



Application Note AN-NIR-130

Analisi multiparametrica del luppolo mediante la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS)

Determinazione rapida di acidi alfa, acidi beta, contenuto di cohumulone, contenuto totale di olio, HSI e umidità

La qualità del luppolo e dei pellet di luppolo è fondamentale lungo l'intera filiera della birra. I metodi tradizionali utilizzati per il controllo qualità (ad esempio, titolazione e HPLC) sono estremamente accurati e ampiamente accettati. Sono inoltre dispendiosi in termini di tempo e manodopera e dipendono dall'impiego di reagenti chimici che non solo comportano costi di materiale costanti, ma richiedono anche una gestione attenta e uno smaltimento corretto. La spettroscopia nel vicino

infrarosso (NIRS) offre un'alternativa interessante quando non è necessaria un'altissima precisione. Consente l'analisi rapida di più parametri in un minuto senza l'utilizzo di sostanze chimiche. Questa Application Note descrive la configurazione di misurazione e i risultati dell'analisi di cohumulone, oli di luppolo e contenuto di umidità, dell'indice di conservazione del luppolo (HSI) e degli acidi del luppolo con NIRS.

STRUMENTI PER L'ANALISI

Oltre 500 campioni di luppolo fresco e pellet di luppolo macinato sono stati analizzati con OMNIS NIR Analyzer Solid (**Figura 1**). I campioni sono stati aggiunti a un contenitore per campioni OMNIS e analizzati in modalità di riflessione diffusa. Per includere la varietà del campione, il campione è stato ruotato durante la misurazione per raccogliere spettri da diverse posizioni. Gli spettri mediati automaticamente sono stati utilizzati per lo sviluppo del modello. L'acquisizione degli spettri, lo sviluppo del modello e la convalida sono stati eseguiti con il software OMNIS.

I valori di riferimento per gli acidi alfa sono stati ottenuti utilizzando vari metodi ufficiali, tra cui EBC 7.4, EBC 7.5 ed EBC 7.7. Il contenuto totale di oli e acidi beta è stato determinato utilizzando EBC 7.4, mentre EBC 7.7 è stato utilizzato per l'analisi del cohumulone. Il contenuto di umidità e l'indice di conservazione del luppolo (HSI) sono stati misurati rispettivamente utilizzando un analizzatore di umidità alogeno e un fotometro UV-VIS.



Figure 1. OMNIS NIR Analyzer Solid.

RISULTATO

Gli spettri NIR ottenuti (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli di previsione per i diversi parametri di riferimento. Un set di validazione esterno è stato utilizzato per verificare le prestazioni predittive dei modelli di previsione calcolati, se erano disponibili campioni sufficienti. In caso contrario, è stata condotta una validazione incrociata interna.

I diagrammi di correlazione che mostrano la relazione tra la previsione NIR e i valori di riferimento sono

mostrati nelle **Figure 3–12** insieme alle rispettive cifre di merito (FOM). Per il parametro acido alfa con dati di riferimento ottenuti secondo EBC 7.5, è stato creato un modello che copre l'intero intervallo (2,40–21,74%). Inoltre, è stato creato un modello solo per l'intervallo inferiore (2,43–4,26%) per evidenziare la possibilità di ridurre l'errore di previsione creando sottomodelli per intervalli di concentrazione più ristretti.

Risultato acido alfa (EBC 7,4) nel luppolo fresco

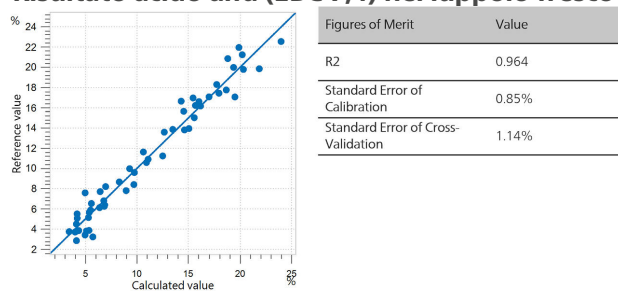


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi alfa nel luppolo secondo la norma EBC 7.4 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione.

