



Application Note AN-NIR-125

Determinazione dei parametri di qualità dell'olio d'oliva e adulterazione con spettroscopia NIR

La spettroscopia nel vicino infrarosso riduce i costi e gli sprechi chimici

La qualità dell'olio d'oliva dipende da molti fattori, come il tempo impiegato per la lavorazione delle olive dopo la raccolta, il processo di produzione stesso e la varietà delle olive. A causa del suo prezzo elevato, l'olio d'oliva vergine, in particolare, è uno degli oli vegetali più vulnerabili alle frodi alimentari. Molti parametri vengono utilizzati per determinare la qualità dell'olio, tra cui il numero di iodio, gli acidi grassi liberi (FFA), l'indice di rifrazione, la composizione degli acidi grassi e indicatori di invecchiamento come il numero di perossidi (PV), il

STRUMENTAZIONE

Una selezione di oli d'oliva di qualità variabile (137 campioni) è stata misurata con l'analizzatore liquido NIR OMNIS (Figura 1) in modalità di trasmissione (1000–2250 nm) utilizzando fiale monouso da 8 mm. La temperatura della fiala è stata impostata e monitorata a 40 °C tramite il sensore integrato per garantire prestazioni di misurazione costanti. Il software OMNIS è stato utilizzato per l'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello predittivo.

K232 e il tempo di induzione. Le tecniche di analisi tradizionali per l'analisi dell'olio d'oliva, come la titolazione o la gascromatografia (GC), richiedono spesso solventi pericolosi che possono comportare rischi per la salute e aumentare i costi di laboratorio. A differenza di questi metodi standard, l'analisi con spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) contribuisce ad aumentare la produttività e a ridurre i costi, fornendo risultati rapidi per il controllo della qualità dell'olio d'oliva.



Figura 1. L'analizzatore OMNIS NIR e un campione inserito in una fiala monouso.

RISULTATI

Gli spettri NIR ottenuti (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello predittivo per la quantificazione di tutti i parametri: valore di iodio, acidi grassi liberi (FFA), indice di rifrazione, K232, PV, tempo di induzione, acido palmitico (C16:0), acido stearico (C18:0), acido oleico (C18:1), acido linoleico (C18:2) e acido alfa-linolenico (C18:3). La qualità dei modelli predittivi è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione (**Figure 3–8**) che mostrano

un'elevata correlazione tra la previsione NIR e i metodi di riferimento standard per tutti i parametri. Dei 137 campioni misurati, il 25% è stato selezionato come set di validazione e il 75% come set di calibrazione. Le rispettive cifre di merito (FOM), mostrate per le figure seguenti e nella **Tabella 2**, mostrano la precisione attesa e confermano la fattibilità durante l'analisi di routine.

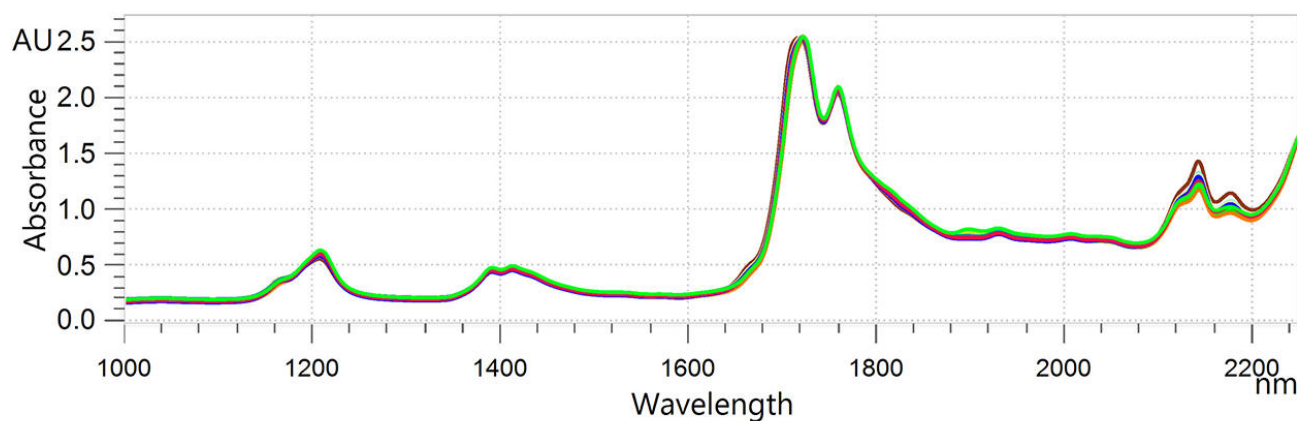


Figura 2. Spettri NIR di campioni di olio d'oliva analizzati su un analizzatore NIR Liquid OMNIS con fiale da 8 mm.

