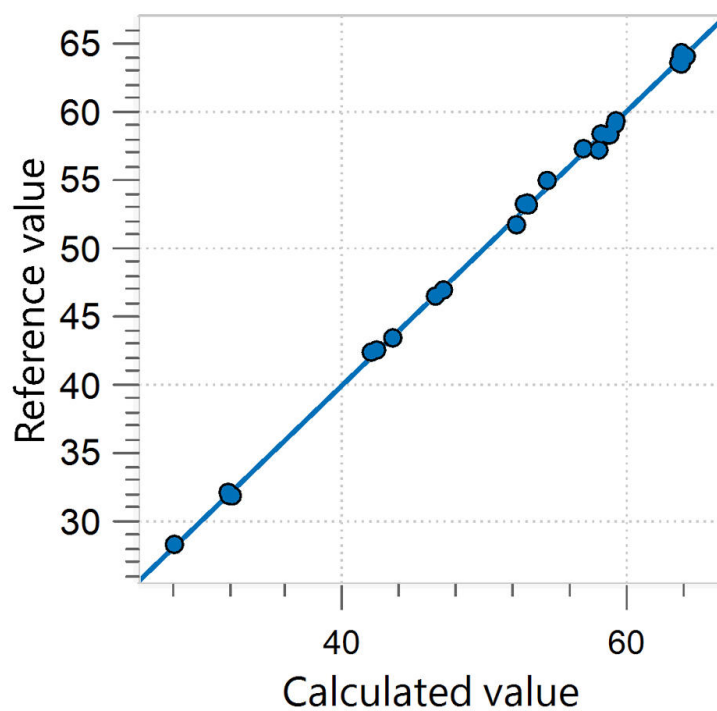


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage der Iodzahl in RBDPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (mg/100 g)	SECV (mg/100 g)	R2CV
IV	0,31	0,34	0,999

ERGEBNIS PALMITINSÄURE (16:0) IN RBDPO

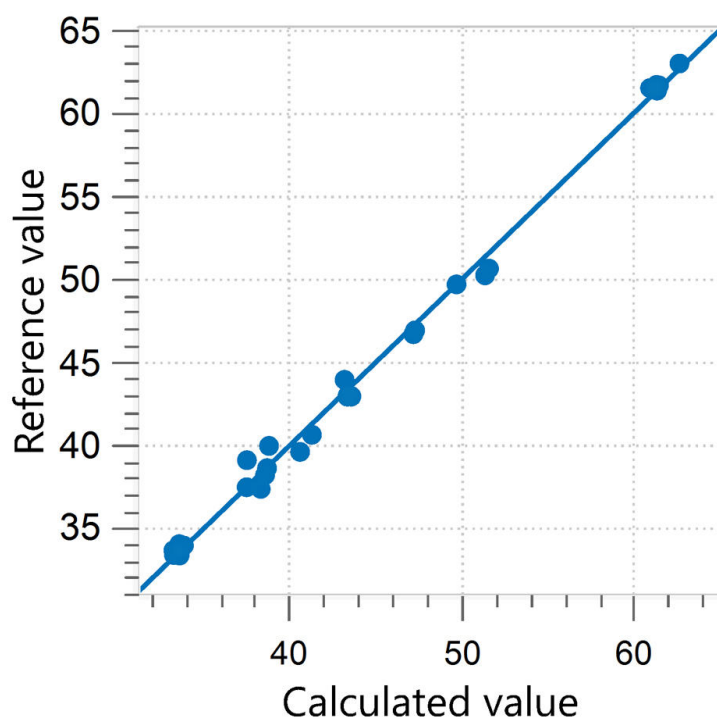


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Palmitinsäure (16:0) in RBDPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	R2CV
16:0	0,53	0,63	0,996

