Application Note AN-NIR-153

Monitoramento da qualidade de azeitonas inteiras com espectroscopia no infravermelho próximo

Determinacão do teor de óleo e umidade em olivas intactas

A espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) pode ser utilizada para o controle de qualidade de olivas intactas. O NIRS permite que os produtores avaliem a qualidade das olivas mais rapidamente e estimem o potencial retorno econômico. Além disso, como a qualidade do óleo de oliva depende fortemente da escolha da data ideal de colheita — quando as olivas devem ser entregues ao moinho —, métodos capazes de monitorar o teor de óleo nas olivas em diferentes estágios de maturacão são fundamentais para a indústria de óleo de oliva. Isso ajuda a garantir o melhor rendimento possível de óleo.

A espectroscopia NIR oferece uma análise rápida e livre de produtos químicos do teor de óleo, umidade e índice de maturacão, sem qualquer preparo de amostra. A solucão NIRS é fácil de usar e pode ser aplicada em moinhos de óleo antes da producão, ou em laboratórios de controle de qualidade.

EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL

Esta aplicacão estudou 800 amostras de olivas de duas variedades (Picual e Arbequina). Olivas intactas com diferentes teores de óleo, teores de umidade e índices de maturacão foram medidas em um OMNIS NIR Analyzer Solid (Figura 1) em modo de reflexão difusa (1000–2250 nm), utilizando um large cup OMNIS NIR, 100 mm e um large holder OMNIS NIR, 100 mm (Tabela 1). Para compensar a heterogeneidade das amostras, foram utilizadas medicões rotativas e multiponto.

Figura 1. OMNIS NIR Analyzer Solid.

Tabela 1. Visão geral dos equipamentos de hardware e software

Equipamento	Número do artigo
OMNIS NIR Analyzer Solid	2.1071.0010
Large holder OMNIS NIR, 100 mm	6.07402.100
Large cup OMNIS NIR, 100 mm	6.07402.110
OMNIS Stand-Alone	6.06003.010
Software license Quant Development	6.06008.002

RESULTADOS

Os espectros NIR obtidos das amostras de olivas (Figura 2) foram utilizados para criar modelos de predicão para os diferentes parâmetros. A qualidade dos modelos de predicão foi avaliada por meio de diagramas de correlacão, que mostram um alto coeficiente de correlacão entre a predicão por NIR e o método de referência padrão para todos os parâmetros (Figuras 3–5).

Do total, 25% das amostras foram selecionadas como conjunto de validacão e os outros 75% como conjunto de calibracão. Foi utilizado um procedimento de validacão leave-one-out. Os respectivos indicadores de desempenho (FOM, do inglês *figures of merit*) mostram a precisão esperada e confirmam a viabilidade durante a análise de rotina.

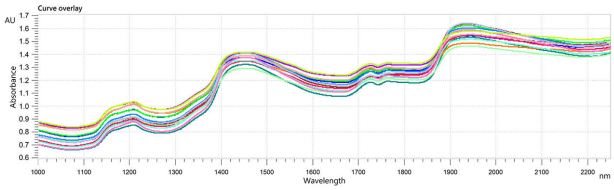

Figura 2. Espectros NIR de diferentes variedades de olivas medidas em um OMNIS NIR Analyzer Solid.

RESULTADO: TEOR DE ÓLEO EM OLIVAS INTACTAS

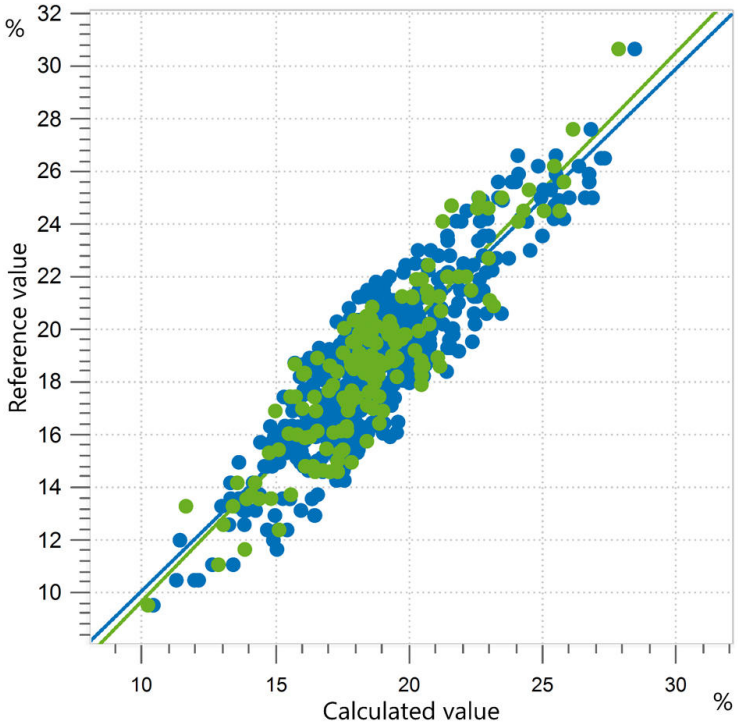

Figura 3. Diagrama de correlação e os respectivos indicadores de desempenho (FOM) para a predição do teor de óleo em olivas intactas utilizando um OMNIS NIR Analyzer Solid. Os valores de laboratório do teor de óleo foram obtidos por extração Soxhlet.

