

Application Note AN-NIR-148

Análise de farinha de peixe por espectroscopia no infravermelho próximo

Espectroscopia NIR reduz o tempo de análise de horas para segundos

Para a nutrição animal, a farinha de peixe é uma fonte premium de ácidos graxos ômega-3, proteínas e minerais essenciais. Devido às suas propriedades nutricionais, é amplamente utilizada não só na aquicultura, mas também como aditivo em rações para suínos e aves. Para analisar os principais componentes de qualidade da farinha de peixe — como fibra, gordura, proteína, umidade e teor de cinzas — geralmente são necessários múltiplos métodos de química úmida.

Em vez de esperar horas pelos resultados dessas técnicas de química úmida, a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) fornece resultados em segundos, sem o uso de produtos químicos. Isso permite que os fabricantes realizem verificações frequentes em relação às especificações do produto e executem o controle de qualidade da farinha de peixe com facilidade.

EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL

Mais de 1700 amostras de farinha de peixe de diferentes fornecedores foram analisadas com um OMNIS NIR Analyzer Solid (Figura 1) e uma cuba de amostra grande. Cada amostra de pó de farinha de peixe foi medida no modo de medicão por reflexão em cinco posicões diferentes, para criar um espectro médio. Isso minimiza as heterogeneidades da amostra e resulta em um espectro NIR mais representativo. O desenvolvimento e a validacão do modelo foram realizados com o OMNIS Software.



Figura 1. O OMNIS NIR Analyzer Solid da Metrohm.

RESULTADOS

Os espectros NIR coletados das amostras de farinha de peixe (Figura 2) foram usados para criar modelos de previsão para os seguintes parâmetros: proteína, gordura, umidade, cinzas e teor de fibra. Para validar os modelos, 25% do conjunto de dados foi usado para criar um conjunto de validacão independente. Os diagramas de correlacão, que mostram a relacão entre a previsão NIR e os valores de laboratório medidos com métodos padrão, são exibidos nas Figuras 3–8, junto com as respectivas figuras de mérito (FOM). Os erros padrão de validacão cruzada (SECV) e os erros padrão de previsão (SEP) exibidos mostram a precisão esperada durante a análise de rotina de farinha de peixe em laboratórios de CQ.

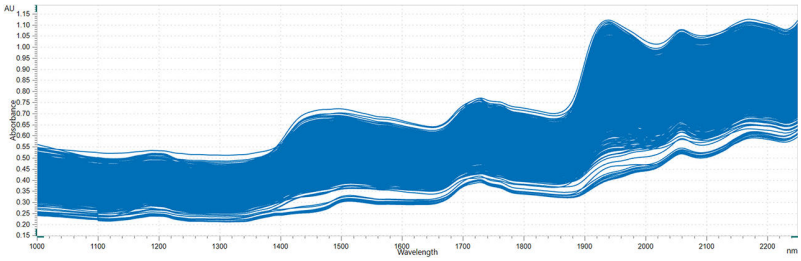


Figura 2. Sobreposição espectral de amostras de pó de farinha de peixe medidas no modo de reflexão com um OMNIS NIR Analyzer Solid.

