



Application Note AN-NIR-125

Détermination des paramètres de qualité de l'huile d'olive et de l'adultération par spectroscopie NIR

La spectroscopie dans le proche infrarouge réduit les couts et les déchets chimiques

La qualité de l'huile d'olive dépend de nombreux facteurs, tels que le temps passé à traiter les olives après la récolte, le processus de production lui-même et la variété des olives. En raison de son prix élevé, l'huile d'olive vierge en particulier est l'une des huiles végétales les plus vulnérables à la fraude alimentaire. De nombreux paramètres sont utilisés pour déterminer la qualité de l'huile, notamment l'indice d'iode, les acides gras libres (AGL), l'indice de réfraction, la composition en acides gras et les indicateurs de vieillissement tels que l'indice de

peroxyde (IP), le K232 et le temps d'induction. Les techniques traditionnelles d'analyse de l'huile d'olive, telles que le titrage ou la chromatographie en phase gazeuse (CPG), nécessitent souvent des solvants dangereux qui peuvent présenter des risques pour la santé et augmenter les coûts de laboratoire. Contrairement à ces méthodes standard, l'analyse par spectroscopie dans le proche infrarouge (NIRS) permet d'augmenter la productivité et de réduire les coûts, en fournissant des résultats rapides pour le contrôle de la qualité de l'huile d'olive.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Une sélection d'huiles d'olive de qualité variable (137 échantillons) a été mesurée sur l'OMNIS NIR Analyzer Liquid (figure 1) en mode transmission (1000-2250 nm) à l'aide de flacons jetables de 8 mm. La température des flacons a été réglée et contrôlée à 40 °C à l'aide du capteur de flacon intégré afin de garantir des performances de mesure constantes. Le logiciel OMNIS a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.



Figure 1. L'analyseur NIR OMNIS et un échantillon rempli dans un flacon jetable.

Les spectres NIR obtenus (figure 2) ont été utilisés pour créer un modèle de prédiction pour la quantification de tous les paramètres : indice d'iode, AGL, indice de réfraction, K232, PV, temps d'induction, acide palmitique (C16:0), acide stéarique (C18:0), acide oléique (C18:1), acide linoléique (C18:2) et acide alpha-linolénique (C18:3). La qualité des modèles de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de corrélation (figures 3-8) qui montrent

une forte corrélation entre la prédiction NIR et les méthodes de référence standard pour tous les paramètres. Sur les 137 échantillons mesurés, 25 % ont été sélectionnés comme ensemble de validation et 75 % comme ensemble d'étalonnage. Les figures de mérite (FOM) respectives, présentées dans les figures suivantes et dans le **tableau 2**, montrent la précision attendue et confirment la faisabilité de l'analyse de routine.

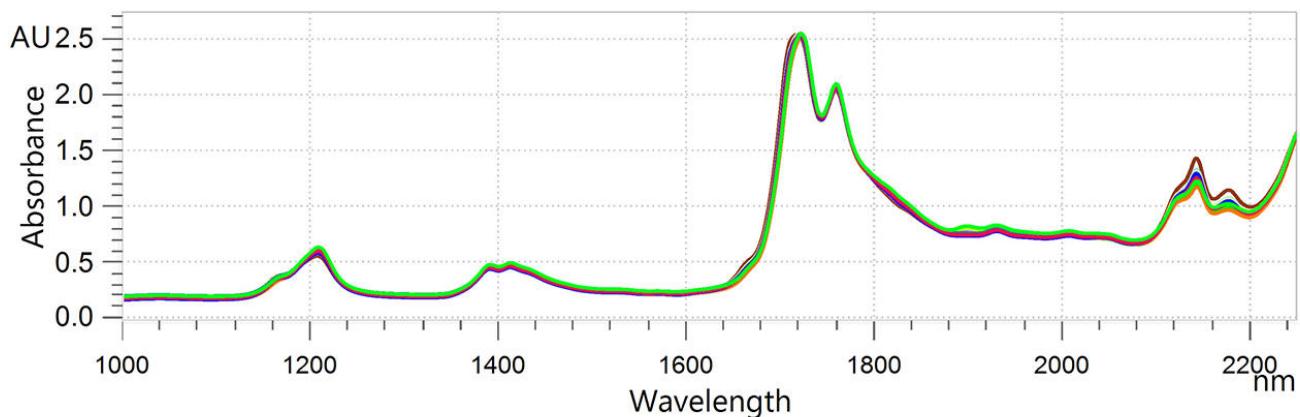


Figure 2. Spectres NIR d'échantillons d'huile d'olive analysés sur un analyseur NIR OMNIS Liquid avec des flacons de 8 mm.