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.811	1.39	1.43	1.44

RESULTADO: TEOR DE UMIDADE EM OLIVAS INTACTAS

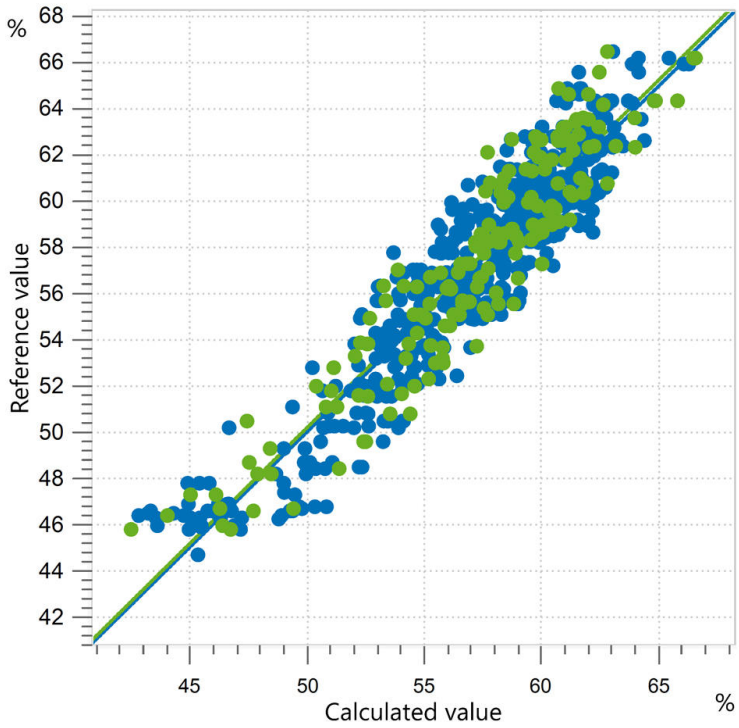

Figura 4. Diagrama de correlação e os respectivos indicadores de desempenho (FOM) para a predição do teor de umidade em olivas intactas utilizando um OMNIS NIR Analyzer Solid. Os valores de laboratório de umidade foram obtidos pelo método de perda por secagem (loss on drying).

R^2	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)
0.868	1.70	1.75	1.81

RESULTADO: ÍNDICE DE MATURACÃO EM OLIVAS INTACTAS

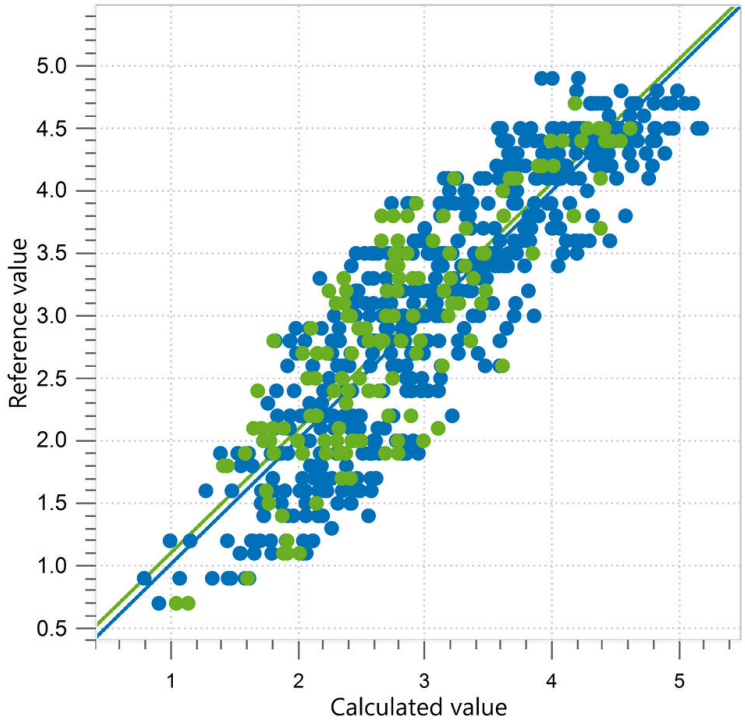

Figura 5. Diagrama de correlação e os respectivos indicadores de desempenho (FOM) para a predição do índice de maturação de olivas intactas utilizando um OMNIS NIR Analyzer Solid. Os valores de laboratório foram obtidos de acordo com as diretrizes do International Olive Council (IOC Standards, Methods and Guides).

R^2	SEC	SECV	SEP
0.706	0.48	0.49	0.51

CONCLUSÃO

As determinacões de teor de óleo e umidade por NIRS em pasta de oliva já eram habitualmente aplicadas na análise de rotina. Agora, a análise de olivas intactas por espectroscopia NIR é possível, e a trituracão em pasta se torna desnecessária.

O NIRS apresenta eficácia comparável a metodologias já consolidadas, como RMN (ressonância magnética nuclear) e extracão Soxhlet. Esses métodos tradicionais consolidados consomem bastante tempo e exigem solventes e pessoal especializado. Já a espectroscopia NIR é rápida, livre de reagentes e fácil de usar.

Esta Nota de Aplicacão demonstra a viabilidade do uso da espectroscopia no infravermelho próximo para analisar olivas intactas, tornando o uso da espectroscopia NIR ainda mais simples, já que nenhum preparo de amostra é necessário.

CONTACT

Metrohm Portugal
R. Frei Luis de Granada 14G
1500-680 Lisboa
vendas@metrohm.pt

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 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.

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)

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.