

Application Note AN-NIR-125

Determinación de parámetros de calidad y adulteración del aceite de oliva mediante espectroscopia NIR

La espectroscopia de infrarrojo cercano reduce los costes y el desperdicio químico

La calidad del aceite de oliva depende de muchos factores, como el tiempo dedicado al procesamiento de las aceitunas después de la cosecha, el proceso de producción en sí y la variedad de aceituna. Debido a su elevado precio, el aceite de oliva virgen en particular es uno de los aceites vegetales más vulnerables al fraude alimentario. Se utilizan muchos parámetros para determinar la calidad del aceite, incluido el valor de yodo, los ácidos grasos libres (FFA), el índice de refracción, la composición de ácidos grasos e indicadores de envejecimiento como el valor de peróxido (PV), K232 y el tiempo de inducción. Las técnicas de análisis tradicionales para probar el aceite de oliva, como la titulación o la cromatografía de gases (GC), a menudo requieren disolventes peligrosos que pueden suponer riesgos para la salud y aumentar los costos de laboratorio. A diferencia de estos métodos estándar, el análisis con espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) ayuda a aumentar la productividad y reducir los costes, proporcionando resultados rápidos para el control de calidad del aceite de oliva.

EQUIPO

Una selección de aceites de oliva de diferente calidad. (137 muestras) se midieron en el analizador de líquidos OMNIS NIR (Figura 1) en modo de transmisión (1000–2250 nm) utilizando viales desechables de 8 mm. La temperatura del vial se ajustó y controló a 40 °C con el sensor de vial incorporado para garantizar un rendimiento de medición constante. Se utilizó el software OMNIS para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.



Figure 1. El analizador OMNIS NIR y una muestra llena en un vial desechable.

RESULTADOS

Los espectros NIR obtenidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de todos los parámetros: valor de yodo, FFA, índice de refracción, K232, PV, tiempo de inducción, ácido palmítico (C16:0), ácido esteárico (C18:0), ácido oleico (C18:1), ácido linoleico (C18:2) y ácido alfa-linolénico (C18:3). La calidad de los modelos de predicción se evaluó utilizando diagramas de correlación (Figuras 3–8) que muestran una alta correlación entre la predicción NIR y los métodos de referencia estándar para todos los parámetros. De las 137 muestras medidas, el 25% fueron seleccionadas como conjunto de validación y el 75% como conjunto de calibración. Las respectivas figuras de mérito (FOM), que se muestran para las siguientes figuras y en Tabla 1, muestra la precisión esperada y confirma la viabilidad durante el análisis de rutina.

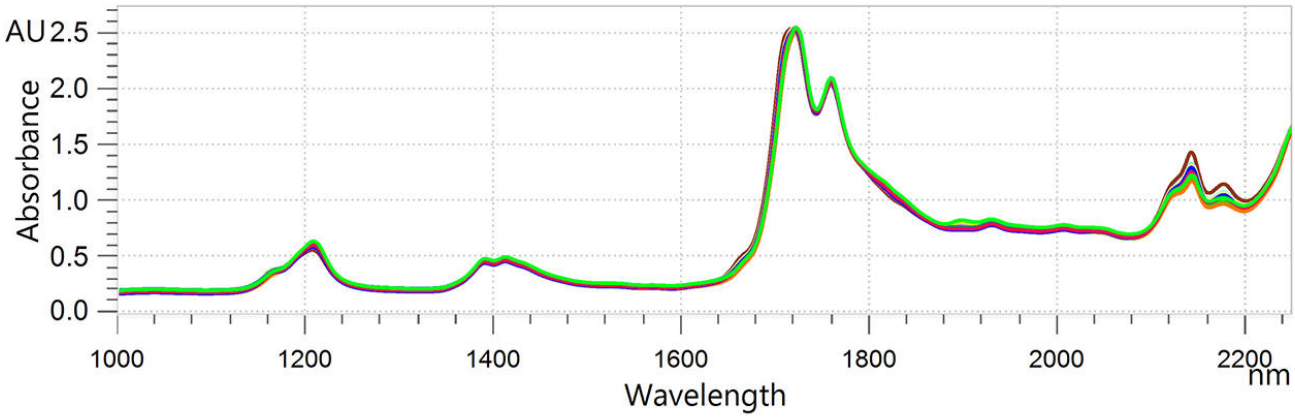


Figure 2. Espectros NIR de muestras de aceite de oliva analizadas en un analizador OMNIS NIR Liquid con viales de 8 mm.

