



Quelle: Pixaby.com

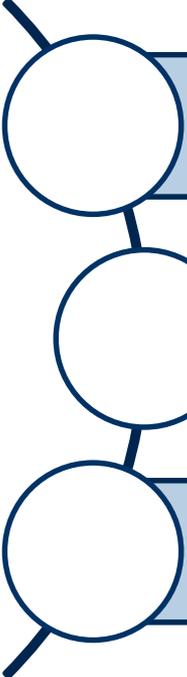
# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie zur Authentizitätsbestimmung von Speiseölen

Theresa Sieren

**Max Rubner-Institut**  
Bundesforschungsinstitut für Ernährung und Lebensmittel

# Agenda

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie zur Authentizitätsbestimmung von Speiseölen



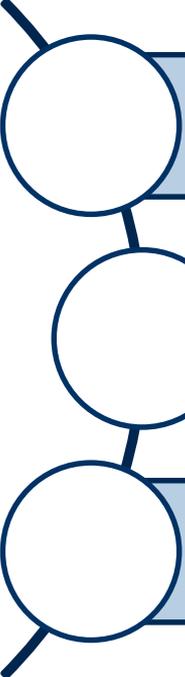
Authentizität von Speiseölen

FT-NIR-Spektroskopie

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

# Agenda

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie zur Authentizitätsbestimmung von Speiseölen



**Authentizität von Speiseölen**

FT-NIR-Spektroskopie

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

# Authentizität von Speiseölen

Relevanz am Beispiel Olivenöl

Festnahme

## Umfangreicher Betrug mit gefälschtem Olivenöl aus Italien

Die Polizei in Deutschland und Italien hat 24 Verdächtige festgenommen, die im großen Stil Sonnenblumen- und Sojaöl umgefärbt und als Olivenöl verkauft haben.

Topagrar, 2019

LEBENSMITTELBETRUG

## Falsches Olivenöl wurde massenhaft nach Deutschland verkauft

Stern, 2019



Quelle: Pixaby.com

## Die spanische Zivilgarde beschlagnahmt 120 Tonnen gefälschtes Olivenöl

Die Landwirte machten die Polizei darauf aufmerksam, dass einige Unternehmen möglicherweise Olivenöl mit Biodiesel manipuliert haben, um es als Olivenöl auf dem Markt zu vertreiben.

Oliveoiltimes, 2016

verbraucher

## Ekel-Mischungen statt echtes Olivenöl: Recherche deckt miese Abzocke und mafiöse Zustände auf

Hessische Niedersächsische Allgemeine, 2021

# Authentizität von Speiseölen

Relevanz am Beispiel Olivenöl

Festnahme

## Umfangreicher Betrug mit gefälschtem Olivenöl aus Italien

Die Polizei in Deutschland und Italien hat 24 Verurteilte festgenommen, die im großen Stil Sonnenblumenöl umgefärbt und als Olivenöl verkauft haben.

Topagrar, 2019

## Die spanische Zivilgarde beschlagnahmt 120 Tonnen gefälschtes Olivenöl

Die Polizei ist darauf aufmerksam, dass teilweise Olivenöl mit Biodiesel als Olivenöl auf dem Markt zu

