



Application Note AN-NIR-125

Bestimmung von Olivenölqualitätsparametern und Verfälschungen mittels NIR- Spektroskopie

Nahinfrarotspektroskopie reduziert Kosten und Chemieabfall

ZUSAMMENFASSUNG

Die Qualität des Olivenöls hängt von vielen Faktoren ab, beispielsweise von der Zeit, die für die Verarbeitung der Oliven nach der Ernte benötigt wird, vom Produktionsprozess selbst und von der Olivensorte. Aufgrund seines hohen Preises ist insbesondere natives Olivenöl eines der anfälligsten Pflanzenöle für Lebensmittelbetrug. Zur Bestimmung der Ölqualität werden viele Parameter herangezogen, darunter Jodwert, freie Fettsäuren (FFA), Brechungsindex, Fettsäurezusammensetzung und Alterungsindikatoren wie Peroxidwert (PV), K232 und

Induktionszeit. Herkömmliche Analysetechniken zur Prüfung von Olivenöl wie Titration oder Gaschromatographie (GC) erfordern häufig gefährliche Lösungsmittel, die Gesundheitsrisiken bergen und die Laborkosten erhöhen können. Im Gegensatz zu diesen Standardmethoden trägt die Analyse mit Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) dazu bei, die Produktivität zu steigern und Kosten zu senken, indem sie schnelle Ergebnisse für die Qualitätskontrolle von Olivenöl liefert.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Eine Auswahl an Olivenölen unterschiedlicher Qualität (137 Proben) wurden mit dem OMNIS NIR Analyzer Liquid gemessen (**Abbildung 1**) im Transmissionsmodus (1000–2250 nm) unter Verwendung von 8 mm Einwegvials. Die Vialtemperatur wurde mit dem eingebauten Vialsensor auf 40 °C eingestellt und überwacht, um eine gleichbleibende Messleistung zu gewährleisten. Die OMNIS-Software wurde für die gesamte Datenerfassung und Entwicklung des Vorhersagemodells verwendet.



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

Die erhaltenen NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung aller Parameter zu erstellen: Jodwert, FFA, Brechungsindex, K232, PV, Induktionszeit, Palmitinsäure (C16:0), Stearinsäure (C18:0), Ölsäure (C18:1), Linolsäure (C18:2) und Alpha-Linolensäure (C18:3). Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen (**Abbildungen 3–8**), die eine hohe Korrelation zwischen der NIR-

Vorhersage und den Standardreferenzmethoden für alle Parameter aufweisen. Von den 137 gemessenen Proben wurden 25 % als Validierungssatz und 75 % als Kalibrierungssatz ausgewählt. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM), die für die folgenden Abbildungen und in **Tabelle 2**, weisen die erwartete Präzision auf und bestätigen die Durchführbarkeit in der Routineanalytik.

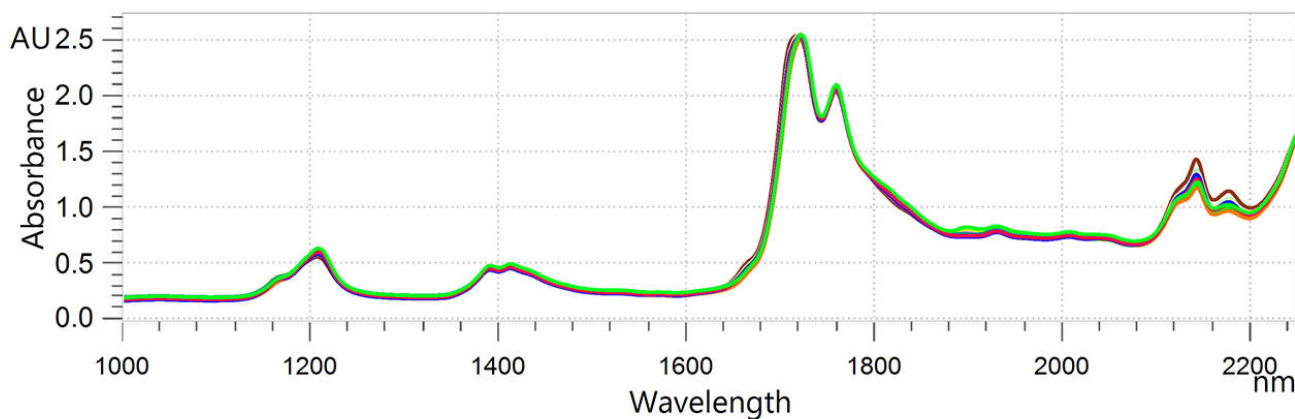


Abbildung 2. NIR-Spektren von Olivenölproben, die mit einem OMNIS NIR Analyzer Liquid mit 8-mm-Fläschchen analysiert wurden.

Ergebnis Jodwert

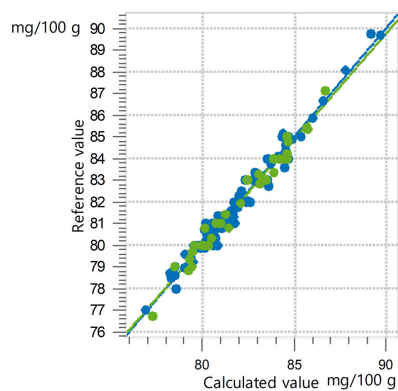


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage des Jodwerts in Olivenöl. Die Laborwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (mg/100 g)	SECV (mg/100 g)	SEP (mg/100 g)	R ² CV
IV	0,38	0,40	0,38	0,974

Ergebnis K232

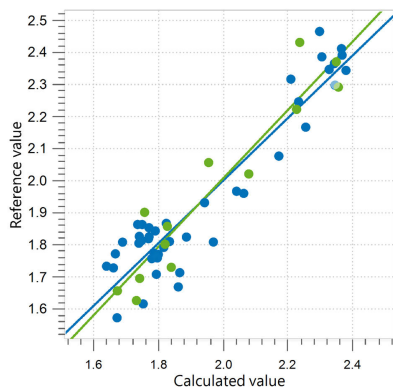


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage von K232 in Olivenöl. Zur Ermittlung der Laborwerte wurde eine UV-Analyse durchgeführt.

