



Application Note AN-NIR-108

Misurazione del grado Brix e dei singoli zuccheri nei succhi di frutta con spettroscopia NIR

Determinazione multiparametrica rapida degli zuccheri con NIRS

I succhi di frutta vengono prodotti e consumati per il loro carattere rinfrescante, i benefici nutrizionali e per una rapida carica di energia. La determinazione dei diversi componenti zuccherini in queste bevande dolci è di fondamentale importanza in questo settore. In particolare, fruttosio, glucosio e saccarosio vengono controllati e monitorati. L'analisi del contenuto di zucchero nei succhi di frutta prevede solitamente l'uso di misure polarimetriche e dell'indice di rifrazione, nonché della cromatografia liquida ad alte prestazioni

(HPLC). Queste misurazioni richiedono molto tempo e diverse tipologie di apparecchiature di laboratorio. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) è una tecnica analitica priva di sostanze chimiche in grado di misurare simultaneamente glucosio, fruttosio, glucosio e Brix nei succhi in pochi secondi. La preparazione del campione non è necessaria quando si utilizza NIRS e l'automazione con OMNIS Sample Robot semplifica ulteriormente l'analisi.

STRUMENTI PER L'ANALISI

Sono stati preparati 15 campioni, tra cui soluzioni acquose di glucosio (1–8 g/100 mL), fruttosio (1–8 g/100 mL) e saccarosio (1–8 g/100 mL), per creare modelli predittivi per la quantificazione. Tutti i campioni sono stati misurati in modalità di trasmissione su OMNIS NIR Analyzer Liquid (1000–2250 nm) con una cella a flusso con cuvetta da 2 mm e un supporto per celle a flusso continuo (**Figura 1**). Per il trasferimento del liquido, è stata utilizzata la pompa peristaltica integrata a OMNIS Sample Robot S Pick&Place.



Figura 1. OMNIS NIR Analyzer Liquid e OMNIS Sample Robot S Pick&Placeon sistema di pipettaggio.

STRUMENTI PER L'ANALISI

Con questa configurazione sono stati misurati campioni di sei diversi succhi di frutta (vari succhi d'arancia, succo d'ananas, succo multfrutta e succo di mela). La concentrazione di zucchero, glucosio (%), fruttosio (%), saccarosio (%) e Brix (°Brix) sono stati previsti utilizzando i modelli di previsione sopra menzionati. La cromatografia ionica (IC) è stata

utilizzata come metodo di riferimento primario per misurare la concentrazione di diversi zuccheri nei campioni di succo (secondo AN-P-072) e un rifrattometro digitale è stato utilizzato per misurare il Brix. Il software OMNIS è stato utilizzato per l'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione.

RISULTATO

Gli spettri NIR ottenuti (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello predittivo per la quantificazione di glucosio, fruttosio, saccarosio e Brix. La qualità dei modelli predittivi è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione che mostrano

un'elevata correlazione tra la previsione NIR e i valori di riferimento. Le rispettive cifre di merito (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine (**Figure 3–6**).

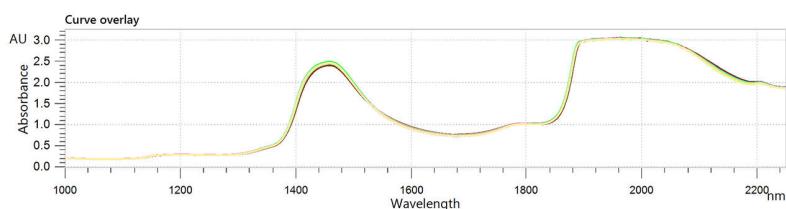


Figura 2. Spettri NIR di una miscela di glucosio, fruttosio e saccarosio in acqua analizzata su OMNIS NIR Analyzer Liquid.