Oliveoiltimes, 2016

**Hochpreisige Speiseöle besitzen ein großes Potenzial für Verfälschungen!**

LEBENSMITTELBETRUG

## Falsches Olivenöl wurde massenhaft nach Deutschland verkauft

Stern, 2019

Quelle: Pixabay.com

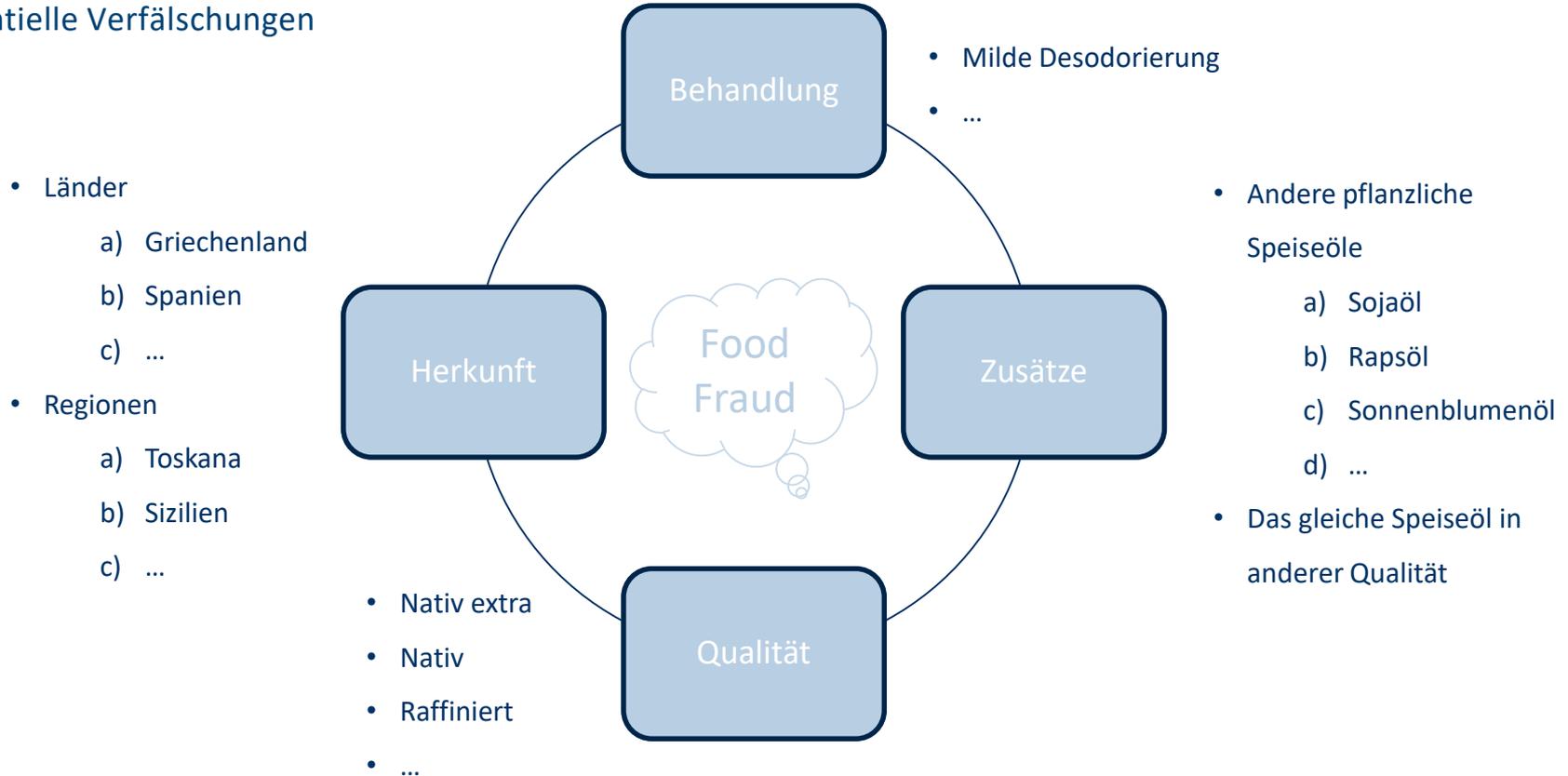
Verbraucher

## Ekel-Mischungen statt echtes Olivenöl: Recherche deckt miese Abzocke und mafiöse Zustände auf

Hessische Niedersächsische Allgemeine, 2021

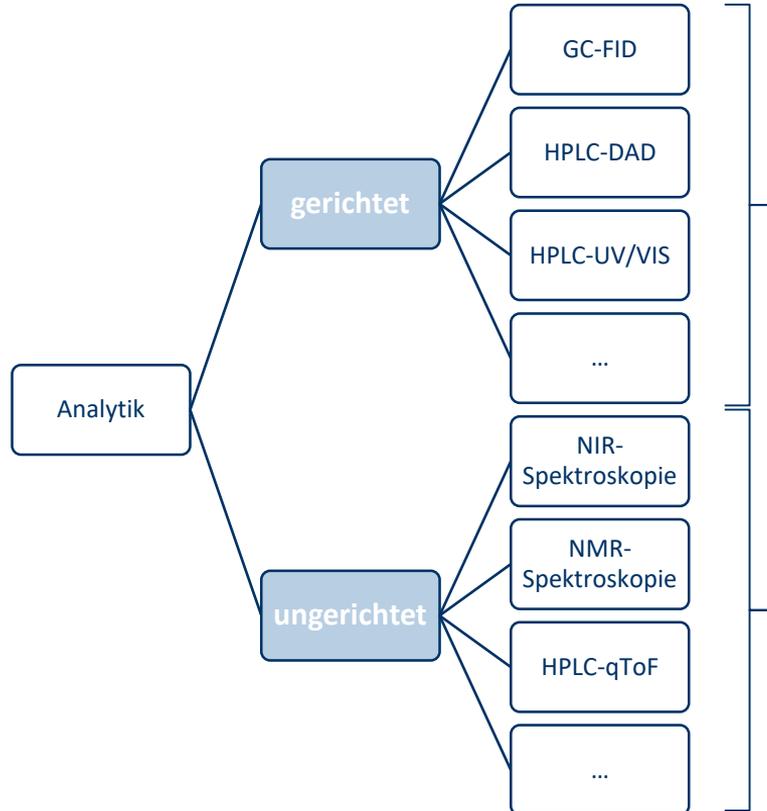
# Authentizität von Speiseölen

## Potentielle Verfälschungen



# Authentizität von Speiseölen

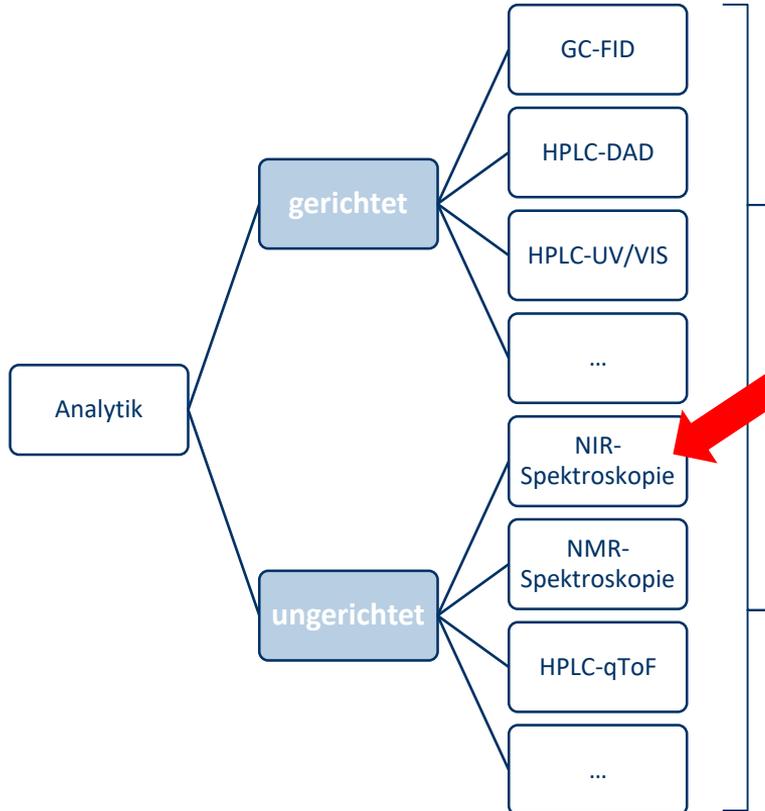
Instrumentelle Analytik als wichtiges Instrument



- Bestimmung einzelner Parameter (z.B. Fettsäuren, Phenole,...)
  - Absolute Quantifizierung ausgewählter Analyten
  - Zeitaufwändige nass-chemische Analytik
- 
- Schnellmethoden
  - Bestimmung mehrerer Parameter gleichzeitig
  - Relative Quantifizierung

# Authentizität von Speiseölen

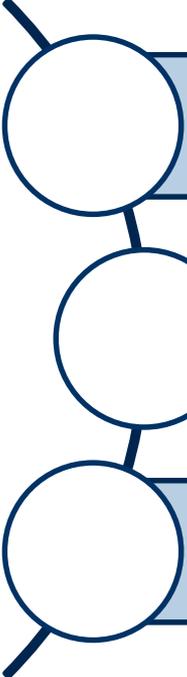
Instrumentelle Analytik als wichtiges Instrument



© MRI

# Agenda

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie zur Authentizitätsbestimmung von Speiseölen