Résultat Indice d'iode

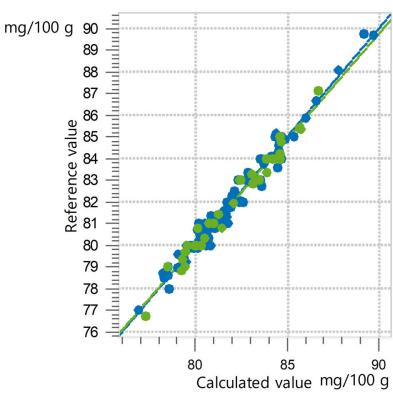


Figure 3. Diagramme de corrélation et FOM respectifs pour la prédiction de l'indice d'iode

| Paramètres | SEC (mg/100 g) | SECV (mg/100 g) | SEP (mg/100 g) | R^2CV |
|------------|----------------|-----------------|----------------|---------|
| IV | 0.38 | 0.40 | 0.38 | 0.974 |

RÉSULTATS

Résultat K232

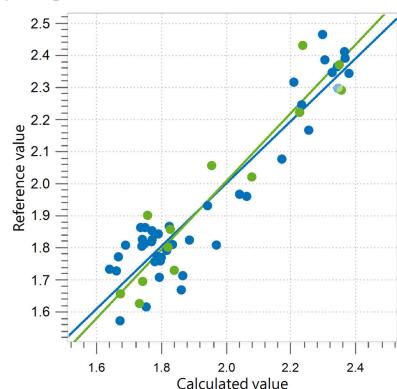


Figure 4. Diagramme de corrélation et FOM respectifs pour la prédiction de K232

| Paramètres | SEC | SECV | SEP | R^2CV |
|------------|-------|-------|-------|---------|
| K232 | 0.067 | 0.086 | 0.090 | 0.864 |

RÉSULTATS

Résultat Teneur en acides gras C16:0

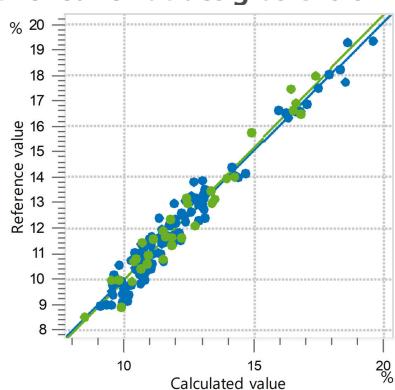


Figure 5. Diagramme de corrélation et FOM respectifs pour la prédiction de la teneur en C16:0

| Paramètres | SEC (%) | SECV (%) | SEP (%) | R^2CV |
|------------|---------|----------|---------|---------|
| C16:0 | 0.32 | 0.38 | 0.48 | 0.962 |

RÉSULTATS

Résultat Teneur en acides gras C18:1

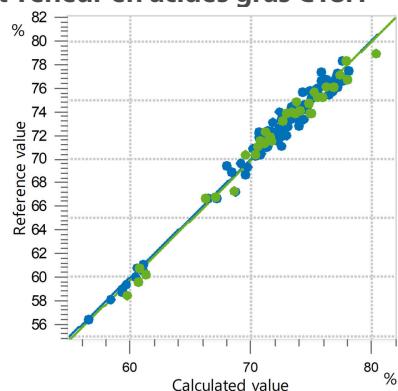


Figure 6. Diagramme de corrélation et les FOM respectifs pour la prédiction de la teneur en C18:1 dans l'huile d'olive

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

Résultat Teneur en acides gras C18:2

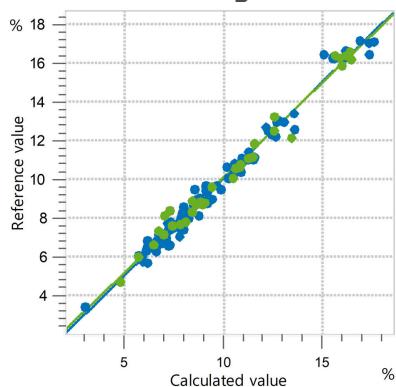


Figure 7. Diagramme de corrélation et les FOM respectifs pour la prédiction de la teneur en C18:2 dans l'huile d'olive

| Paramètres | SEC (%) | SECV (%) | SEP (%) | R ² CV |
|------------|---------|----------|---------|-------------------|
| C18:2 | 0.32 | 0.38 | 0.43 | 0.985 |

Résultat Temps d'induction

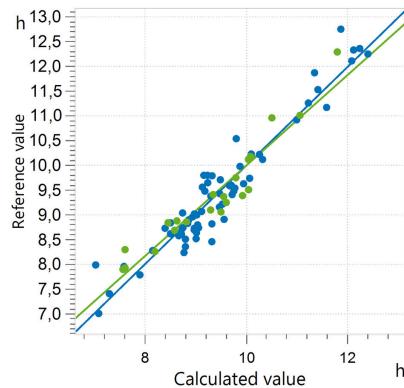


Figure 8. Diagramme de corrélation et FOM respectifs pour la prédiction du temps d'induction de l'huile d'olive

| Paramètres | SEC (h) | SECV (h) | SEP (h) | R ² CV |
|----------------------|---------|----------|---------|-------------------|
| Durée de l'induction | 0.30 | 0.35 | 0.34 | 0.908 |