RESULTADO DO TEOR DE PROTEÍNA

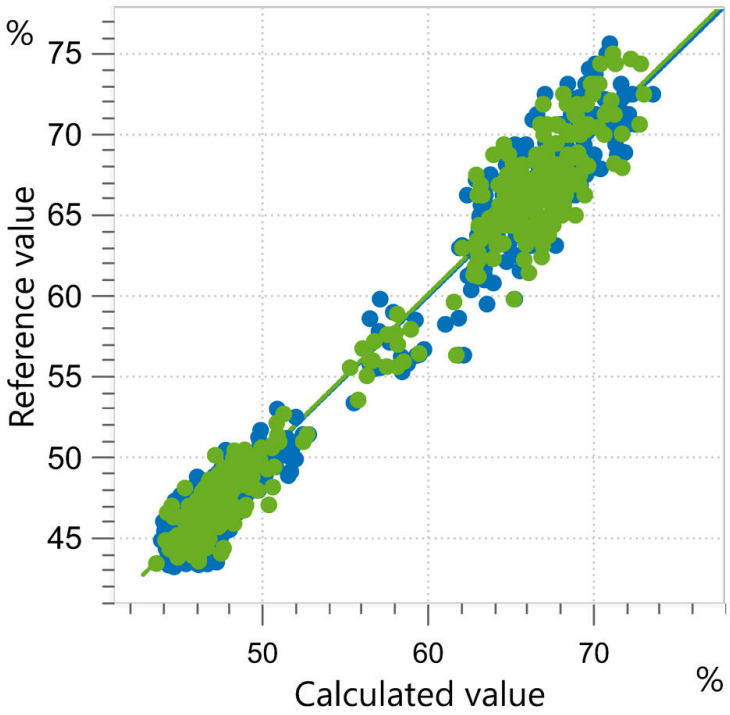


Figura 3. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de proteína em farinha de peixe usando um OMNIS NIR Analyzer Solid. O conjunto de dados de calibração é mostrado em azul, e o conjunto de dados de validação externa em verde.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.973	1.25	1.27	1.64

RESULTADO DO TEOR DE GORDURA

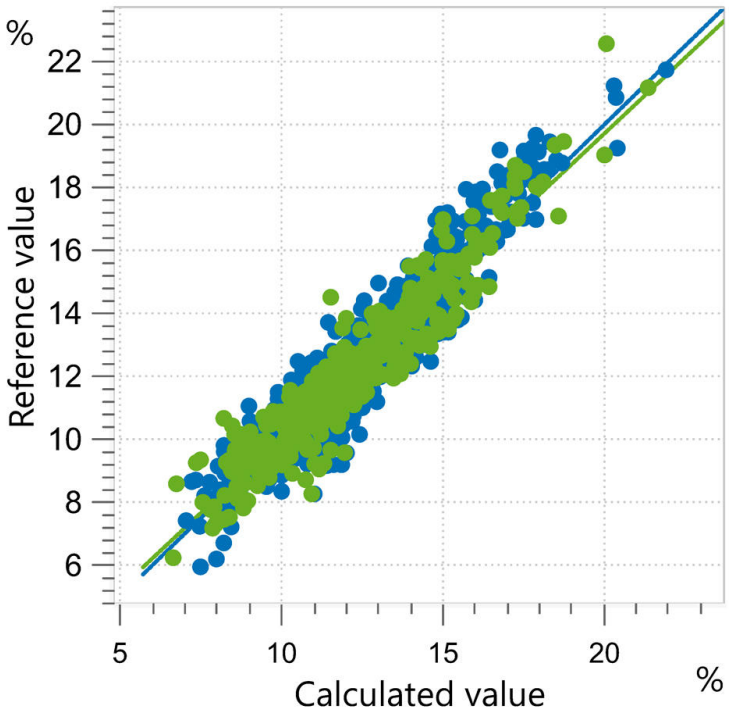


Figura 4. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de gordura em farinha de peixe usando um OMNIS NIR Analyzer Solid. O conjunto de dados de calibração é mostrado em azul, e o conjunto de dados de validação externa em verde.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.902	0.72	0.73	0.80