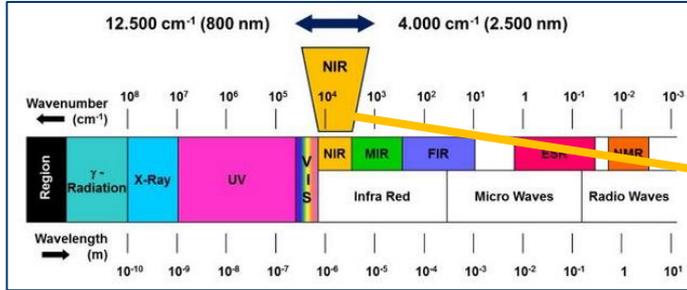
Authentizität von Speiseölen

**FT-NIR-Spektroskopie**

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

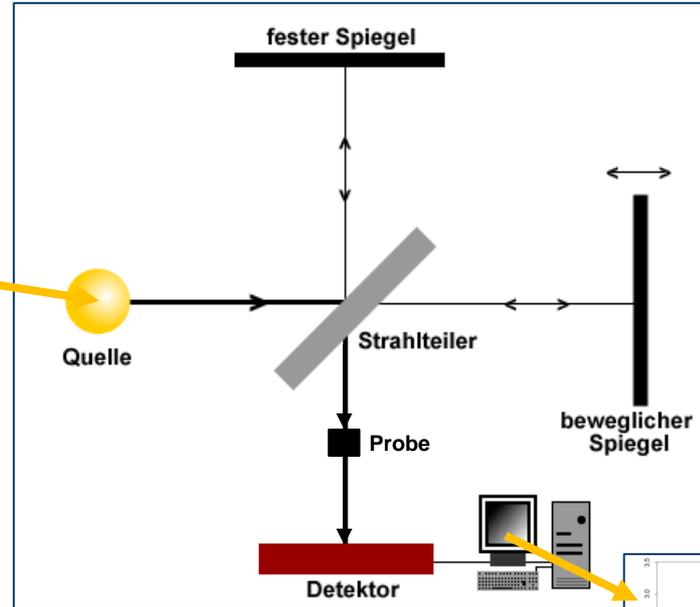
# FT-NIR-Spektroskopie

## Aufbau & Funktionsweise

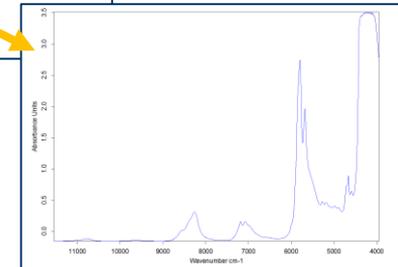


Quelle: Bruker.com [04.2022]

- Prinzip: Absorption von Strahlung
- Wellenlängenbereich: 800 nm – 2500 nm
- Wechselwirkung zwischen  
der zu untersuchenden Probe ↔ der NIR-Strahlung
  - Anregung von Ober- und Kombinationsschwingungen, die H-Gruppen enthalten (z.B. C-H, N-H, O-H)



Quelle: Chemgapedia.de [04.2022]



© MRI

# Agenda

Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie zur Authentizitätsbestimmung von Speiseölen



Authentizität von Speiseölen

FT-NIR-Spektroskopie

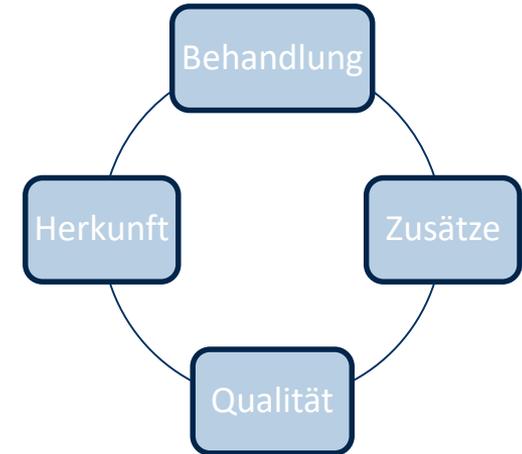
**Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie**

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Überblick

**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ Überprüfung der FT-NIR-Methode zur Quantifizierung verschiedener chemischer Parameter mithilfe von OPSON IX.
- ❖ Qualitätsbestimmung von Olivenölen anhand sensorischer Parameter.
- ❖ Nachweis von mild-desodoriertem und raffiniertem Olivenöl in nativem Olivenöl.
- ❖ Differenzierung verschiedener Olivenöle hinsichtlich der Herkunft.

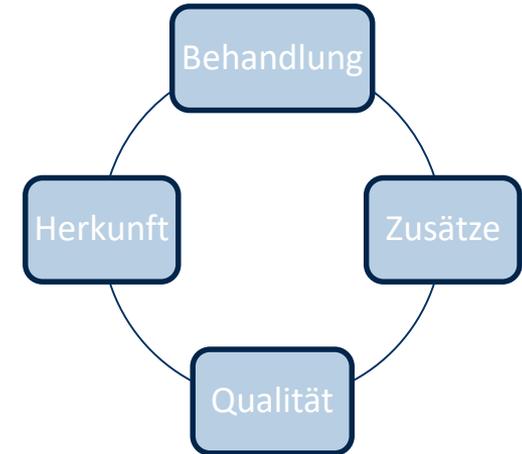


# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Überblick

**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ **Überprüfung der FT-NIR-Methode zur Quantifizierung verschiedener chemischer Parameter mithilfe von OPSON IX.**
- ❖ Qualitätsbestimmung von Olivenölen anhand sensorischer Parameter.
- ❖ Nachweis von mild-desodoriertem und raffiniertem Olivenöl in nativem Olivenöl.
- ❖ Differenzierung verschiedener Olivenöle hinsichtlich der Herkunft.



# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

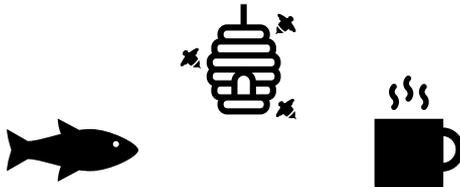
## Olivenöl – OPSON IX



Quelle: Pixaby.com

### OPSON

- OPSON (griechisch) = wertgebender Bestandteil des Essens
- Durchführung der OPSON-Operationen durch Europol und INTERPOL.
- Ziel: Bekämpfung irreführender und betrügerischer Praktiken.



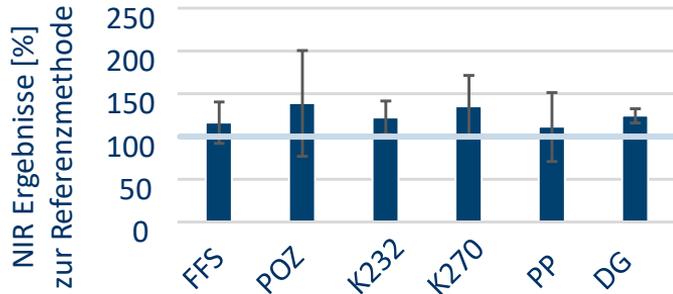
### OPSON IX

- Zeitraum 2019 und 2020
- Thema: Verfälschungen bei Olivenöl europaweit im Fokus.
- Proben wurden bei Großhändlern, Importeuren/Exporteuren, Abfüllbetrieben, Einzelhändlern und aus der Gastronomie entnommen.
- MRI-Ziel: Weiterentwicklung der NIR-Methode

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

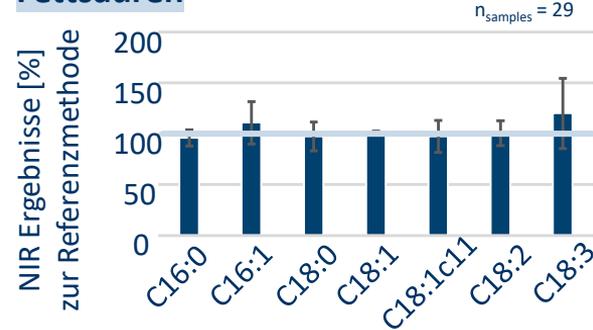
## Olivenöl – OPSON IX – Ergebnisse

### Qualitätsparameter



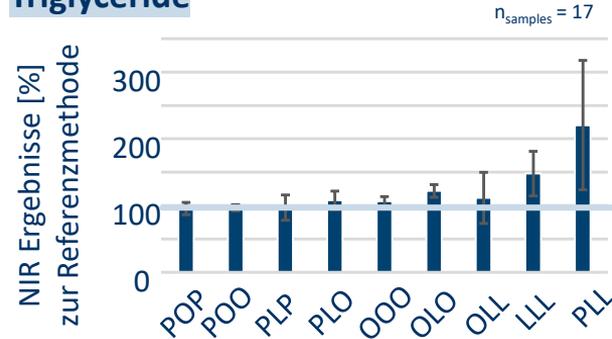
FFS = freie Fettsäuren, POZ = Peroxidzahl, K232, K270 = UV spektroskopische Analyse, PP = Gehalt an Pyrophäophitin, DG = Gehalt an 1,2-Diacylglycerid

### Fettsäuren



C16:0 = Palmitinsäure, C16:1 = Palmitoleinsäure, C18:0 = Stearinsäure, C18:1 = Ölsäure, C18:1c11 = Vaccensäure, C18:2 = Linolsäure, C18:3 = Linolensäure

### Triglyceride



P = Palmitinsäure, O = Ölsäure, L = Linolsäure

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

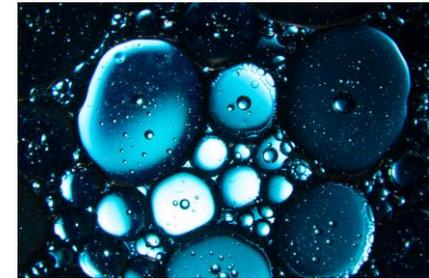
Olivenöl – OPSON IX – Fazit & Ausblick

## Fazit

- NIR-Methode vergleichbar mit nass-chemischer Analytik.
- Optimierung bei kleinen Konzentrationen (z.B. Linolensäure) notwendig.
- FT-NIR-Spektroskopie für Fragestellungen bzgl. der Qualität und Sicherheit geeignet.

