

## **Utilizzo della spettroscopia FT-NIR per la determinazione di umidità e grassi nella pasta di olive e sanse tramite FT-NIR.**

Gianfranco .Maiellaro\*,*Giorgio Cardone\**, Giuseppe Ferrari \*\*

\* Chemiservice s.a.s., Monopoli (BA)

\*\* *BÜCHI Italia S.r.l., Assago (MI)*

### **Introduzione**

L'industria olearia, ricopre uno dei principali ruoli nel settore agro-alimentare nei paesi che si affacciano sulle coste del Mar Mediterraneo.

Fino ad alcuni decenni or sono, la produzione di olio, specialmente in Italia, era frammentata in piccoli frantoi che rivendevano parte delle produzioni locali a grossi gruppi industriali, principalmente in Spagna.

Come accade in altri Paesi tra cui l'Italia, si è cominciato a raggruppare queste piccole realtà in grandi consorzi, proprietari di grossi impianti di macinazione, ai quali vengono conferite le differenti partite dei vari produttori.

Poiché ogni partita di olive ha una sua caratteristica in termini soprattutto di resa, è necessario poter analizzare la quantità di olio (grasso) che ogni partita di olive può fornire, prima di unirla alle altre, in modo da poter identificarne la potenziale resa e pagare il conferente, in base alla qualità del suo prodotto.

E' inoltre importante evidenziare che la resa in olio delle partite e la qualità delle stesse e ovviamente condizionata dalla resa dell'impianto di frangitura e dal tempo di stazionamento delle olive nel frantoio. Per ottimizzarne le prestazioni, si può agire tramite opportune regolazioni potendo così ottenere il miglior compromesso tra quantità e qualità di olio prodotto, conoscendo quanto olio c'era nelle olive e quanto ne è rimasto nella sansa, che ovviamente dovrebbe essere la minore quantità possibile.

Il ciclo di produzione dell'olio si estende ancora con l'estrazione dello stesso dalle sanse vergini.

Da qui la necessità del sansificio che deve acquistare partite di sansa, di sapere in tempi brevi la quantità di olio (grasso) e acqua (umidità) presente.

I parametri d'interesse per entrambe le situazioni, sono quindi la quantità di olio (grasso) e l'umidità. Queste determinazioni dovrebbero essere eseguite in laboratorio da personale qualificato, utilizzando metodiche lunghe e laboriose.

Poter disporre di una tecnica veloce ed affidabile, porterebbe grossi benefici nelle varie fasi della lavorazione.

Al ricevimento delle olive in frantoio, si avrebbe un'immediata identificazione delle caratteristiche delle partite conferite, con pagamento istantaneo al conferenti in base alla resa del prodotto e la possibilità di far lavorare il frantoio in continuo con un notevole abbattimento dei costi di gestione e un sensibile miglioramento della qualità dell'olio.

Dalla misura del grasso e dell'umidità della pasta di olive, si potrebbero ottimizzare le regolazioni dell'impianto di frangitura nei vari step di lavorazione, ottimizzando l'impianto (riduzione delle perdite di olio) e migliorando la qualità del prodotto finito.

La determinazione del grasso e dell'umidità è importante anche per il sansificio che conoscendo in anticipo la percentuale di olio e acqua può gestire al meglio non solo l'acquisto, scegliendo un prodotto con un tenore maggiore di olio, ma anche il proprio impianto ottimizzando le risorse ad esempio l'energia necessaria per essiccare la sansa.

Sulla base di queste considerazioni, nella campagna olearia 2005-2006, presso l'oleificio cooperativo di Monopoli, abbiamo installato un FT-NIR per verificare l'applicabilità di questa tecnica spettrometrica a questi tipi di determinazioni.

La cooperativa raggruppa 500 soci e lavora circa 60000 quintali/anno d'olive producendo 10-12000 quintali d'olio.

## **Materiali e metodi**

Per la sperimentazione si è utilizzato un FT-NIR Buchi NIRFlex N-500 di produzione della Buchi Labortechnik AG (Svizzera) utilizzando un range spettrale da 4.000 a 10.000  $\text{cm}^{-1}$ . Risoluzione 8  $\text{cm}^{-1}$ .

Gli spettri ottenuti sono stati elaborati con il software chemiometrico NIRCal 5.2 sempre di produzione della Buchi.

I campioni di olive sono stati macinati con uno speciale macinello in grado di ridurre i campioni in pasta, tritando anche il nocciolo, aspetto fondamentale per la corretta determinazione del quantitativo totale di olio e acqua.