RESULTADO DO TEOR DE UMIDADE

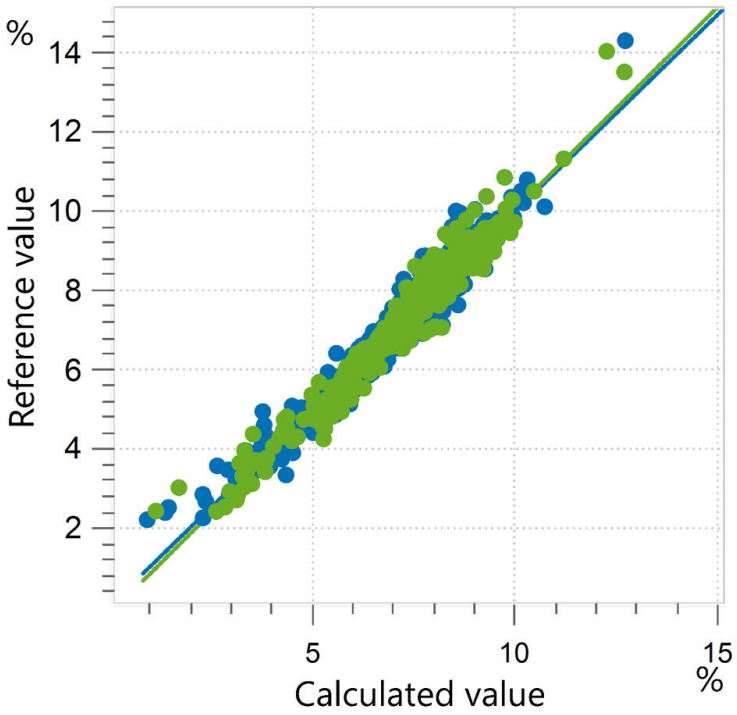


Figura 5. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de umidade em farinha de peixe usando um OMNIS NIR Analyzer Solid. O conjunto de dados de calibração é mostrado em azul, e o conjunto de dados de validação externa em verde.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.955	0.27	0.28	0.35

RESULTADO DO TEOR DE CINZAS

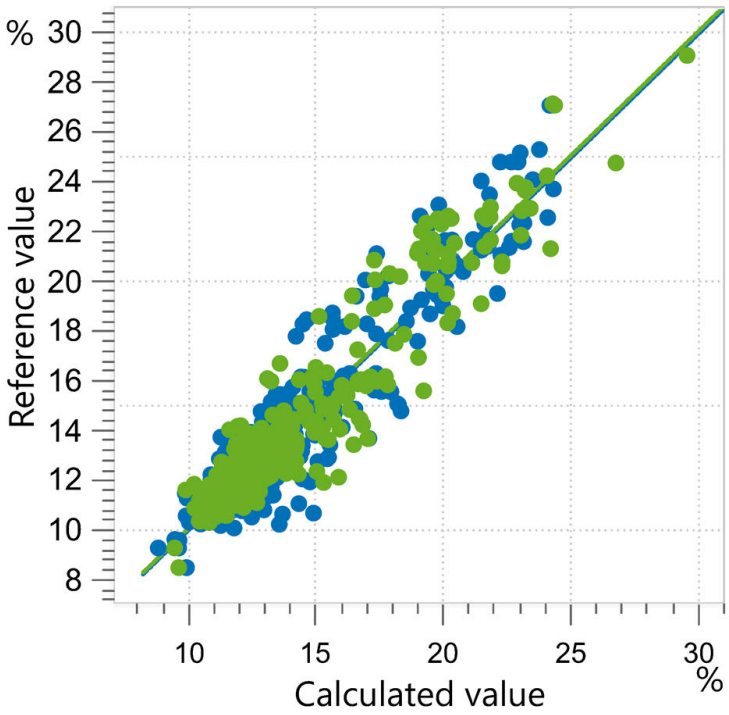


Figura 6. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de cinzas em farinha de peixe usando um OMNIS NIR Analyzer Solid. O conjunto de dados de calibração é mostrado em azul, e o conjunto de dados de validação externa em verde.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.900	0.78	0.80	1.10