Risultato acido alfa (EBC 7,5) nel luppolo fresco

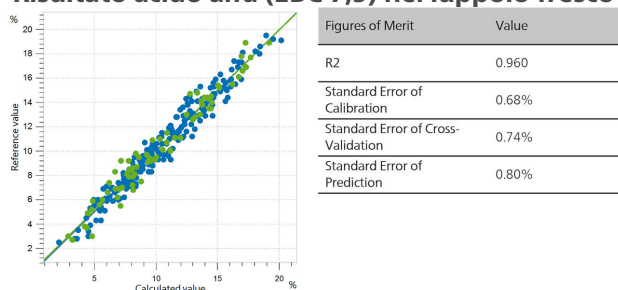


Figure 4. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi alfa nel luppolo fresco secondo la norma EBC 7.5 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione, i punti verdi rappresentano i campioni utilizzati per convalidare il modello.

Risultato acido alfa (EBC 7,7) nel luppolo fresco

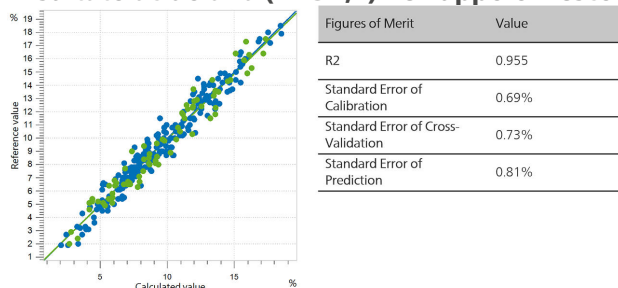


Figure 5. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi alfa nel luppolo fresco secondo la norma EBC 7.7 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione, i punti verdi rappresentano i campioni utilizzati per convalidare il modello.

Risultato cohumulone nel luppolo fresco

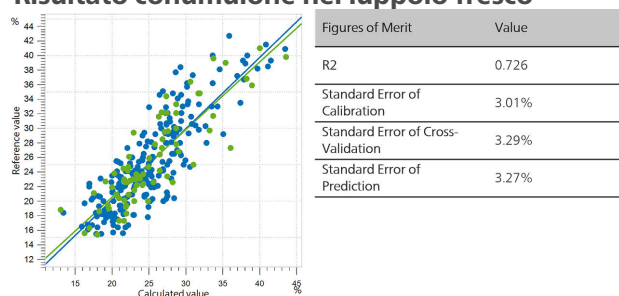


Figure 6. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di cohumulone nel luppolo fresco secondo la norma EBC 7.7 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione, i punti verdi rappresentano i campioni utilizzati per convalidare il modello.

Risultato acido alfa (EBC 7,5) nei pellet di luppolo macinati – intervallo di concentrazione completo

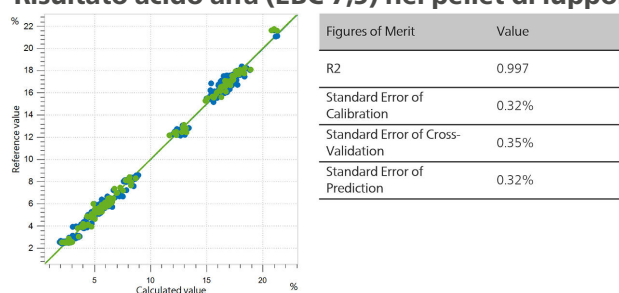


Figure 7. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi alfa nei pellet di luppolo macinato secondo la norma EBC 7.5 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid sull'intero intervallo di concentrazione (2,40-21,74%). I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione, i punti verdi rappresentano i campioni utilizzati per convalidare il modello.