Resultado del valor de yodo

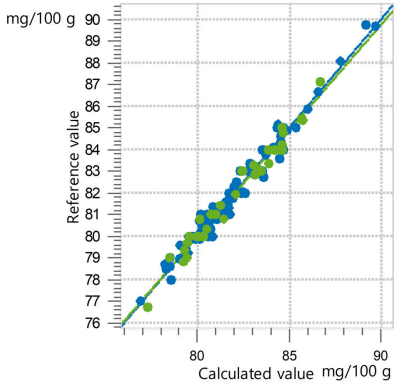


Figure 3. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción del valor de yodo en aceite de oliva. Los valores de laboratorio se evaluaron mediante GC.

Parámetro	SEC (mg/100 g)	SECV (mg/100 g)	SEP (mg/100 g)	R^2CV
IV	0,38	0,40	0,38	0,974

Resultado K232

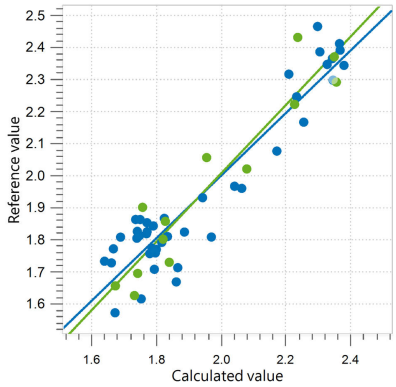


Figure 4. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción de K232 en aceite de oliva. Se utilizó el análisis UV para obtener los valores de laboratorio.

Parámetro	SEC	SECV	SEP	R^2CV
K232	0,067	0,086	0,090	0,864

Resultado C16:0 contenido de ácidos grasos

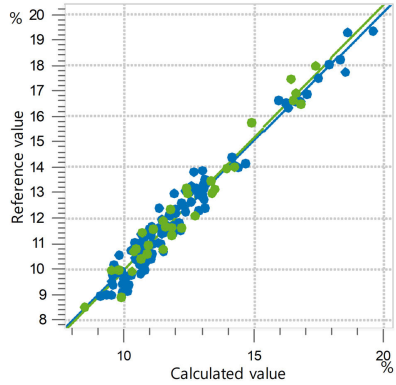


Figure 5. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción del contenido de C16:0 en aceite de oliva. Los valores de laboratorio se evaluaron mediante GC.

Parámetro	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R^2CV
C16:0	0,32	0,38	0,48	0,962

Resultado C18:1 contenido de ácidos grasos

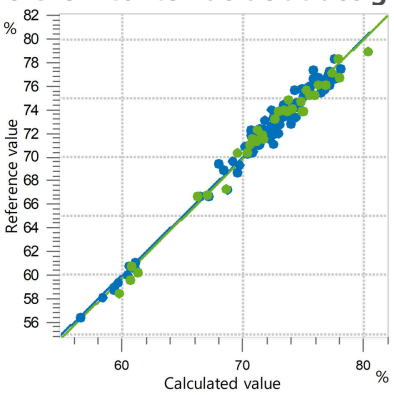


Figure 6. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción del contenido de C18:1 en aceite de oliva. Los valores de laboratorio se evaluaron mediante GC.

Parámetro	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R^2CV
C18:1	0,63	0,69	0,75	0,980

Resultado del contenido de ácidos grasos C18:2

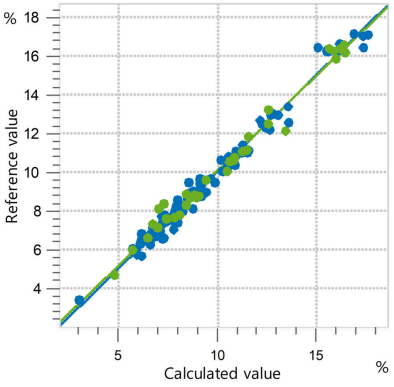


Figure 7. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción del contenido de C18:2 en aceite de oliva. Los valores de laboratorio se evaluaron mediante GC.

Parámetro	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R^2CV
C18:2	0,32	0,38	0,43	0,985

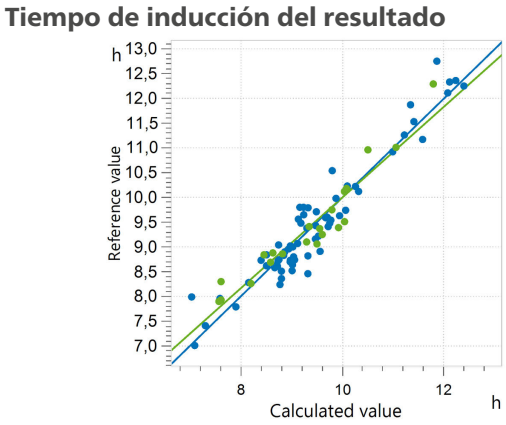


Figure 8. Diagrama de correlación y los respectivos FOM para la predicción del tiempo de inducción del aceite de oliva. Los valores de laboratorio se evaluaron con un Rancimat.

