

Studio preliminare per analisi NIR del titolo di amigdalina nelle armelline

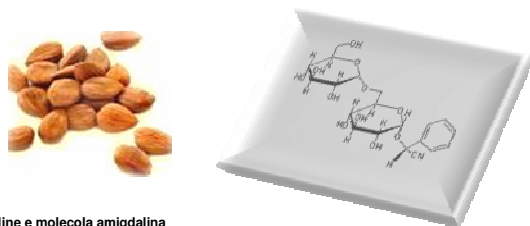
Nadia Bernardi¹, Giuseppe Benetti¹, Giovanni Campolongo²

¹Real Aromi S.p.a. Città Sant'Angelo (PE), ²BÜCHI Italia S.r.l. – Assago (MI)



Introduzione

L'amigdalina, D(-)-mandelonitrile-beta-D-gentiobioside è un glicoside contenuto nei semi di diverse Rosacee, come le armelline, i semi contenuti all'interno del nocciolo dell'albicocca. Per idrolisi enzimatica in ambiente acquoso, l'amigdalina si decompone in acido cianidrico, glucosio e benzaldeide. Quest'ultima è responsabile del tipico aroma di mandorla tanto diffuso nell'industria dolciaria e liquoristica. Risulta evidente che più alto è il contenuto in glicoside, maggiore è il valore commerciale delle armelline stesse, specialmente se vengono utilizzate per ottenere benzaldeide naturale mediante distillazione in corrente di vapore.

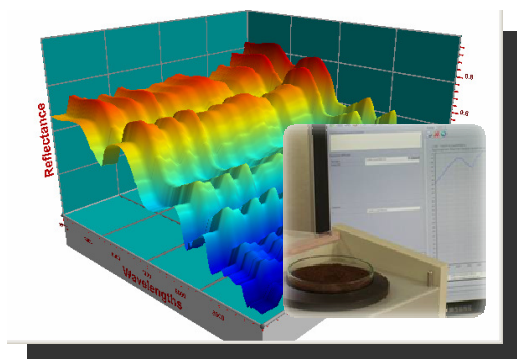


Armelline e molecola amigdalina

Il titolo di amigdalina viene normalmente rilevato tramite HPLC-MS. Questa tecnica analitica consente un'accuratezza alta, che tuttavia richiede tempi di analisi troppo lunghi se la necessità è avere una valutazione immediata del valore commerciale di uno o più lotti di prodotto che possono provenire da differenti fornitori. Questo studio, inteso come preliminare, è stato volto a verificare la possibilità di utilizzare la spettroscopia NIR come tecnica per determinare in tempi immediati il titolo di amigdalina nelle armelline, conservando un sufficiente grado di accuratezza.

Materiali e metodi

Allo scopo di testare la possibilità di impiego della spettroscopia NIR come tecnica in grado di determinare il titolo di glicoside, un primo set di 25 campioni di armelline differenti, provenienti da fornitori di diversi continenti, sono stati macinati, messi in piastre petri e quindi scansionati a temperatura ambiente utilizzando uno spettrometro FT-NIR, NIRFlex N-500 (Büchi Labortechnik AG, Svizzera). Gli spettri NIR dei campioni di armelline sono stati registrati nel range spettrale 4000-10000 cm⁻¹ con un'risoluzione pari a 8 cm⁻¹. Ogni campione è stato suddiviso in due sottocampioni, ciascuno analizzato separatamente ottenendo un totale di 50 spettri.



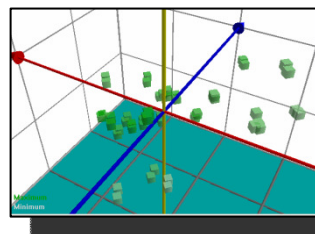
Spettri NIR dei campioni analizzati con il sistema di campionamento riportato nel particolare

Ogni sottocampione è stato inoltre analizzato tramite HPLC-MS per la determinazione del titolo di D(-)-mandelonitrile-beta-D-gentiobioside. Questi sono i valori utilizzati come riferimento per sviluppare i modelli chemometrici quantitativi.

Modelli chemometrici PLS sono stati elaborati utilizzando il software chemometrico NIRCal 5.2 (Büchi Labortechnik AG): i dati spettrali sono stati analizzati e correlati alle misure di riferimento utilizzando la tecnica del set di validazione esterno.

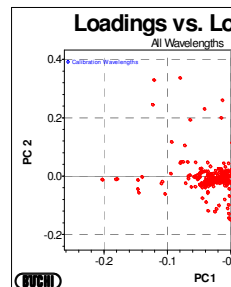
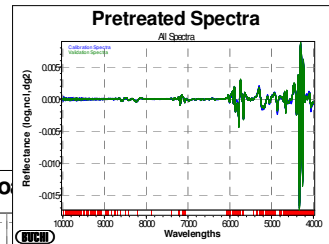
Risultati

Qui di seguito sono riportati i risultati ottenuti durante l'elaborazione chemometrica dei dati: la distribuzione in PCA dei campioni analizzati, le lunghezze d'onda identificate come quelle contenenti l'informazione chimica ricercata e il loro peso nella definizione del modello quantitativo PLS, da ultimo la retta di regressione e i parametri statistici che identificano la capacità predittiva raggiunta al termine di questo primo studio esplorativo.



Distribuzione PCA dei campioni di armelline analizzati

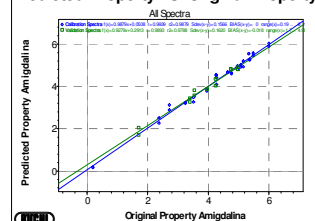
Spettri dei campioni analizzati dopo pretrattamenti matematici identificati come ottimali per parametro chimico da identificare, normalizzazione (ncl) e successivamente derivata seconda con formula Savitzky Golay.



Nel grafico degli spettri pretrattati sono selezionate in rosso le lunghezze d'onda utilizzate per il modello PLS. Ciascuna di queste è rappresentata come un punto nel grafico a fianco, dove risulta evidente il relativo peso sulle prime due componenti principali.

Parametro	Set	Spettri	Range	R	SEC/SEP
Amigdalina [%]	C-set	34	0.19 – 6.00	0.99	0.14
	V-Set	16	1.70 – 4.98	0.99	0.18

Predicted Property vs. Original Property



Rette di regressione relative al modello di calibrazione sviluppato per il parametro "Titolo amigdalina". I campioni di calibrazione sono riportati in blu, quelli di validazione in verde.

Conclusioni

Sulla base di questo primo set di campioni, la correlazione tra le misure effettuate con la metodica di riferimento e quelle effettuate con la tecnica NIR indica che quest'analisi potrebbe essere utilizzata per l'obiettivo proposto con buoni risultati.