Risultato acido alfa (EBC 7,5) nei pellet di luppolo macinati – intervallo di concentrazione inferiore

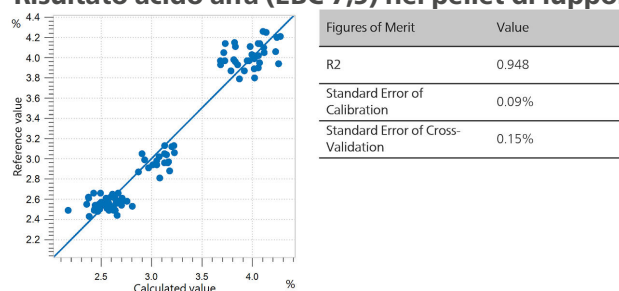


Figure 8. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi alfa nei pellet di luppolo macinato secondo la norma EBC 7.5 utilizzando OMNIS NIR Analyzer su un intervallo di concentrazione inferiore (2,43-4,26%). I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione.

Risultato acido beta nei pellet di luppolo macinati

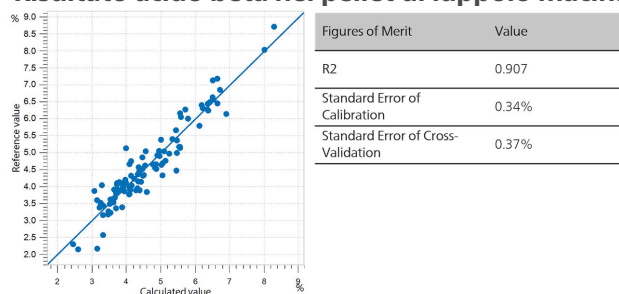


Figure 9. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto di acidi beta nei pellet di luppolo macinato secondo la norma EBC 7.4 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione.

Risultato del contenuto totale di olio nei pellet di luppolo macinati

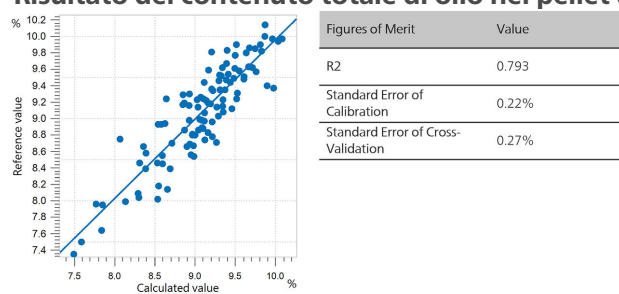


Figure 10. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione del contenuto totale di olio nei pellet di luppolo macinato secondo la norma EBC 7.4 utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione.

Risultato HSI nei pellet di luppolo macinati

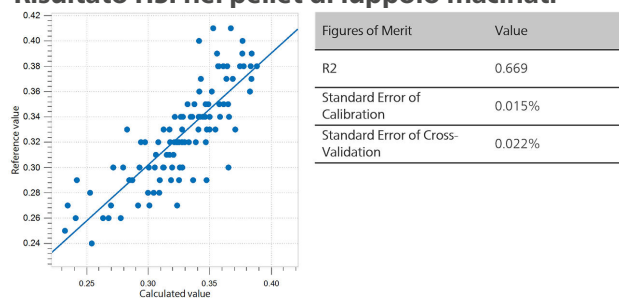


Figure 11. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione dell'indice di conservazione del luppolo in pellet di luppolo macinato utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione. I valori di riferimento sono stati ottenuti con un fotometro UV-VIS.