Parámetro	SEC (h)	SECV (h)	SEP (h)	R^2CV
Tiempo de inducción	0,30	0,35	0,34	0,908

Tabla 1. Cifras de mérito para los parámetros de ácido esteárico, ácido α-linolénico, FFA, valor de peróxido e índice de refracción en varios aceites de oliva.

Parámetro	SEC	SECV	SEP	R2CV
Ácido esteárico (C18:0)	0,12%	0,22%	0,22%	0,778
ácido α-linolénico (C18:3)	0,05%	0,05%	0,05%	0,633
FFA	0,03%	0,04%	0,04%	0,746
Valor de peróxido	0,72 meq/kg	0,83 meq/kg	1,01 meq/kg	0,719
Índice de refracción	0,00011	0,00012	0,00012	0,998

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación muestra los atributos positivos del análisis del aceite de oliva con espectroscopia de infrarrojo cercano. En comparación con los métodos analíticos convencionales que requieren mucho tiempo, las mediciones realizadas con NIRS no necesitan ninguna preparación de muestra. En última instancia, esto conduce a una reducción de la carga de trabajo (Tabla 2) y reducción de costes.

Además de los parámetros que se muestran en esta nota de aplicación, también se pueden determinar con NIRS parámetros adicionales de calidad del aceite de oliva, como el contenido de esteroles o el contenido de humedad.

Tabla 2. Resumen del tiempo para obtener resultados para la medición del valor de yodo, contenido de FFA, índice de refracción, K232, tiempo de inducción y composición de ácidos grasos en aceites de oliva mediante métodos analíticos estándar.

Parámetro	Método	Es hora de obtener resultados
Valor de yodo	Cromatografía de gases	~30 minutos por muestra
Contenido de FFA, valor de peróxido	Valoración	~15 minutos por muestra
Índice de refracción	Refractómetro	~5 minutos por muestra
K232	Absorción UV	~5 minutos por muestra
Composición de ácidos grasos	Cromatografía de gases	~30 minutos por muestra
Tiempo de inducción	Rancimat	~1–15 horas por muestra

CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México

info@metrohm.mx



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Espectrómetro del infrarrojo cercano para el análisis de muestras líquidas.

Desarrollado y producido de conformidad con las normas de calidad suizas, el OMNIS NIR Analyzer es la solución de espectroscopía del infrarrojo cercano (NIRS) para efectuar análisis de rutina en toda la cadena de producción. La aplicación de las tecnologías más avanzadas y la integración en el moderno OMNIS Software se reflejan en la velocidad, la manejabilidad y el uso flexible de este espectrómetro NIR.

Visión conjunta de las ventajas del OMNIS NIR Analyzer Liquid:

- Medidas de muestras líquidas en menos de 10 segundos
- Regulación de temperatura de la muestra en el rango de 25–80 °C
- Detección automática de la inserción y la retirada del recipiente de muestras
- Sencilla integración en un sistema de automatización o vinculación con tecnologías de análisis adicionales (titulación)
- Permite usar numerosos recipientes de muestras con distintas longitudes de recorrido



Soporte OMNIS NIR, vial, 8 mm

Soporte de viales para el OMNIS NIR Analyzer para viales desechables de 8 mm (6.7402.240).



Vial desechable, 8 mm, para transmisión, 100 unidades

100 viales desechables de vidrio (borosilicato) con una longitud de recorrido óptico de 8 mm para el análisis de líquidos en transmisión. Los viales desechables se suministran con los correspondientes tapones de cierre (100 unidades).

Compatibles con:

- Soporte OMNIS NIR para vial de 8 mm (6.07401.070)
- Soporte DS2500 para viales desechables de 8 mm (6.7492.020)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS

Habilita el modo "Stand-Alone" del software OMNIS en un ordenador con WindowsTM.

Características:

- Se incluye una licencia de los aparatos OMNIS.
- Debe activarse en el portal de licencias de Metrohm.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia de software de Quant Development

Licencia de software para la creación y edición de modelos de cuantificación en una instalación de OMNIS Software "Stand-Alone".