

Schriftenreihe der
Haushaltstechnik Bonn
Herausgeber: Prof. Dr. R. Stamminger

Edith Lambert

**Analyse von Modell-Emulsionen
aus Stärke, Protein und Fett
mittels Nahinfrarot-Spektroskopie**

Institut für Landtechnik
Professur für Haushalts- und Verfahrenstechnik

**Analyse von Modell-Emulsionen aus Stärke, Protein und Fett mittels
Nahinfrarot-Spektroskopie**

Dissertation

zur Erlangung des Grades

Doktorin der Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften (Dr. troph.)

der Landwirtschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

von
Edith Lambert
aus
Heppenheim
Bonn 2024

Referent: Prof. Dr. rer. nat. Rainer Stamminger

Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Matthias Wüst

Tag der mündlichen Prüfung: 01.12.2023

Angefertigt mit Genehmigung der Landwirtschaftlichen Fakultät der Universität Bonn

Schriftenreihe der Haushaltstechnik Bonn

Band 1/2024

Edith Lambert

**Analyse von Modell-Emulsionen aus Stärke, Protein
und Fett mittels Nahinfrarot-Spektroskopie**

D 98 (Diss. Universität Bonn)

Shaker Verlag
Düren 2024

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Bonn, Univ., Diss., 2023

Copyright Shaker Verlag 2024

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-9358-2

ISSN 1863-320X

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Zusammenfassung

Im Fokus dieser Arbeit steht das Potential der Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS) als quantitative Analyse­methode für küchenabwasserähnliche Emulsionen. NIRS findet bereits breite Anwendung in der quantitativen Analyse von organisch chemischen Strukturen in Lebensmitteln. Die erfolgreiche Detektion von Fett, Kohlenhydrate und Protein in Emulsionen, wie beispielsweise Milch, wird in der Literatur beschrieben. Vor diesem Hintergrund verfolgt diese Arbeit die Frage, ob sich ganzheitliche Lebensmittel in geringer Konzentration in Küchenabwässern bestimmen lassen. Hierzu wurden zwei küchenabwasserähnliche Modell-Emulsionen (ME I und ME II) erstellt, die aus fett-, stärke- und proteinhaltigen Beispiellebensmittelkomponenten zusammengesetzt waren: Butterschmalz, Hafermehl und Eigelbpulver. Für diese Komponenten als Zielgröße wurden jeweils im ersten Teil der vorliegenden Arbeit NIR-Kalibrationen erstellt. Die Konzentrationen der drei Lebensmittelkomponenten wurden je zufällig über die Probensätze (ME I und ME II, bestehend je aus 70 und 77 Proben) verteilt (0 – 0,7 gew.%). Für die NIR-Kalibrationen wurden die Referenzwerte der Zielgrößen Butterschmalz, Hafermehl und Eigelbpulver gravimetrisch in gew.% bestimmt. Die Messung an einem FT-NIR-Spektrometer erfolgte in Transmission (Schichtdicke = 1 mm) über den Spektralbereich von 4000 – 10000 cm^{-1} . Die Spektren wurden unterschiedlichen Datenvorverarbeitungen unterzogen. Es erfolgte eine PLS-Regression mit anschließender Kreuzvalidierung. Die resultierenden besten Kalibrationsmodelle der einzelnen Komponenten der ME I und ME II erreichten in der Kreuzvalidierung ein Bestimmtheitsmaß von $r^2 = 0,92$ (RMSECV = 0,056 gew.%, Komponente Butterschmalz) bis zu $r^2 = 0,99$ (RMSECV = 0,009 gew.%, Komponente Hafermehl). Auffallend in der Analyse der Kalibrationsmodelle war, dass nicht nur chemische Informationen, sondern auch physikalische Informationen (wie Lichtstreuungseffekte) in die Regressionsrechnung eingegangen sind. Das heißt, dass Lichtstreuung durch Partikel, wie Lipidtröpfchen und Stärkekörner, die spektrale Absorption beeinflussen. Im zweiten Teil dieser Arbeit erfolgte eine physikalische Charakterisierung der Modell-Emulsionen. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass durch einen erweiterten mechanischen Energieeintrag in die Modell-Emulsionen die Lipidtröpfchen weiter zerkleinert werden. Damit verändern sich die physikalischen Charakteristika (Lichtstreuungseffekte) der Modell-Emulsionen. Aufgrund der physikalischen Veränderungen können somit die Komponenten dieser nicht mehr mittels der bereits erstellten Kalibrationen wahrheitsgetreu quantifiziert werden. Deshalb ist es für die spätere Analyse entscheidend sich verändernde physikalische Charakteristika (wie Partikelgrößen, Probendichte, Temperatur u.a.) in ihrer möglichen Variation bereits in die Kalibrationsrechnung mit aufzunehmen. Dies erfordert zwar umfassende Kalibrationen mit einer hohen Anzahl an Kalibrierproben. Zeigt jedoch, dass mittels NIRS komplexe Probenmatrizes kalibriert werden können. Dies ermöglicht neue Forschungsansätze im Bereich der Haushaltstechnik.