Umidità risultante nei pellet di luppolo macinati

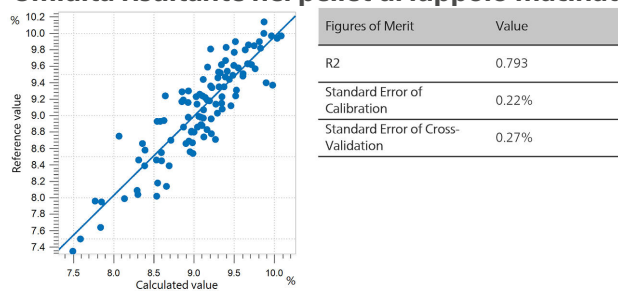


Figure 12. Diagramma di correlazione e rispettivi FOM per la previsione dell'umidità nei pellet di luppolo macinati utilizzando OMNIS NIR Analyzer Solid. I punti blu rappresentano i campioni di calibrazione. I valori di riferimento sono stati ottenuti con un analizzatore di umidità alogeno.

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità dell'utilizzo della spettroscopia NIR per l'analisi del luppolo appena raccolto e dei pellet di luppolo macinati per determinare il contenuto di cohumulone, umidità e olio totale, HSI e acidi alfa e beta.

Utilizzando gli acidi alfa come esempio, è stata evidenziata la differenza tra un modello di previsione che copre l'intero intervallo di concentrazione e un modello specifico per un intervallo più ristretto. Quest'ultimo ha ridotto l'errore di previsione di un fattore due. Gli utenti possono applicare questo approccio per massimizzare la precisione. Nel software OMNIS, entrambi i modelli possono essere combinati per eseguire automaticamente la seguente

sequenza. Innanzitutto, la concentrazione di acidi alfa viene stimata utilizzando il modello ad ampio intervallo; quindi, viene effettuata una previsione più precisa utilizzando il modello a intervallo ristretto.

Poiché le misurazioni NIRS sono rapide e non richiedono sostanze chimiche, il metodo offre notevoli risparmi di tempo e costi, come mostrato nella **Tabella 1**.

Inoltre, la semplicità dell'analisi e la disponibilità di uno strumento precalibrato, utilizzando la **precalibrazione, luppolo, solido (6.06008.022)**, rendono semplice sia l'implementazione che l'applicazione della spettroscopia NIR con OMNIS NIRS.

Tabella 1. Panoramica dei tempi e dei costi per l'analisi di diversi parametri nel luppolo mediante metodi tradizionali e spettroscopia NIR.

Parametro	Metodo	Tempo stimato (con preparazione del campione)	Costi stimati (prodotti chimici, materiali di consumo)
Acidi alfa	Titolazione	50 min	\$5
Acidi Beta	HPLC	25 min	\$10
Cohumulone	HPLC	(part of beta acid analysis)	(part of beta acid analysis)
Contenuto totale di olio	Distillazione a vapore	190 min	\$5
HSI	UV-VIS	45 min	\$5
Umidità	Essiccatore alogeno	7 min	\$0
Tutti i parametri	Spettroscopia NIR	2 min	\$0

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS NIR Analyzer Solid

Spettrometro nel vicino infrarosso per campioni solidi e viscosi.

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 Solid:

- Misurazioni di materie solide e campioni viscosi in meno di 10 secondi
- Misurazioni automatiche su più posizioni per risultati riproducibili anche in caso di campioni non omogenei
- Facile integrazione in un sistema di automazione o collegamento con altre tecnologie di analisi (titolazione)
- Supporto di numerosi contenitori portacampione



Supporto piccolo OMNIS NIR, 60 mm

Supporto piccolo per contenitore portacampione piccolo OMNIS NIR, 60 mm (6.07402.210).

Permette il posizionamento chiaro del contenitore portacampione e la rotazione dello stesso.



Tazza piccola OMNIS NIR, 60 mm

Contenitore portacampione piccolo per la rilevazione degli spettri di polveri e granulati in riflessione in punti diversi del campione.

Compatibile con:

- Supporto piccolo OMNIS NIR, 60 mm (6.07402.200)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

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.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licenza software Quant Development

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



Precalibrazione, luppolo, solidi

Precalibrazione OMNIS per la determinazione di umidità, dell'Hop Storage Index HSI e del contenuto in acidi alfa e beta nel luppolo tramite spettroscopia NIR.