



Application Note AN-NIR-093

Control de calidad de los procesos de fermentación

Determinación multiparamétrica en un minuto

La producción de biocombustibles a partir de materias primas renovables ha crecido enormemente en los últimos años. El bioetanol es una de las alternativas más interesantes a los combustibles fósiles, ya que puede producirse a partir de materias primas ricas en azúcares y almidón. La fermentación del etanol es uno de los procesos de fermentación más antiguos e importantes utilizados en la industria biotecnológica. Aunque el proceso es bien conocido, existe un gran potencial para su mejora y una

reducción proporcional de los costes de producción. Debido a la variación estacional de la calidad de la materia prima, los productores de etanol deben supervisar el proceso de fermentación para garantizar la calidad homogénea del producto.

La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) ofrece **predicción rápida y fiable** del contenido de etanol, azúcares, Brix, ácido láctico, pH y sólidos totales en cualquier etapa del proceso de fermentación.

EQUIPO EXPERIMENTAL

La producción de etanol a partir de maíz pasa por tres pasos típicos: molienda/licuación del maíz en puré de almidón, fermentación del puré de almidón con levadura y, finalmente, purificación del etanol resultante por destilación. Se analizó un total de 206 muestras (117 para el índice Brix) de macerado de fermentación en el analizador de sólidos DS2500. Debido a la gran cantidad de sólidos presentes en las muestras, todas las mediciones se realizaron en modo de reflexión utilizando el recipiente para muestras grande DS2500 (Figura 1). Las muestras se midieron en rotación para recopilar datos espectrales de varias áreas. El promedio espectral de las señales de varios puntos ayudó a reducir la falta de homogeneidad de la muestra. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.



Figure 1. Muestra de macerado de fermentación colocada en el analizador de sólidos DS2500.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

Equipo	Número de metrohmios
Analizador DS2500	2.922.0010
Copa de muestra grande DS2500	6.7402.050
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

RESULTADO

Los 206 espectros Vis-NIR medidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de los parámetros clave de fermentación. La calidad del modelo de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación, que

muestran una correlación muy alta entre la predicción Vis-NIR y los valores de referencia. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.



Figure 2. Espectros Vis-NIR de muestras de macerado de fermentación analizadas en un analizador de sólidos DS2500.



Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de etanol utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio del contenido de etanol se evaluó mediante HPLC.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del contenido de etanol utilizando un analizador de sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,998
Error estándar de calibración	0,21%
Error estándar de validación cruzada	0,22%



Figure 4. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de sólidos utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó mediante el balance LOD.

Tabla 3. Cifras de mérito para la predicción del contenido de sólidos utilizando un analizador de sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,982
Error estándar de calibración	0,87%
Error estándar de validación cruzada	1,06%