CONTENUTO DI FRUTTOSIO RISULTANTE

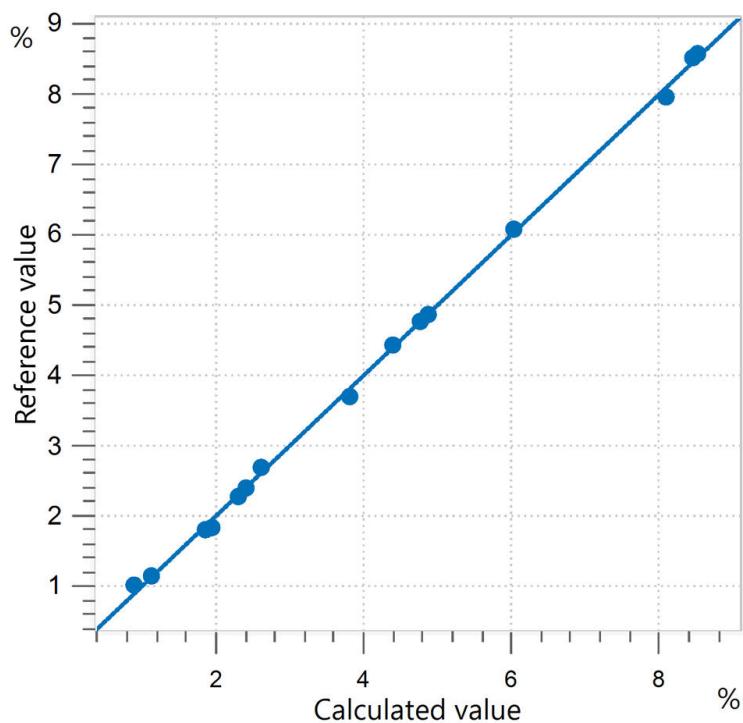


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione del contenuto di fruttosio in una miscela di zuccheri in acqua utilizzando OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.06	0.07

RISULTATO CONTENUTO DI GLUCOSIO

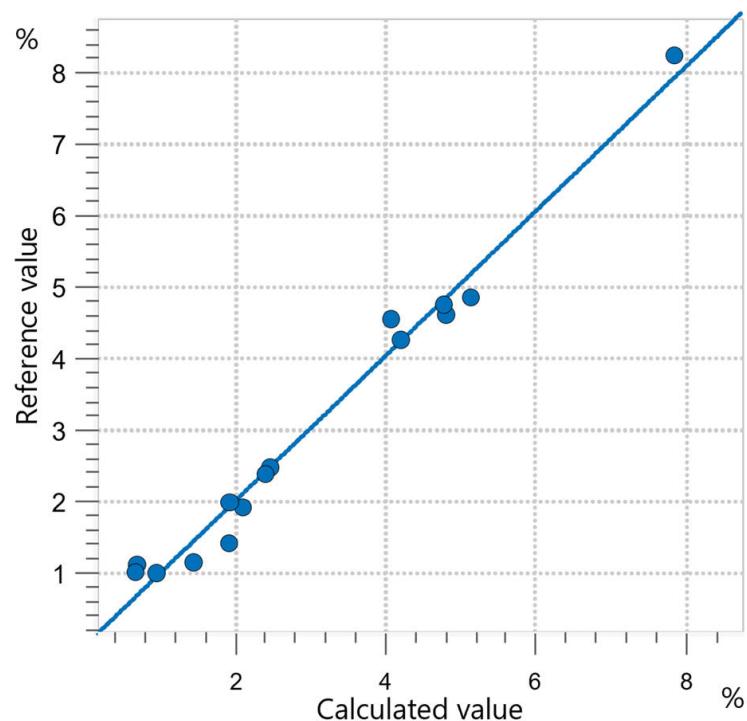


Figure 4. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione del contenuto di glucosio in una miscela di zuccheri in acqua utilizzando OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.981	0.21	0.28

RISULTATO CONTENUTO DI SACCAROSIO

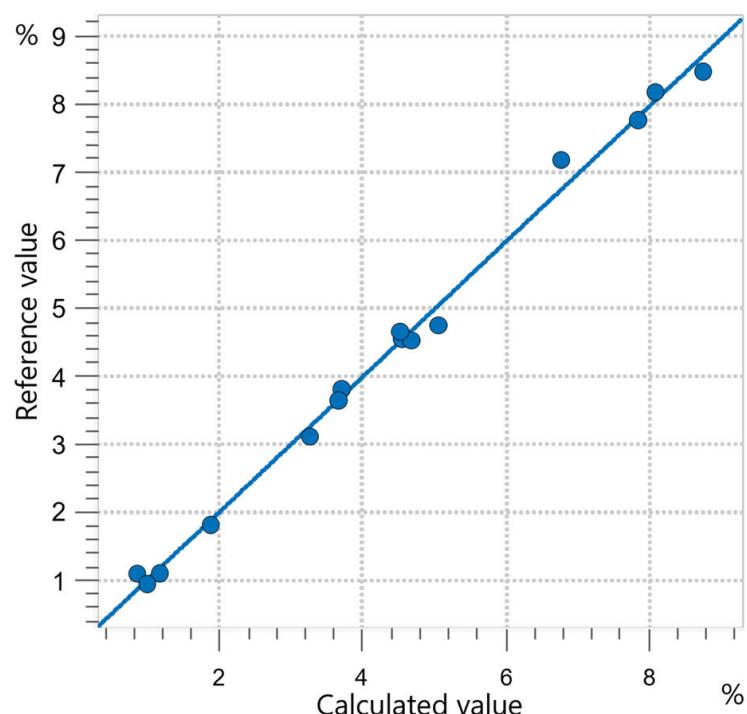


Figure 5. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione del contenuto di saccarosio in una miscela di zuccheri in acqua utilizzando OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.995	0.14	0.18