## Ausblick

- Kontinuierliche Erweiterung und Überprüfung der NIR-Methoden.  
→ Olivenöle/Speiseöle = Naturprodukt



Quelle: Pixaby.com



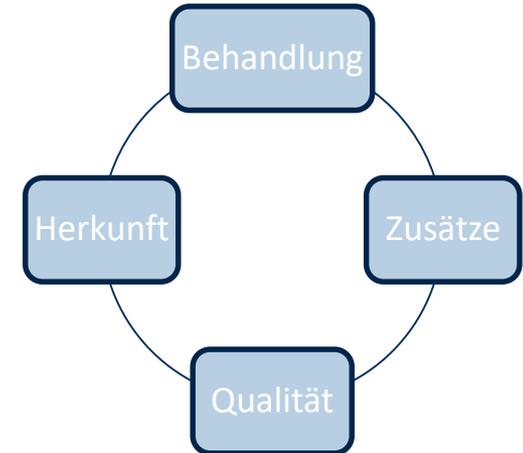
© MRI

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Überblick

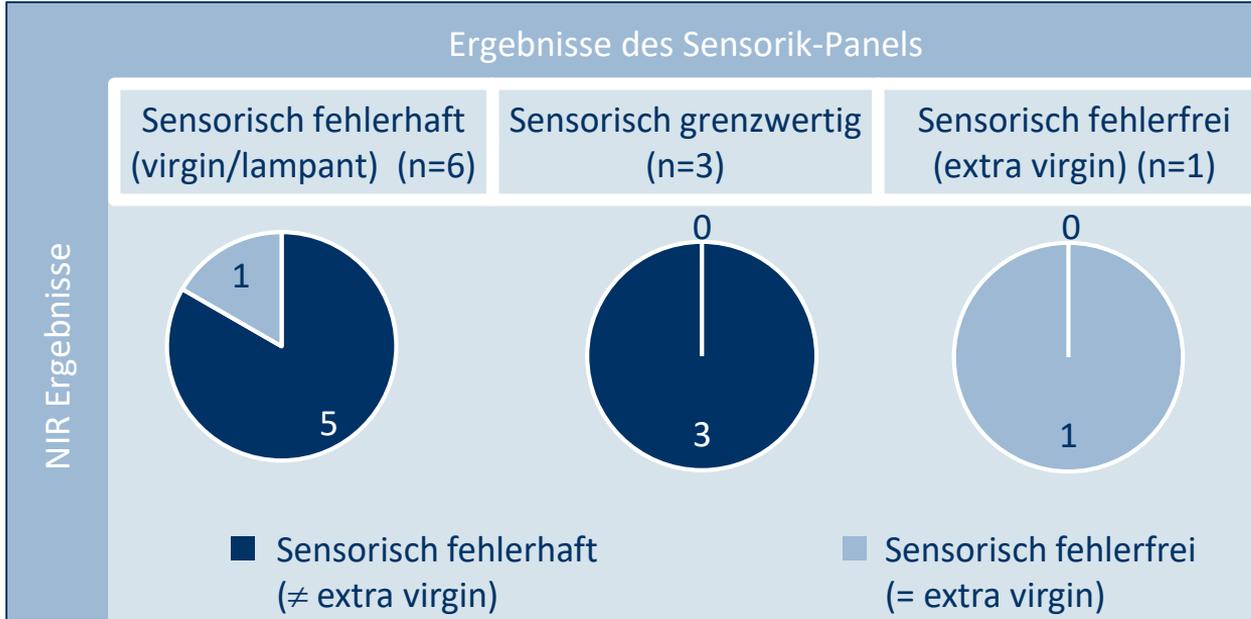
**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ Überprüfung der FT-NIR-Methode zur Quantifizierung verschiedener chemischer Parameter mithilfe von OPSON IX.
- ❖ **Qualitätsbestimmung von Olivenölen anhand sensorischer Parameter.**
- ❖ Nachweis von mild-desodoriertem und raffiniertem Olivenöl in nativem Olivenöl.
- ❖ Differenzierung verschiedener Olivenöle hinsichtlich der Herkunft.



# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Olivenöl – Qualität



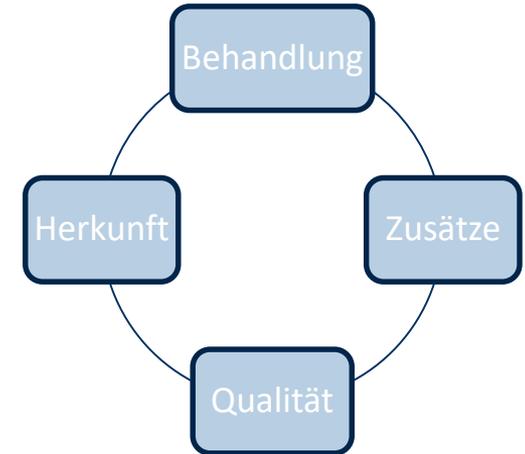
- 90% der sensorisch fehlerhaften Proben konnten korrekt mittels FT-NIR-Spektroskopie zugeordnet werden.
- Mithilfe der FT-NIR-Methode können Panel-Ergebnisse verglichen werden.
- FT-NIR-Methode als Unterstützung für Sensorik-Panels.