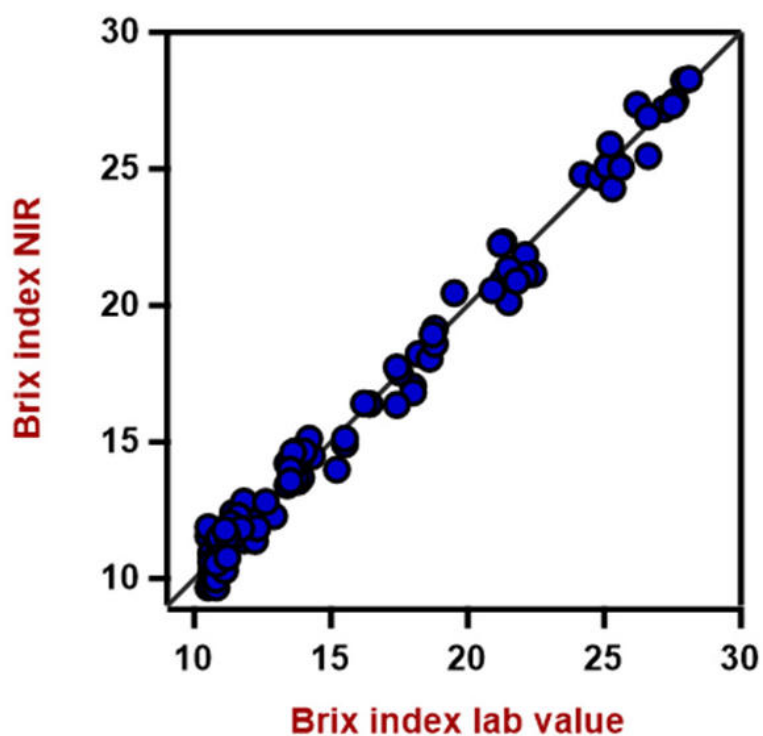


Figure 5. Diagrama de correlación para la predicción de los valores del índice Brix. El valor de laboratorio se midió usando un refractómetro.

Tabla 4. Cifras de mérito para la predicción de los valores del índice Brix.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,987
Error estándar de calibración	0,66
Error estándar de validación cruzada	0,87

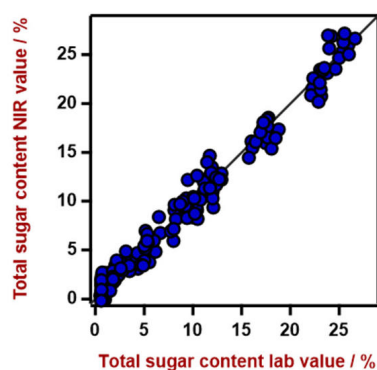


Figure 6. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de azúcar total. El valor de laboratorio del contenido de azúcar total se midió usando HPLC.

Tabla 5. Cifras de mérito para la predicción del contenido total de azúcar.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,981
Error estándar de calibración	1,09%
Error estándar de validación cruzada	1,30%

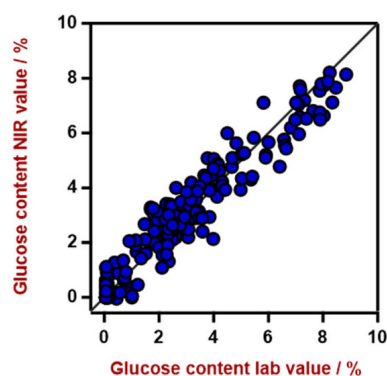


Figure 7. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de glucosa. El valor de laboratorio del contenido de glucosa se midió usando HPLC.

Tabla 6. Cifras de mérito para la predicción del contenido de glucosa.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,920
Error estándar de calibración	0,70%
Error estándar de validación cruzada	0,86%

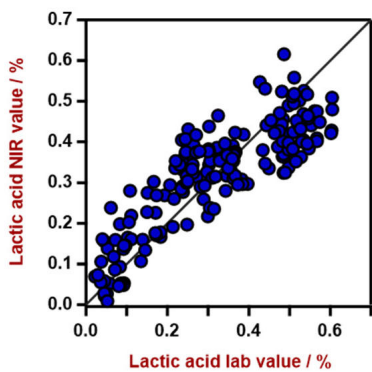


Figure 8. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de ácido láctico. El valor de laboratorio de ácido láctico se evaluó mediante HPLC.

Tabla 7. Cifras de mérito para la predicción del contenido de ácido láctico.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,722
Error estándar de calibración	0,09%
Error estándar de validación cruzada	0,10%

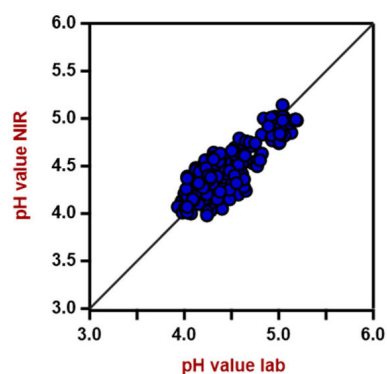


Figure 9. Diagrama de correlación para la predicción del valor de pH. El valor de laboratorio de pH se midió usando un medidor de pH.

