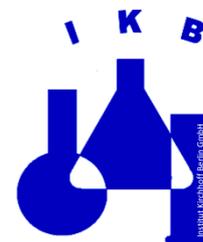


Bestimmung des Rohprotein-, Wasser- und Fettgehaltes von Wurstwaren mittels Nahinfrarotspektroskopie (NIR)



Braun, A., Becker, E., Kirchhoff, E.

Institut Kirchhoff Berlin GmbH, Albestraße 3-4, 12159 Berlin

Einführung

Für die Analyse und Bewertung von Wurstwaren sind die Parameter Rohprotein, Wassergehalt und Gesamtfett von großer Bedeutung. In der klassischen Analytik bedingen diese Methoden einen relativ hohen Aufwand an Zeit, Personal und Verbrauchsmaterialien. Durch die Anwendung der NIR-Messtechnik können alle drei Parameter zeitgleich und ohne Einsatz von Chemikalien in wenigen Minuten quantitativ bestimmt werden. Die Probe wird bei der Messung mittels NIR nicht zerstört und kann für weitere Messungen eingesetzt werden. Die Messungen erfolgen mit dem NIR Flex 500 (Fa.Büchi). In der verwendeten Kalibration sind je nach Parameter zwischen 2500-3000 Spektren hinterlegt. Zur Bewertung der Kalibration werden der SEC (Standard Error of Calibration) und der SEP (Standard Error of Prediction) herangezogen. Der SEC berechnet sich als Standardabweichung aller NIR-Schätzwerte von den Referenzwerten der Kalibrierproben. Der SEP berechnet sich als Standardabweichung aller NIR-Schätzwerte von den Referenzwerten der Validierproben. Die verwendeten Kalibrationen enthalten folgende Güteparameter:

Gesamtfett: SEC: 0,80; SEP: 0,68; SEP/SEC: 0,85

Rohprotein: SEC: 0,59; SEP: 0,49; SEP/SEC: 0,83

Wassergehalt: SEC: 0,76; SEP: 0,60; SEP/SEC: 0,79

Der SEP und SEC sollten gegenüber den Probenwerten möglichst klein sein. Der Quotient SEP/SEC dient der Prüfung eines „overfits“ oder nicht repräsentativer Validationsdatensätze und sollte einen Wert von 1,3 nicht überschreiten. [1]

Durch Vergleichsmessungen mit den amtlichen Untersuchungsmethoden wird die Kalibration fortlaufend erweitert und verbessert.

Methodenvergleich

Im Rahmen der Methodvalidierung wurde ein Ringversuchsmaterial über einen längeren Zeitraum mittels NIR und den entsprechenden amtlichen Untersuchungsmethoden analysiert.

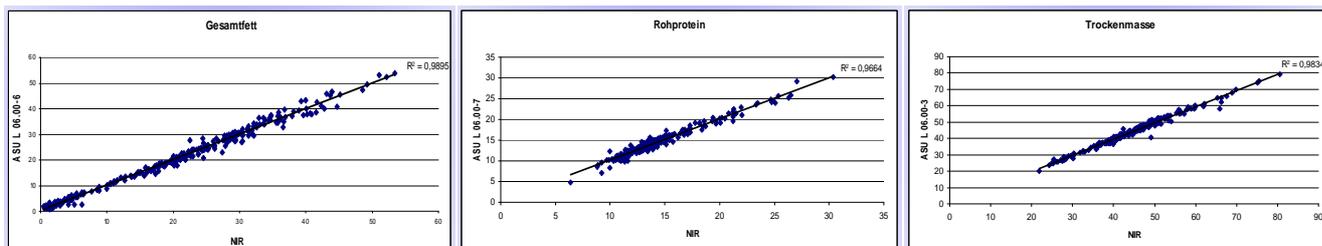
	Gesamtfett		Rohprotein		Wassergehalt	
	NIR	ASU L 06.00-6	NIR	ASU L 06.00-7	NIR	ASU L 06.00-3
MW [g/100g]	20,56	20,87	13,73	13,74	60,4	60,6
VK [%]	1,7	0,6	2,0	1,5	0,9	0,9
n	22	6	22	11	24	27

Bei allen drei Parametern lag sowohl zwischen den Mittelwerten als auch bei den Varianzen kein signifikanter Unterschied vor (F- und t-Test).

Mit beiden Verfahren wurde an der Laborvergleichsuntersuchung Fleischwaren LVU 2011 teilgenommen.

Parameter	Teilnehmer	Median [g/100g]	ASU [g/100g]	z-score	NIR [g/100g]	z-score NIR
Wassergehalt	99	61,5	61,8	0,7	61,8	0,7
Gesamtfett	101	19,6	19,75	0,6	19,5	-0,4
Rohprotein	93	12,63	12,49	-1	12,55	-0,6

Im Jahr 2011 wurden im Institut Kirchhoff ca. 1200 Wurstproben mittels NIR untersucht. Alle mit NIR ermittelten Ergebnisse wurden hinsichtlich der Plausibilität überprüft und bewertet. Dabei konnten **80%** der Proben als unauffällig bewertet werden. Die übrigen Proben (ca. 200) wurden mit den entsprechenden amtlichen Untersuchungsmethoden abgesichert. In den folgenden Abbildungen sind die Korrelationen der einzelnen Bestimmungen aufgezeigt.



Fazit

Mit dem NIR-Verfahren konnten bei einer hohen Anzahl verschiedener Wurstproben sehr gute Ergebnisse erzielt werden. Auch bei zunächst kritisch erscheinenden Ergebnissen ergaben sich gute Übereinstimmungen zwischen den mittels NIR und den amtlichen Untersuchungsmethoden ermittelten Ergebnissen. Differente Ergebnisse ergaben sich bei speziellen Proben in den Randbereichen der Kalibration (niedrige Gesamtfettgehalte, z.B. Schinken) und bei Matrices mit einer geringen Kalibrationsdichte (z.B. Leberwurst). Dies wird durch die stetige Zunahme der Kalibrationsdatenmenge immer weiter verbessert.

[1] : Aurich, Sebastian: NIR-spektrometrische Methoden-Entwicklung zur Qualitätsbewertung von Gewürzen und Kräutern. Dissertation, Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn 2010