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Überblick

**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ Überprüfung der FT-NIR-Methode zur Quantifizierung verschiedener chemischer Parameter mithilfe von OPSON IX.
- ❖ Qualitätsbestimmung von Olivenölen anhand sensorischer Parameter.
- ❖ **Nachweis von mild-desodoriertem und raffiniertem Olivenöl in nativem Olivenöl.**
- ❖ Differenzierung verschiedener Olivenöle hinsichtlich der Herkunft.



# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Olivenöl – Zusätze und Behandlung – Versuchsdesign

### Versuchsdesign:

- Behandlung der Olivenöle (n = 491) bei verschiedenen Temperaturen  
→ Herstellung mild-desodrierter und raffinierter Öle
- Zusatz der mild-desodorierten und raffinierten Speiseöle zu nativen Olivenölen extra (10% - 50%, v/v)
- FT-NIR-Spektroskopie mit folgenden NIR-Methoden:



Quelle: Pixaby.com

- 20°C
- 50°C
- 60°C
- 80°C
- 100°C
- 110°C
- 170°C

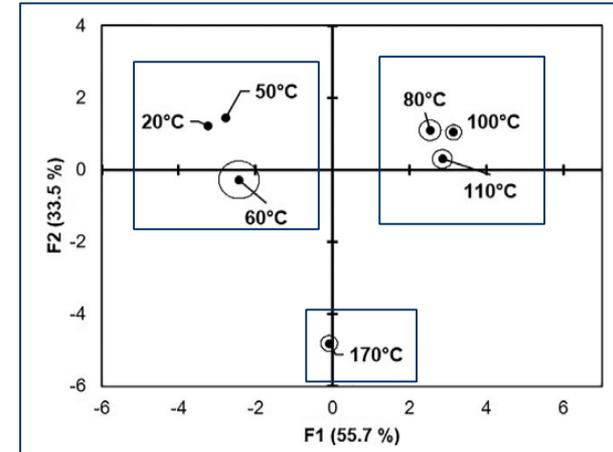
- Freie Fettsäuren (FFA)
- Gehalt an p-Anisidin (AnV)
- 1,2-Diacylglyceride (DG)
- K-Werte
- Peroxidzahl (PV)
- Jodzahl (IV)
- Pyropheophytin (PPP)
- Triglyceride (TAG)
- Polare Anteile (TPC)
- Monomer oxidierte Triglyceride (MOMOX)

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Olivenöl – Zusätze und Behandlung – Ergebnisse

### Ergebnisse:

- Differenzierung der Olivenöle in 3 Temperaturzonen möglich.
- FT-NIR-Methode als Ergänzung/Screening-Methode zu den offiziellen EU-Methoden.
- Nachweis von zusätzlichen Speiseölen in nativem Olivenöl extra erfolgreich:
  - 20% Avocadoöl
  - 20% HO-Sonnenblumenöl
  - 10% Sonnenblumenöl
  - 10% Rapsöl
  - 20% Tresteröl
  - 10% Haselnussöl



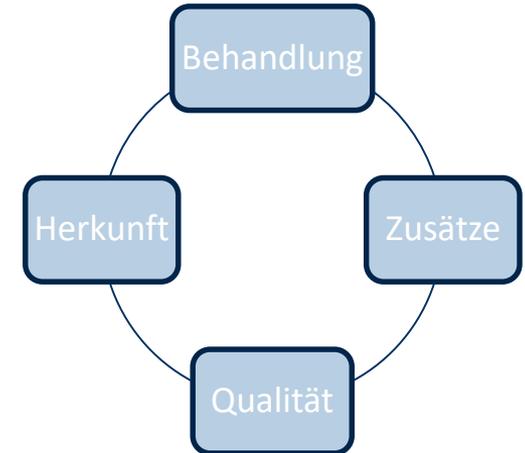
LDA von Olivenölen, welche bei verschiedenen Temperaturen behandelt wurden. Als Grundlage dienen analytische Parameter.