Sono stati analizzati circa 200 campioni di pasta di olive e circa 180 campioni di sanse vergini. Successivamente sono stati letti con lo spettrometro FT-NIR posizionandoli in piastre petri di vetro.

Le analisi di riferimento sono state eseguite in laboratorio sono:

- Tenore di olio di oliva nelle sanse; Reg CEE 2568/1991 11/07/1991 GU CEE L248 05/09/1991 All XV
- Umidità e sostanze volatili; NGD B2-1976

Gli strumenti utilizzati sono:

- Bilancia analitica

- Piastra petri
- Soxhlet
- Stufa termostatica
- Essiccatore

## Risultati e discussione

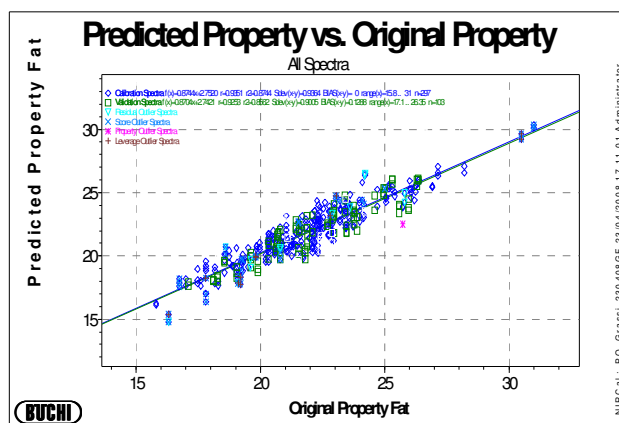
Per la pasta di olive, abbiamo ottenuto un errore standard (SEP) pari a 0.9 per il grasso e 0.8 per l'umidità.

Nella sansa abbiamo riscontrato un errore standard pari a 0.3 per il grasso e 1.8 per l'umidità, quest'ultimo risulta maggiore rispetto alla pasta di olive per le caratteristiche di disomogeneità e complessità del prodotto in questione.

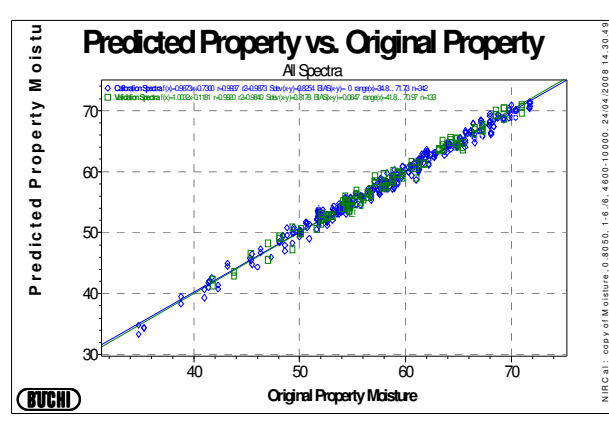
Le letture eseguite per la determinazione dell'umidità nell'olio, hanno dato ottimi risultati con un errore standard pari a 0.1, perfettamente in linea con l'errore del laboratorio.

I dettaglio delle calibrazioni sono di seguito riportato

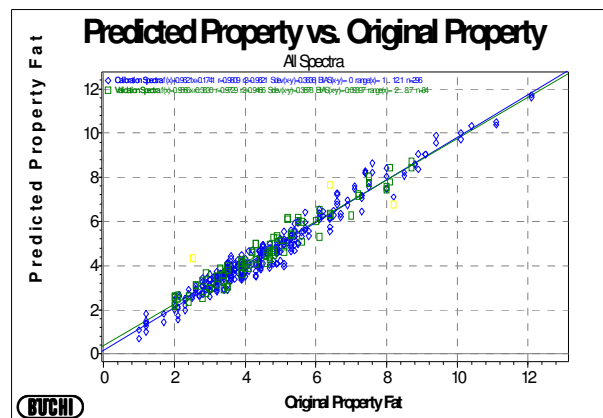
Parametro	Pasta Olive Grassi
Numero di campioni	200 (148 Cal / 52 Val)
Metodo	PLS
Pretrattamenti	Normalizzazione + deriv. 1
Coefficiente di Regressione	0.93 Cal / 0.92 Val
Errore Standard (SEE / SEP)	0.9 Cal / 0.9 Val
Range	15.8 – 31.0