Valore di iodio risultante

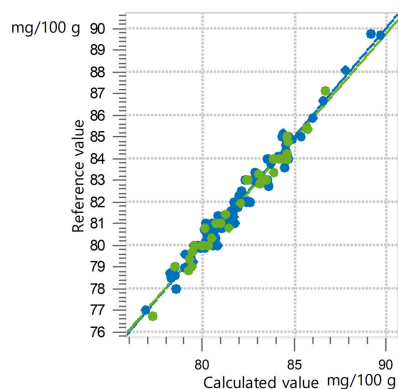


Figura 3. Diagramma di correlazione e relative FORM per la previsione del valore di iodio nell'olio d'oliva. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante gascromatografia.

Parametro	SEC (mg/100 g)	SECV (mg/100 g)	SEP (mg/100 g)	R ² CV
IV	0.38	0.40	0.38	0.974

Risultati K232

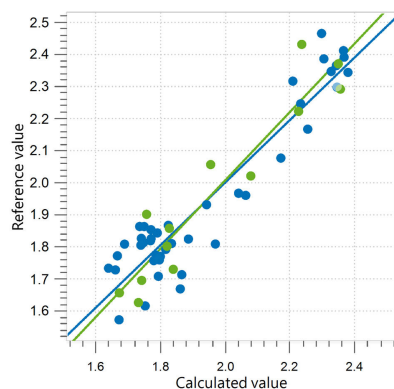


Figura 4. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione di K232 nell'olio d'oliva. L'analisi UV è stata utilizzata per ottenere i valori di laboratorio.

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

Risultato C16:0 contenuto di acidi grassi

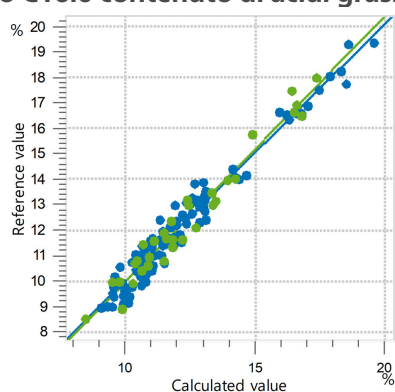


Figura 5. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di C16:0 nell'olio d'oliva. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante gascromatografia.

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

Risultato C18:1 contenuto di acidi grassi

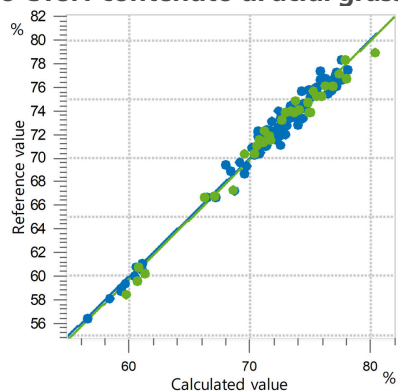


Figura 6. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di C18:1 nell'olio d'oliva. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante gascromatografia.

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

Risultato C18:2 contenuto di acidi grassi

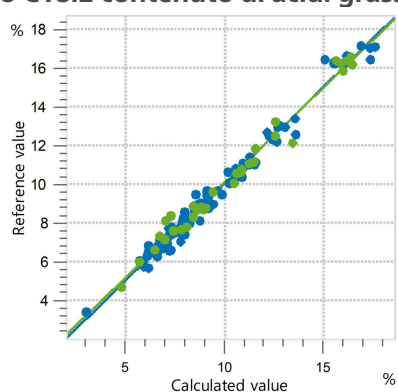


Figura 7. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di C18:2 nell'olio d'oliva. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante gascromatografia.

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

Tempo di induzione del risultato

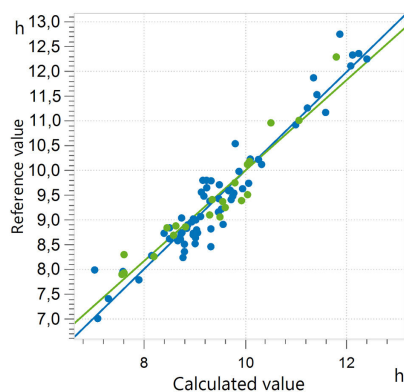


Figura 8. Diagramma di correlazione e relative FORM per la previsione del tempo di induzione dell'olio d'oliva. I valori di laboratorio sono stati valutati con un Rancimat.