Abstract

The focus of this work is the potential of near-infrared spectroscopy (NIRS) as a quantitative, non-invasive analytical method for kitchen wastewater-like emulsions. NIRS is already widely used in the quantitative analysis of organic chemical structures in food. The successful detection of fat, carbohydrates and protein in emulsions, such as milk, is described in the literature. Against this background, this research is motivated by the question, if foods in low-concentration can be detected in kitchen wastewater. For this purpose, two different model kitchen wastewater-like emulsions (ME I and ME II) were developed, containing three different foods, which represent three organic components: oat flour (starch), spray dried egg yolk (protein) and concentrated butter (lipids). For calibration 70 and 77 samples were made for ME I and ME II respectively. The concentrations of the three different foods were varied by random design (0 - 0.7 wt.%). As reference for the prediction model, the concentrations of the different foods in the model emulsions were determined gravimetrically. The samples were scanned in transmittance mode (1 mm path length) in a FT-NIR Spectrometer (4000 – 10000 cm^{-1}). The spectra were pre-treated prior to developing prediction models using partial least squares regression method with cross-validation. The best prediction models for the three different foods in cross-validation were between $r^2 = 0,92$ (RMSECV = 0,056 wt.%, for concentrated butter) and $r^2 = 0,99$ (RMSECV = 0,009 wt.%, for oat flour). Interestingly, not only chemical information but also physical information (such as light scattering effects) were included in the regression calculations of the prediction models. That means, that light scattering through particles, such as lipid droplets and starch granules, affect spectral absorption. In the second part of this research work, a physical characterization of the model emulsions was carried out. The results show that by an increased mechanical energy input to the model emulsions the lipid droplets sizes continued decreasing. This changes the physical characteristics (light scattering effects) of the model emulsions. Because of this physical changes, the foods can no longer be quantified truthfully by the developed prediction models. Therefore, it is crucial for the later analysis to already include changing physical characteristics in their possible variation (such as particle sizes, sample density, temperature, etc.) in the sample set for calibration. Although this requires extensive calibrations with a high number of calibration samples. However, it shows that complex sample matrices can be calibrated using NIRS. This allows new research approaches in technology of household appliances.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	iii
Abstract	iv
1. Theoretischer Hintergrund	1
1.1. NIR-Spektroskopie	1
1.1.1. Grundlagen	1
1.1.2. Datenanalyse und Kalibration von NIR-Spektren	7
1.2. Charakterisierung von Lebensmittelemlusionen aus Fett, Stärke, Protein	15
1.2.1. Emulsionen	15
1.2.2. Kalibration von Lebensmittelemlusionen mittels NIR-Spektroskopie	19
2. Ziel der Arbeit	23
3. Material und Methoden	24
3.1. Modell-Emulsionen (ME)	24
3.1.1. Zusammensetzung	24
3.1.2. Herstellung	25
3.2. Referenzwerte	26
3.3. Nahinfrarotspektrometrische Messungen	27
3.4. Kalibrationsentwicklung	28
3.4.1. Erstellung der Kalibrationsprobensätze	28
3.4.2. Multivariate Datenanalyse	28
3.5. Physikalische Charakterisierung der Modell-Emulsion	34
3.5.1. Partikelgrößenverteilung	35
3.5.2. Mikroskopie	36
3.5.3. NIR-Messung	36
4. Ergebnisse	37
4.1. Analyse spektraler Eigenschaften Probensatz	38
4.2. Multivariate Kalibration	41
4.2.1. Komponente Butterschmalz	41
4.2.2. Komponente Hafermehl	46
4.2.3. Komponente Eigelbpulver	50
4.2.4. Vergleich der Modelle	55

Inhaltsverzeichnis

4.3. Physikalische Charakterisierung der Modell-Emulsion	55
4.3.1. Partikelgrößenverteilung	55
4.3.2. Mikroskopie	59
4.3.3. NIR-Spektren und NIR-Vorhersage	61
5. Diskussion	66
5.1. Multivariate Kalibration	66
5.1.1. Spektrale Eigenschaften der Modell-Emulsionen	66
5.1.2. Komponente Butterschmalz	67
5.1.3. Komponente Hafermehl	70
5.1.4. Komponente Eigelbpulver	71
5.2. Physikalische Charakterisierung der Modell-Emulsionen	72
5.2.1. Charakterisierung der Komponentenmischungen	73
5.2.2. Veränderungen der Modell-Emulsionen durch gesteigerten mechanischen Energieeintrag	75
5.2.3. Diskussion angewandter Messtechnik	77
5.2.4. Effekt des gesteigerten mechanischen Energieeintrages auf NIR-Spektren und NIR-Vorhersage	81
5.3. Abschließende Beurteilung	82
5.3.1. NIR-Kalibrationen	82
5.3.2. Physikalische Charakterisierung	83
6. Zusammenfassung und Ausblick	84
Literaturverzeichnis	I
Abkürzungsverzeichnis	XII
Abkürzungsverzeichnis	XIII
Abbildungsverzeichnis	XV
Tabellenverzeichnis	XVII
A. Anhang	XVIII
Dank	XXVII
Lebenslauf	XXVIII