RISULTATO BRIX

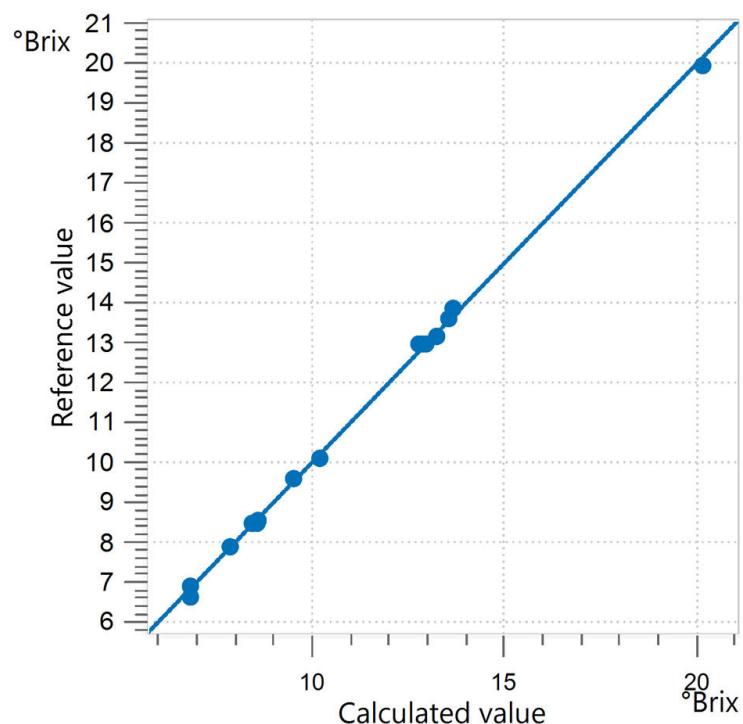


Figure 6. Diagramma di correlazione e rispettivi valori di merito per la previsione del grado Brix in una miscela di zuccheri in acqua utilizzando OMNIS NIR Analyzer Liquid.

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.08	0.12

VALORI PREVISTI DEI SUCCHI DI FRUTTA COMMERCIALI

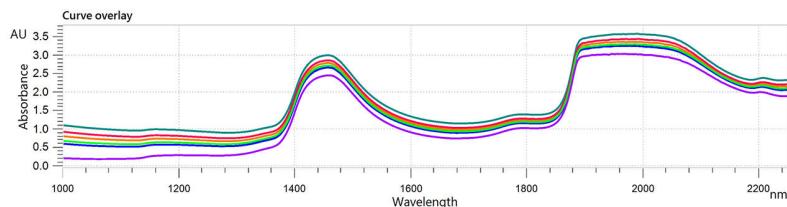


Figure 7. Spettri NIR di campioni di succo di frutta analizzati su OMNIS NIR Analyzer Liquid.

Utilizzando i modelli di previsione descritti in precedenza, i campioni di succhi di frutta commerciali sono stati misurati con spettroscopia NIR (Figura 7) utilizzando la configurazione automatizzata nella

Figura 1. I valori previsti di glucosio, fruttosio, saccarosio e Brix nei succhi di frutta commerciali (da 1 a 6) sono mostrati nelle Tabelle 2–5.

Tabella 2. Risultati previsti dal NIR di Brix rispetto al metodo di riferimento (rifrattometro).

Succo di frutta n.	Rifrattometro Brix (°Brix)	Brix Predicted NIR (°Brix)
1	11.32	11.11
2	11.32	10.96
3	12.59	12.68
4	11.32	10.94
5	11.63	11.79
6	11.06	11.74

Tabella 3. Risultati previsti dal NIR del fruttosio rispetto al metodo di riferimento (IC).

Succo di frutta n.	Fruttosio (%) (IC)	Fructose Predicted NIR (%)
1	2.47	2.27
2	2.29	2.79
3	2.47	2.73
4	2.22	2.55
5	4.08	3.09
6	5.70	5.80

Tabella 4. Risultati previsti dal NIR del saccarosio rispetto al metodo di riferimento (IC).