ERGEBNIS ÖLSÄURE (18:1) IN RBDPO

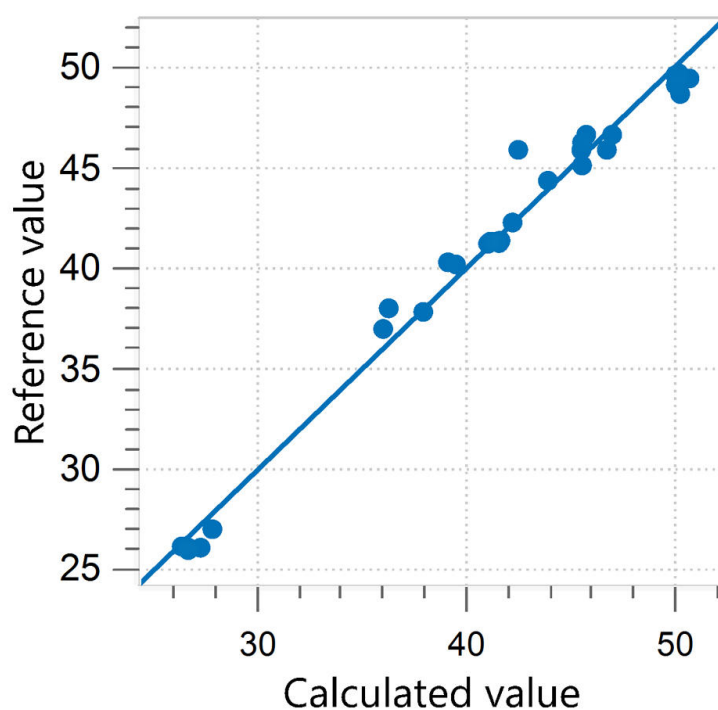


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Ölsäure (18:1) in RBDPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	R2CV
18:1	0,75	0,98	0,985

ERGEBNIS LINOLSÄURE (18:2) IN RBDPO

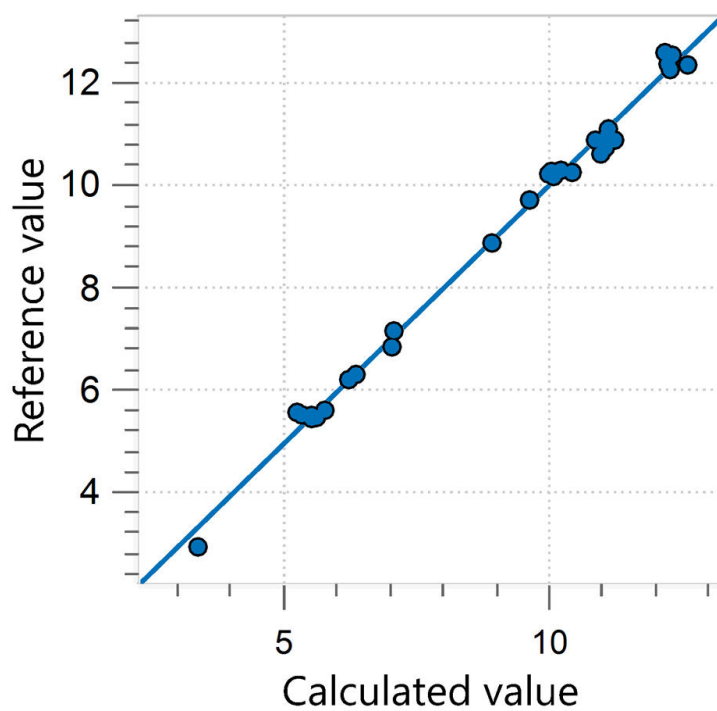


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Linolsäure (18:2) in RBDPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzer Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	R2CV
18:2	0,14	0,21	0,994