Parametro	SEC (h)	SECV (h)	SEP (h)	R ² CV
Induction time	0.30	0.35	0.34	0.908

Tabella 2. Valori di merito per i parametri dell'acido stearico, dell'acido α -linolenico, degli acidi grassi liberi, del numero di perossidi e dell'indice di rifrazione in vari oli d'oliva.

Parametro	SEC	SECV	SEP	R2CV
Stearic acid (C18:0)	0.12%	0.22%	0.22%	0.778
α -linolenic acid (C18:3)	0.05%	0.05%	0.05%	0.633
FFA	0.03%	0.04%	0.04%	0.746
Peroxide value	0.72 meq/kg	0.83 meq/kg	1.01 meq/kg	0.719
Refractive index	0.00011	0.00012	0.00012	0.998

CONCLUSIONI

Questa nota applicativa illustra i vantaggi dell'analisi dell'olio d'oliva con spettroscopia nel vicino infrarosso. Rispetto ai metodi analitici convenzionali, che richiedono molto tempo, le misurazioni eseguite con la spettroscopia nel vicino infrarosso non richiedono alcuna preparazione del campione. Questo si traduce in una riduzione del carico di lavoro (Tabella 3) e dei

costi.

Oltre ai parametri illustrati in questa nota applicativa, con la spettroscopia nel vicino infrarosso è possibile determinare anche altri parametri qualitativi dell'olio d'oliva, come il contenuto di steroli o il contenuto di umidità.

Tabella 3. Panoramica del tempo necessario per ottenere i risultati per la misurazione del valore di iodio, del contenuto di FFA, dell'indice di rifrazione, del K232, del tempo di induzione e della composizione degli acidi grassi negli oli di oliva mediante metodi analitici standard.

Parametro	Metodo	Tempo al risultato
Iodine value	Gas chromatography	~30 minutes per sample
FFA content, Peroxide value	Titration	~15 minutes per sample
Refractive index	Refractometer	~5 minutes per sample
K232	UV absorption	~5 minutes per sample
Fatty acid composition	Gas chromatography	~30 minutes per sample
Induction time	Rancimat	~1–15 hours per sample

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Spettrometro nel vicino infrarosso per campioni liquidi.

OMNIS NIR Analyzer è la soluzione per spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) sviluppata e prodotta secondo gli standard di qualità svizzeri utilizzabile per l'analisi di routine lungo l'intera catena di produzione. L'uso delle più recenti tecnologie e l'integrazione nel moderno OMNIS Software si riflettono nella velocità, operatività e flessibilità d'uso di questo spettrometro NIR.

Panoramica dei vantaggi di OMNIS NIR Analyzer Liquid:

- Misurazioni di campioni liquidi in meno di 10 secondi
- Controllo della temperatura sul campione da 25 °C a 80 °C
- Rilevamento automatico dell'inserimento e del prelievo del contenitore portacampione
- Facile integrazione in un sistema di automazione o collegamento con altre tecnologie di analisi (titolazione)
- Supporto di numerosi contenitori portacampione con diverse lunghezze del cammino



Supporto OMNIS NIR, vial, 8 mm

Supporto per vial per OMNIS NIR Analyzer per vial monouso da 8 mm (6.7402.240).



OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Vial monouso, 8 mm, trasmissione, num. 100

100 vial monouso in vetro (borosilicato) con lunghezza del cammino ottico di 8 mm per l'analisi di liquidi in trasmissione. I vial monouso sono forniti con i relativi tappi di chiusura (numero di pezzi = 100).

Compatibile con:

- Supporto OMNIS NIR, vial, 8 mm (6.07401.070)
- DS2500 holder per vial usa e getta da 8 mm (6.7492.020)

Licenza OMNIS Stand-Alone

Consente l'utilizzo stand-alone del software OMNIS su un computer Windows™.

Caratteristiche:

- la licenza contiene già una licenza per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.

Licenza software Quant Development

Licenza software per la creazione e l'elaborazione di modelli di quantificazione in un'installazione Stand-Alone di OMNIS Software.