Tableau 2. Figures de mérite pour les paramètres de l'acide stéarique, de l'acide α -linolénique, des AGF, de l'indice de peroxyde et de l'indice de réfraction dans diverses huiles d'olive.

| Paramètres | SEC | SECV | SEP | R2CV |
|-------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------|
| Acide stéarique (C18:0) | 0.12% | 0.22% | 0.22% | 0.778 |
| Acide α -linolénique (C18:3) | | 0.05% | 0.05% | 0.633 |
| FFA | 0.03% | 0.04% | 0.04% | 0.746 |
| Indice de peroxyde | 0.72 meq/kg | 0.83 meq/kg | 1.01 meq/kg | 0.719 |
| Indice de réfraction | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.998 |

CONCLUSION

Cette note d'application présente les avantages de l'analyse de l'huile d'olive par spectroscopie dans le proche infrarouge. Par rapport aux méthodes d'analyse conventionnelles qui prennent beaucoup de temps, les mesures effectuées avec la NIRS ne nécessitent aucune préparation de l'échantillon. Cela permet en fin de compte de réduire la charge de

travail (**tableau 3**) et les couts.

Outre les paramètres présentés dans cette note d'application, d'autres paramètres de qualité de l'huile d'olive, tels que la teneur en stérols ou la teneur en eau, peuvent également être déterminés à l'aide de la NIRS.

Tableau 3. Aperçu du temps nécessaire pour obtenir des résultats concernant la mesure de l'indice d'iode, de la teneur en AGS, de l'indice de réfraction, du K232, du temps d'induction et de la composition en acides gras des huiles d'olive au moyen de méthodes analytiques normalisées.

| Paramètres | Méthode | Délai d'obtention des résultats |
|-----------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| Indice d'iode | Chromatographie en phase gazeuse | ~30 minutes par échantillon |
| Teneur en FFA, indice de peroxyde | Titration | ~15 minutes par échantillon |
| Indice de réfraction | Réfractomètre | ~5 minutes par échantillon |
| K232 | Absorption des UV | ~5 minutes par échantillon |
| Composition en acides gras | Chromatographie en phase gazeuse | ~30 minutes par échantillon |
| Durée de l'induction | Rancimat | ~1-15 heures par échantillon |

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Spectromètre proche infrarouge pour échantillons liquides.

L'OMNIS NIR Analyzer est la solution de spectroscopie proche infrarouge (NIRS) développée et produite selon les normes de qualité suisses pour les analyses de routine tout au long de la chaîne de fabrication. L'utilisation des technologies les plus récentes et l'intégration dans le logiciel OMNIS moderne se reflètent dans la vitesse, la facilité d'utilisation et la flexibilité d'utilisation de ces spectromètres NIR.

Vue d'ensemble des avantages de l'OMNIS NIR Analyzer Liquid :

- Mesures d'échantillons liquides en moins de 10 secondes
- Contrôle de la température sur l'échantillon de 25 °C à 80 °C
- Détection automatique de l'insertion et du retrait d'échantillons du récipient d'échantillon
- Intégration simple dans un système d'automatisation ou liaison avec d'autres technologies d'analyse (titrage)
- Prise en charge de nombreux récipients d'échantillon de différentes longueurs de chemin

Support OMNIS NIR, flacon, 8 mm

Support de flacon pour l'OMNIS NIR Analyzer pour flacons à usage unique de 8 mm (6.7402.240).





OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Flacon à usage unique, 8 mm, transmission, Qté 100
100 flacons en verre (borosilicate) à usage unique avec une longueur de chemin de 8 mm pour des analyses de liquides lors d'une transmission. Les flacons à usage unique sont fournis avec les bouchons de fermeture correspondants (quantité = 100).

Compatible avec :

- Support OMNIS NIR, flacon, 8 mm (**6.07401.070**)
- Support DS2500 pour flacons à usage unique 8 mm (**6.7492.020**)

Licence OMNIS autonome

Elle permet l'exploitation autonome du logiciel OMNIS sur un ordinateur WindowsTM.

Caractéristiques :

- La licence comprend déjà une licence pour appareils OMNIS.
- Elle doit être activée via le portail d'octroi de licences Metrohm.
- Elle ne peut pas être transférée sur un autre ordinateur.

Licence logicielle Quant Development

Licence logicielle pour la création et l'édition de modèles de quantification dans une installation du logiciel OMNIS Stand-Alone.