ERGEBNIS IV IN CPO

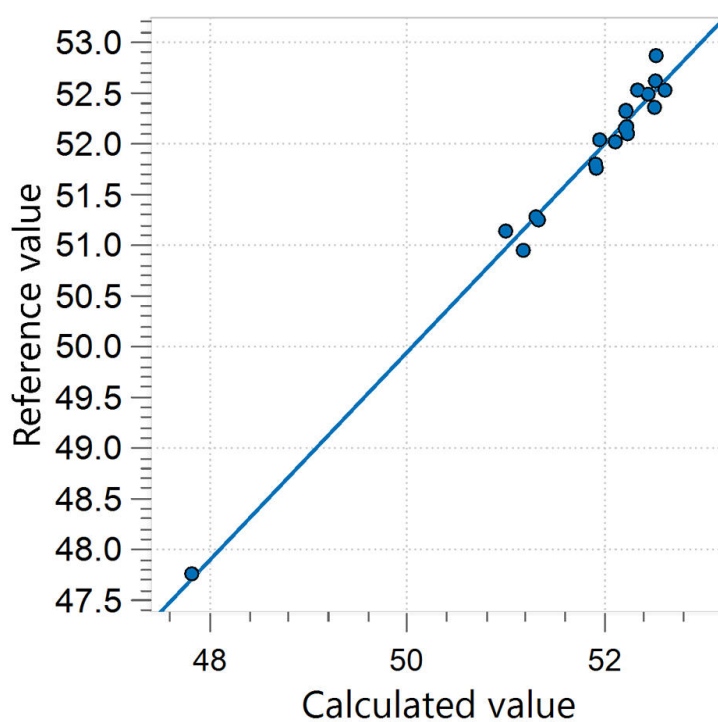


Abbildung 8. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage der Jodzahl in CPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (mg/100 g)	SECV (mg/100 g)	R ² CV
IV	0,11	0,14	0,984

ERGEBNIS PALMITINSÄURE (16:0) IN CPO

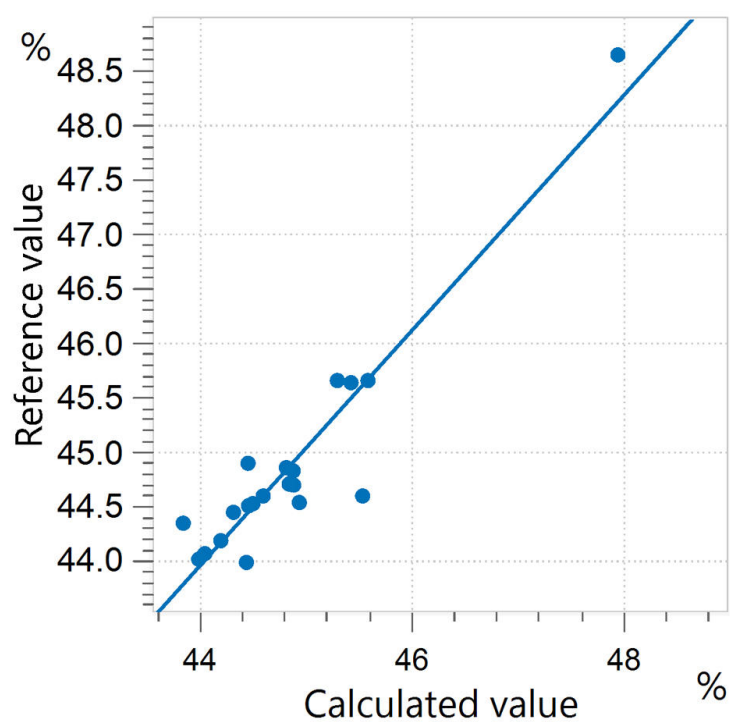


Abbildung 9. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Palmitinsäure (16:0) in CPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC(%)	SECV(%)	R2CV
16:0	0,11	0,14	0,984