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Überblick

**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ Überprüfung der FT-NIR-Methode zur Quantifizierung verschiedener chemischer Parameter mithilfe von OPSON IX.
- ❖ Qualitätsbestimmung von Olivenölen anhand sensorischer Parameter.
- ❖ Nachweis von mild-desodoriertem und raffiniertem Olivenöl in nativem Olivenöl.
- ❖ **Differenzierung verschiedener Olivenöle hinsichtlich der Herkunft.**



# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Olivenöl – Herkunft

### Versuchsdesign:

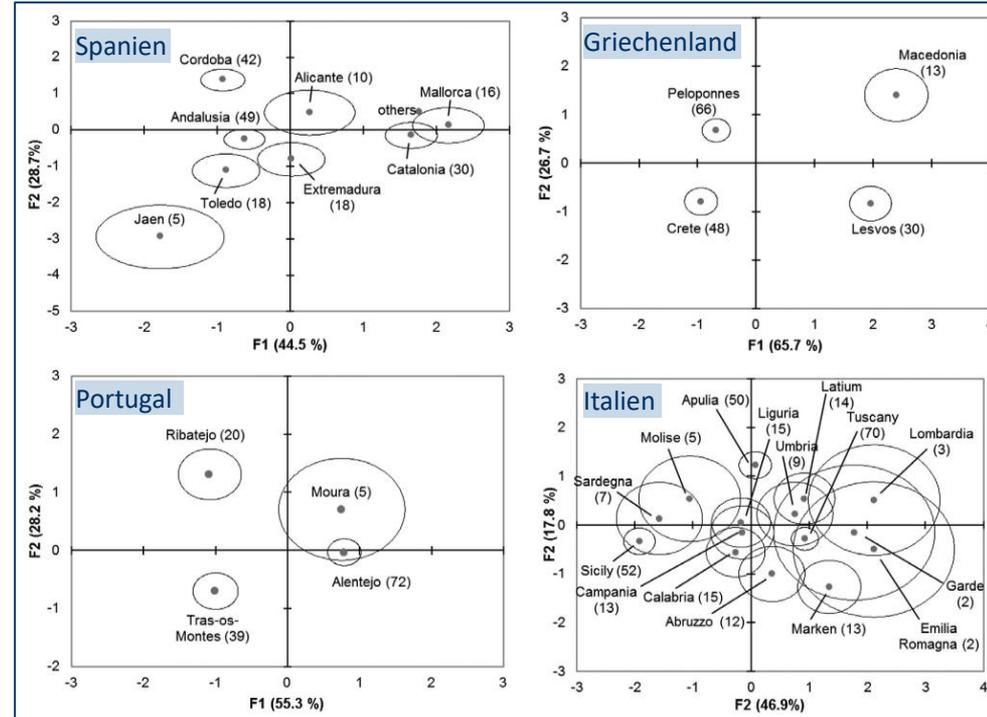
- 763 Olivenöle wurden weltweit bezogen.
- Referenzanalytik nach offiziellen DGF-Standardmethoden (2009-2011).

### Ergebnis:

- Triglycerid- und Fettsäurezusammensetzung als unabhängiger Identifizierungsparameter.

### Ausblick:

- Notwendigkeit eines Datensatzes, der nicht auf vier Länder beschränkt ist.



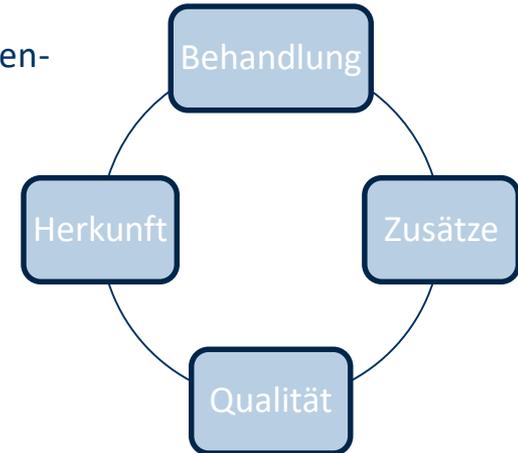
LDA von Olivenölen unterschiedlicher Herkunft ( $n_{\text{Spanien}} = 188$ ,  $n_{\text{Griechenland}} = 157$ ,  $n_{\text{Portugal}} = 136$ ,  $n_{\text{Italien}} = 282$ ).

# Einsatz der FT-NIR-Spektroskopie

## Ausblick

**Hauptziel:**  
Beantwortung von Authentizitäts-Fragestellungen

- ❖ Entwicklung weiterer FT-NIR-Schnellmethoden zur Herkunfts-, Arten- und Sortendifferenzierung
  - ❖ Für Olivenöle
  - ❖ Für weitere Speiseöle
- ❖ Kontinuierliche Erweiterung und Überprüfung der NIR-Methoden
  - Olivenöle/Speiseöle = Naturprodukt
- ❖ Entwicklung einer FT-NIR-Standardmethode mit öffentlich zugänglichen Kalibrierungen





Quelle: Pixaby.com

**Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!**

Theresa Sieren

**Max Rubner-Institut**

Bundforschungsinstitut für Ernährung und Lebensmittel