Parameter	SEC	SECV	SEP	R ² CV
K232	0.067	0.086	0.090	0.864

Ergebnis C16:0 Fettsäuregehalt

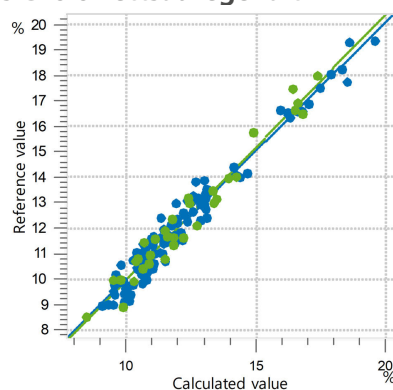


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage des C16:0-Gehalts in Olivenöl. Die Laborwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R ² CV
C16:0	0.32	0.38	0.48	0.962

Ergebnis C18:1 Fettsäuregehalt

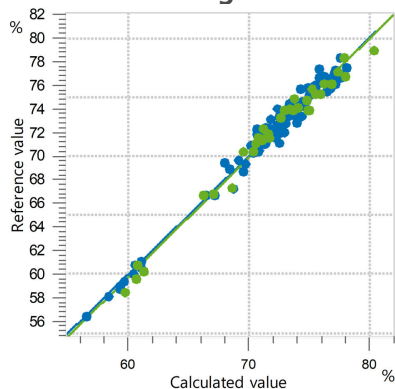


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage des C18:1-Gehalts in Olivenöl. Die Laborwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R ² CV
C18:1	0.63	0.69	0.75	0.980

ERGEBNISSE

Ergebnis C18:2 Fettsäuregehalt

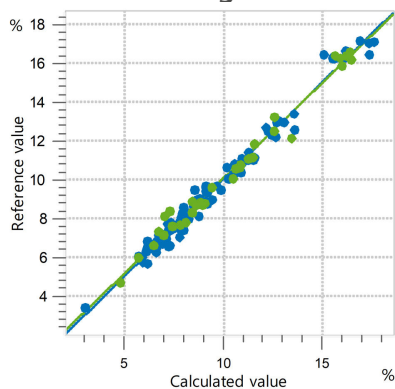


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage des C18:2-Gehalts in Olivenöl. Die Laborwerte wurden mittels GC ausgewertet.

Parameter	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R ² CV
C18:2	0.32	0.38	0.43	0.985

Ergebnis Induktionszeit

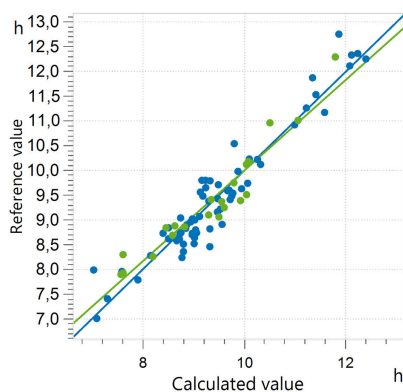


Abbildung 8. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen FOMs zur Vorhersage der Induktionszeit von Olivenöl. Die Laborwerte wurden mit einem Rancimat ausgewertet.

Parameter	SEC (H)	SECV (H)	SEP (H)	R ² CV
Induktionszeit	0.30	0.35	0.34	0.908

Tabelle 2. Gütezahlen für die Parameter Stearinsäure, α -Linolensäure, FFA, Peroxidwert und Brechungsindex in verschiedenen Olivenölen.

Parameter	SEC	SECV	SEP	R ² CV
Stearinsäure (C18:0)	0.12%	0.22%	0.22%	0.778
α -Linolensäure (C18:3)	0.05%	0.05%	0.05%	0.633
FFA	0.03%	0.04%	0.04%	0.746
Peroxidwert	0,72 mval/kg	0,83 mval/kg	1,01 mval/kg	0.719
Brechungsindex	0.00011	0.00012	0.00012	0.998

FAZIT

Diese Application Note zeigt die positiven Eigenschaften der Olivenölanalyse mittels Nahinfrarotspektroskopie. Im Vergleich zu zeitaufwändigen konventionellen Analysemethoden ist bei Messungen mit NIRS keine Probenvorbereitung erforderlich. Dies führt letztlich zu einer

Arbeitserleichterung (**Tabelle 3**) und reduzierten Kosten.

Neben den in dieser Application Note gezeigten Parametern können mit NIRS auch weitere Qualitätsparameter von Olivenöl wie der Steringehalt oder der Feuchtigkeitsgehalt bestimmt werden.

Tabelle 3. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die Messung von Jodwert, FFA-Gehalt, Brechungsindex, K232, Induktionszeit und Fettsäurezusammensetzung in Olivenölen mit standardmäßigen Analysemethoden.

Parameter	Verfahren	Zeit bis zum Ergebnis
Jodwert	Gaschromatographie	~30 Minuten pro Probe
FFA-Gehalt, Peroxidzahl	Titration	~15 Minuten pro Probe
Brechungsindex	Refraktometer	~5 Minuten pro Probe
K232	UV-Absorption	~5 Minuten pro Probe
Fettsäurezusammensetzung	Gaschromatographie	~30 Minuten pro Probe
Induktionszeit	Rancimat	~1–15 Stunden pro Probe

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



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.