ERGEBNIS ÖLSÄURE (18:1) IN CPO

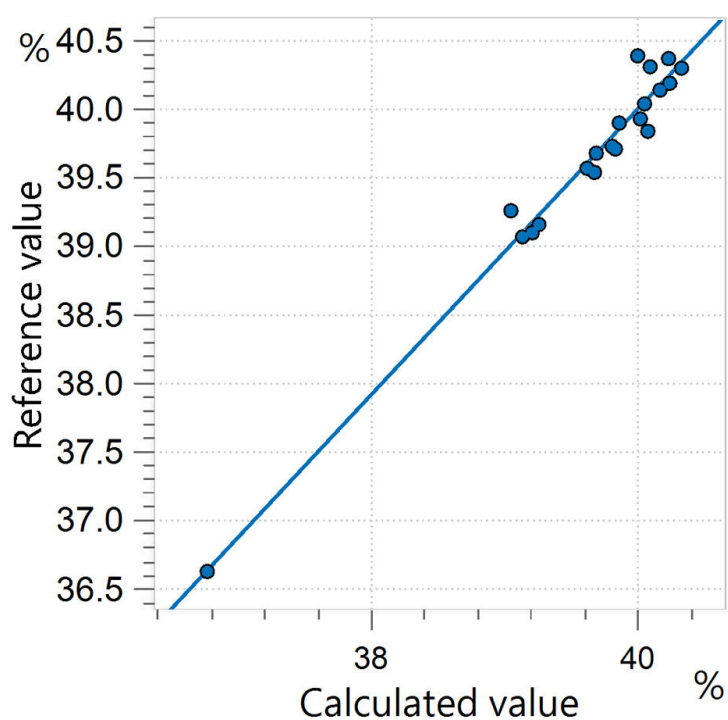


Abbildung 10. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Ölsäure (18:1) in CPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC(%)	SECV(%)	R2CV
18:1	0,12	0,14	0,969

ERGEBNIS LINOLSÄURE (18:2) IN CPO

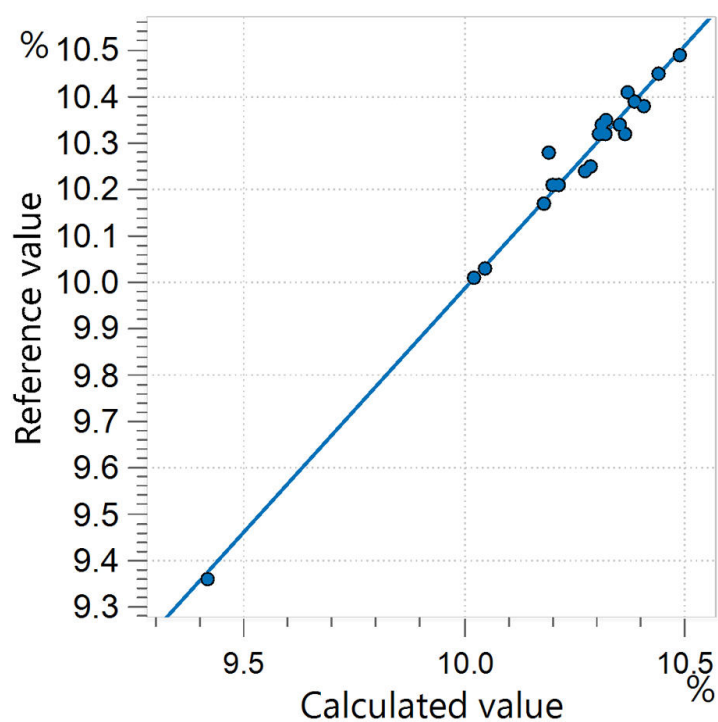


Abbildung 11. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage von Linolsäure (18:2) in CPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mit GC ausgewertet.