RESULTADO DO TEOR DE FIBRA

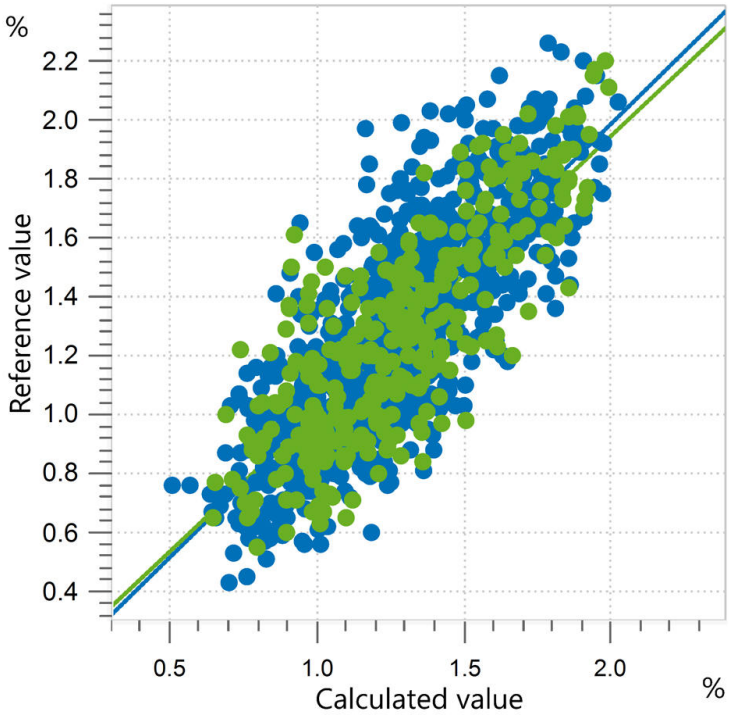


Figura 7. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de fibra em farinha de peixe usando um OMNIS NIR Analyzer Solid. O conjunto de dados de calibração é mostrado em azul, e o conjunto de dados de validação externa em verde.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.647	0.21	0.22	0.21

CONCLUSÃO

Esta Nota de Aplicacão demonstra a viabilidade do uso da espectroscopia no infravermelho próximo para a análise de racão de farinha de peixe. Os principais parâmetros de composicão — proteína, gordura, cinzas, fibra e teor de água — são determinados em segundos, sem o uso de produtos químicos. O NIRS ajuda a reduzir custos e melhorar a seguranca do laboratório quando comparado aos métodos padrão de química úmida. Ao utilizar o NIRS para uma análise multiparamétrica eficiente, os laboratórios de controle de qualidade podem economizar horas de tempo por medicão de amostra (Tabela 1), resultando em um throughput de amostras muito maior.

Tabela 1. Visão geral dos métodos padrão e do tempo até o resultado para a determinacão dos principais parâmetros na farinha de peixe.

Parâmetro	Norma	Método	Tempo até a análise
Proteína	ISO 5983	Método Kjeldahl	~ 2–4 horas
Gordura	ISO 6492	Hidrólise e extracão	~ 7–10 horas
Umidade	ISO 6496	LOD: perda por secagem	~ 5 horas
Fibra	ISO 6865	Digestão ácido-alcalina	~ 4–7 horas
Cinzas	ISO 5984	Forno mufla	~ 3–6 horas

CONTACT

Metrohm Brasil
Rua Minerva, 161
05007-030 São Paulo
metrohm@metrohm.com.br

CONFIGURACÃO



OMNIS NIR Analyzer Solid

Near-infrared spectrometer for solid and viscous samples.

Developed and produced in accordance with Swiss quality standards, the OMNIS NIR Analyzer is the near-infrared spectroscopy (NIRS) solution for routine analysis along the entire production chain. Its application of the latest technologies and its integration in the modern OMNIS Software are reflected in its speed, operability and flexible utilization of this NIR spectrometer.

Overview of the advantages of the OMNIS NIR Analyzer Solid:

- Measurements of solids and viscous samples in less than 10 seconds
- Automated multi-position measurements for reproducible results, even with nonhomogeneous samples
- Simple integration in an automation system or link with additional analysis technologies (titration)
- Supports numerous sample vessels



Large cup OMNIS NIR, 100 mm

Large sample vessel for the spectra acquisition of powders and granulates in reflection at various sample positions.

The glass bottom is made of resistant Gorilla® Glass.

Compatible with:

- Large holder OMNIS NIR, 100 mm (6.07402.100)



Large holder OMNIS NIR, 100 mm

Large holder for large sample vessel OMNIS NIR, 100 mm (6.07402.110).

Permits unambiguous positioning of the sample vessel and the rotation of the sample vessel.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone license

Enables stand-alone operation of the OMNIS software on a WindowsTM computer.

Features:

- The license already includes one OMNIS instrument license.
- Must be activated via the Metrohm licensing portal.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Software license Quant Development

Software license for the creation and editing of quantification models in a stand-alone OMNIS Software installation.



Pre-calibration, fish meal, solid

OMNIS pre-calibration for the determination of protein, fat, moisture, fiber, and ash content in fishmeal using NIR spectroscopy.