Tabla 8. Cifras de mérito para la predicción del valor de pH.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,734
Error estándar de calibración	0,17
Error estándar de validación cruzada	0,19

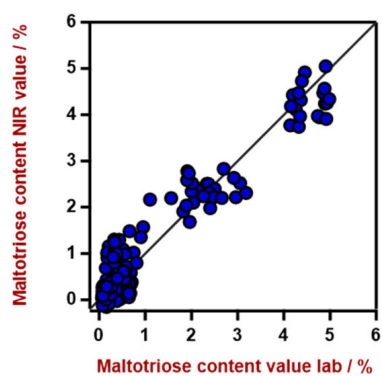


Figure 10. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de maltotriosa. El valor de laboratorio de maltotriosa se midió usando HPLC.

Tabla 9. Cifras de mérito para la predicción del contenido de maltotriosa.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,928
Error estándar de calibración	0,36%
Error estándar de validación cruzada	0,42%

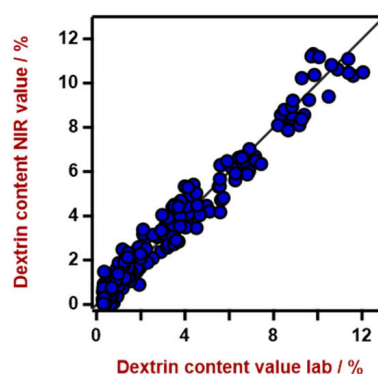


Figure 11. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de dextrina. El valor de laboratorio de dextrina se midió usando HPLC.

Tabla 10. Cifras de mérito para la predicción del contenido de dextrina.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,964
Error estándar de calibración	0,60%
Error estándar de validación cruzada	0,68%

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad de determinar múltiples parámetros clave del proceso de fermentación con espectroscopia NIR. La fermentación del maíz es un proceso bien establecido que normalmente dura entre 55 y 60 horas. Las muestras se extraen de los fermentadores cada pocas horas y se envían al laboratorio para su medición

analítica. Es necesario utilizar varios métodos analíticos para monitorear los parámetros de calidad clave para el proceso de fermentación. La espectroscopia Vis-NIR permite una alternativa rápida con alta precisión y, por lo tanto, representa un método único adecuado para monitorear el proceso de fermentación.

Tabla 11. Visión general del tiempo hasta el resultado para los diferentes parámetros

Parámetro	Método	tiempo de resultado
Etanol, azúcares	HPLC	30–45 minutos
Índice Brix	Refractómetro	3–5 minutos
pH	medidor de pH	3–5 minutos
Materias sólidas	Saldo LOD	10–15 minutos

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es



DS2500 Solid Analyzer

Sólida espectroscopía del infrarrojo cercano para control de calidad en laboratorio y entorno de producción.

El DS2500 Analyzer es la solución probada y flexible para los análisis rutinarios de sólidos, cremas y, opcionalmente, también líquidos a lo largo de toda la cadena de producción. Su diseño robusto hace que el DS2500 Analyzer sea resistente al polvo, la humedad, las vibraciones y los cambios de temperatura, lo que hace que sea especialmente adecuado para el uso en entornos de producción muy difíciles.

El DS2500 cubre toda la gama espectral de 400 a 2500 nm y proporciona en menos de un minuto resultados precisos y reproducibles. El DS2500 Analyzer cumple los requisitos de la industria farmacéutica y gracias a su manejo sencillo ayuda al usuario a realizar las tareas rutinarias diarias.

Gracias a los accesorios perfectamente adaptados al aparato se logran los mejores resultados posibles incluso con los tipos de muestra más difíciles, por ejemplo, la materia sólida de grano grueso como los gránulos o las muestras semilíquidas como las cremas. Al medir la materia sólida, se puede aumentar la productividad con el uso de la MultiSample Cup, que permite realizar medidas automatizadas en serie de hasta 9 muestras.



Recipiente de muestras DS2500, grande

Recipiente de muestras grande para el registro espectral de polvos y granulados en reflexión en diferentes puntos de muestra por medio del NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)