Parameter	SEC(%)	SECV(%)	R2CV
18:2	0,02	0,03	0,984

ERGEBNIS WASSERGEHALT IN CPO

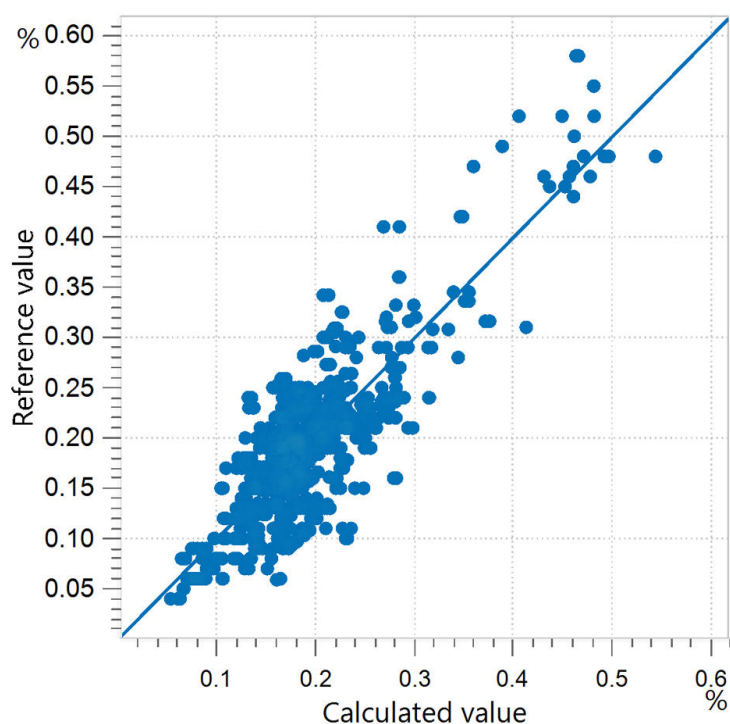


Abbildung 12. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Wassergehalts in CPO unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Referenzwerte wurden mittels KF-Titration ausgewertet.

Parameter	SEC(%)	SECV(%)	R2CV
Wasser	0,044	0,044	0,714

FAZIT

Diese Application Note zeigt die Vorteile des OMNIS NIR Analyzers Liquid für die Routineanalyse in Laboren, die verschiedene Qualitätsparameter von Palmöl messen. Im Vergleich zu anderen konventionellen Methoden wie Karl-Fischer-Titration

und GC sind für die Bestimmung mit NIR-Spektroskopie keine Probenvorbereitung oder chemische Reagenzien erforderlich. Dies führt letztlich zu einer Verringerung des Arbeitsaufwands (Tabelle 2) und der Kosten.

Tabelle 2. Zeit bis zur Ergebnisübersicht für die Parameter Jodzahl, Fettsäurezusammensetzung und Wassergehalt in Palmöl nach Standardmethoden.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
Iodwert, Fettsäurezusammensetzung	Gaschromatographie	30 min Probenvorbereitung (Methylveresterung + Probenvorbereitung) + 20 min GC
Wassergehalt	KF-Titration	10 min pro Probe

Interne Referenz: AW NIR CH-0066-042023

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Nahinfrarot-Spektrometer für Flüssigproben.

Der OMNIS NIR Analyzer ist die nach Schweizer Qualitätsstandards entwickelte und produzierte Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS) Lösung für die Routineanalytik entlang der gesamten Produktionskette. Die Nutzung neuester Technologien und die Einbindung in die moderne OMNIS Software spiegeln sich in der Geschwindigkeit, der Bedienbarkeit und dem flexiblen Einsatz dieser NIR-Spektrometer wider.

Die Vorteile des OMNIS NIR Analyzer Liquid im Überblick:

- Messungen von Flüssigproben in weniger als 10 Sekunden
- Temperaturkontrolle an der Probe von 25°C – 80°C
- Automatische Erkennung des Einsetzen und der Entnahme des Probengefäßes
- Einfache Einbindung in ein Automationssystem oder Verknüpfung mit weiteren Analysetechnologien (Titration)
- Unterstützung zahlreicher Probengefäße mit unterschiedlicher Pfadlänge



Halter OMNIS NIR, Vial, 8 mm

Vialhalter für den OMNIS NIR Analyzer für 8 mm Einwegvials (6.7402.240).



Einwegvial, 8 mm, Transmission, Anz. 100

100 Einwegvials aus Glas (Borosilikat) mit einer optischen Pfadlänge von 8 mm für Analysen von Flüssigkeiten in Transmission. Die Einwegvials werden mit den zugehörigen Verschlussstopfen (Stückzahl = 100) geliefert.

Kompatibel mit:

- Halter OMNIS NIR, Vial, 8 mm (6.07401.070)
- DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials (6.7492.020)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem Windows™ Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits eine OMNIS Geräte Lizenz.
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Softwarelizenz Quant Development

Softwarelizenz für die Erstellung und Bearbeitung von Quantifizierungsmodellen in einer Stand-Alone OMNIS Software Installation.