Succo di frutta n.	Saccarosio (%) (IC)	Sucrose Predicted NIR (%)
1	3.7	2.6
2	3.86	4.21
3	5.33	4.77
4	3.95	3.33
5	3.09	2.94
6	1.04	3.29

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità della determinazione di glucosio, fruttosio, saccarosio e Brix in vari succhi di frutta mediante spettroscopia nel vicino infrarosso.

La spettroscopia NIR offre agli utenti risultati rapidi ed estremamente accurati senza la necessità di analisti altamente qualificati, prodotti chimici o preparazione del campione. Pertanto, la spettroscopia NIR

rappresenta un'alternativa valida ai tradizionali metodi di analisi HPLC e Brix (**Tabella 6**). Inoltre, la possibilità di automatizzare la spettroscopia NIR per l'analisi dei succhi di frutta consente di risparmiare ulteriormente tempo e costi. Misurare il contenuto di zucchero nei succhi di frutta non è mai stato così facile.

Tabella 6. Panoramica dei tempi per ottenere i risultati per i diversi parametri dello zucchero comunemente analizzati nei succhi.

Parametro	Metodo	Tempo del risultato
Glucose, Fructose, Sucrose	HPLC	5 min (preparation) + 40 min (HPLC)
Brix	Refractometer	1 min

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



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



NIRS 12,5 mm cuvetta a flusso in quarzo da 2 mm

Le cuvette a flusso in quarzo consentono il monitoraggio continuo per esempio dei processi di dissoluzione delle compresse e della cinetica della reazione. L'alta resistenza alla pressione e uno speciale sistema di raccolta delle bolle rendono particolarmente comode tutte le misure.

Le finestre in vetro di quarzo dalla massima purezza ed omogeneità assicurano una trasmissione superiore all'80% nella gamma di lunghezze d'onda da 200 nm a 2.500 nm.

Sono disponibili diversi spessori:

Spessore 0,5 mm e un volume = 175 μ L (numero ordine d'acquisto: 67401300)

Spessore 1 mm e un volume = 350 μ L (numero ordine d'acquisto: 67401310)

Spessore 2 mm e un volume = 700 μ L (numero ordine d'acquisto: 67401320)

Spessore 5 mm e un volume = 1.750 μ L (numero ordine d'acquisto: 67401330)

Spessore 10 mm e un volume = 3.500 μ L (numero ordine d'acquisto: 67401340)

Dimensioni H x l x L = 35 mm x 12,5 mm x 12,5 mm

Altezza della finestra = 8,5 -15 mm

Compatibile con supporto distanziatore NIRS per XDS Rapidliquid Analyzer e supporto DS2500 per DS2500 Liquid Analyzer.



Supporto OMNIS NIR, celle di misurazione a flusso continuo

Supporto per cuvette per OMNIS NIR Analyzer per celle di misurazione a flusso continuo

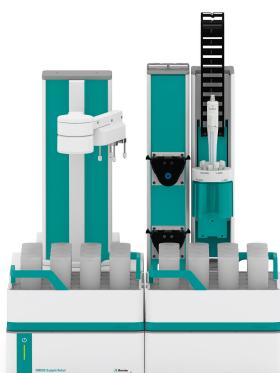
(6.7401.300; 6.7401.310; 6.7401.320; 6.7401.330; 6.7401.340).

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE



Licenza OMNIS Stand-Alone

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

Caratteristiche:

- la licenza contiene già una licenza per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.
- Non è trasferibile su di un altro computer.

Licenza software Quant Development

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

OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S con un modulo pompa "peristaltico" (2 canali) e un modulo Pick&Place nonché numerosi accessori per accedere direttamente alla titolazione completamente automatizzata. Il sistema, in due rack dei campioni, offre spazio per 32 beaker per campioni da 120 mL. Questo sistema modulare viene fornito completamente montato e può pertanto essere messo in esercizio in tempi brevissimi.

Su richiesta il sistema può essere ampliato con ulteriori due pompe peristaltiche nonché con un'ulteriore modulo Pick&Place e raddoppiare così il passaggio. Se dovessero essere necessarie ulteriori stazioni di lavoro, questo Sample Robot può essere ampliato fino a un OMNIS Sample Robot della dimensione L, in modo che i campioni da sette rack su max. quattro moduli Pick&Place possano essere lavorati parallelamente quadruplicando il passaggio dei campioni.



Equipaggiamento di pipettaggio OMNIS

Set di accessori completo per la conversione di un OMNIS Sample Robot Pick&Place in una variante con possibilità di pipettaggio. Il set può essere montato su tutte le versioni dell'OMNIS Sample Robot (S,M e L).