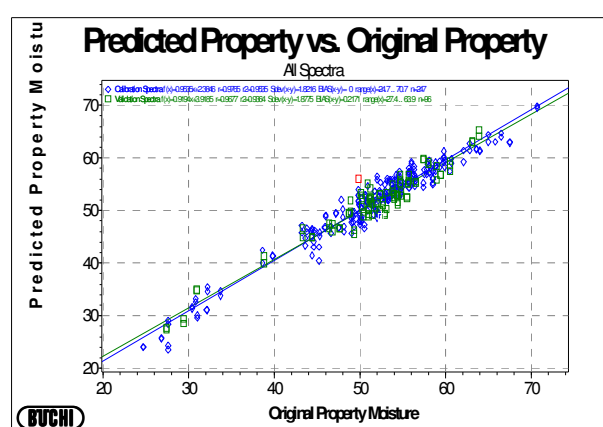
Parametro	Pasta Olive Umidità
Numero di campioni	240 (170 Cal / 70 Val)
Metodo	PLS
Pretrattamenti	Ncl
Coefficiente di Regressione	0.99 Cal / 0.99 Val
Errore Standard (SEE / SEP)	0.8 Cal / 0.8 Val
Range	34.8 – 71.7



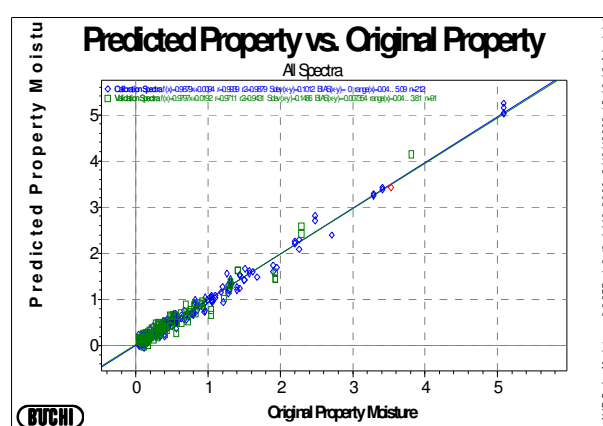
<b>Parametro</b>	<b>Sanse Vergini Grassi</b>
<b>Numero di campioni</b>	<b>180 ( 296Cal / 84 Val)</b>
<b>Metodo</b>	<b>PLS</b>
<b>Pretrattamenti</b>	<b>Derivata prima</b>
<b>Coefficiente di Regressione</b>	<b>0.98 Cal / 0.97 Val</b>
<b>Errore Standard (SEE / SEP)</b>	<b>0.3 Cal / 0.3 Val</b>
<b>Range</b>	<b>1.0 – 12.1</b>



<b>Parametro</b>	<b>Sanse Vergini Umidità</b>
<b>Numero di campioni</b>	<b>170 (120 Cal / 50 Val)</b>
<b>Metodo</b>	<b>PLS</b>
<b>Pretrattamenti</b>	<b>Deriv. Prima + SNV</b>
<b>Coefficiente di Regressione</b>	<b>0.97 Cal / 0.96 Val</b>
<b>Errore Standard (SEE / SEP)</b>	<b>1.8 Cal / 1.8 Val</b>
<b>Range</b>	<b>24.7 – 70.7</b>



<b>Parametro</b>	<b>Olio Umidità</b>
<b>Numero di campioni</b>	<b>150 (100 Cal / 50 Val)</b>
<b>Metodo</b>	<b>PLS</b>
<b>Pretrattamenti</b>	<b>SNV + Deriv. Seconda</b>
<b>Coefficiente di Regressione</b>	<b>0.99 Cal / 0.97 Val</b>
<b>Errore Standard (SEE / SEP)</b>	<b>0.1 Cal / 0.1 Val</b>
<b>Range</b>	<b>0.04 – 5.09</b>



## Conclusioni

La sperimentazione ha dimostrato che la spettroscopia FT-NIR può essere positivamente impiegata per questo tipo di analisi, sulla sansa, sulle olive e anche per alcune applicazioni sull'olio.

La tecnica può essere convenientemente adottata sia in un frantoio di certe dimensioni che in laboratori d'analisi.

Nel primo caso, si avrebbe un immediato beneficio per l'ottimizzazione della resa dell'impianto permettendo inoltre l'eventuale pagamento della quota spettante al conferente, per le produzioni non partitarie.

Nel secondo, la spettroscopia FT-NIR viene offerta come metodica alternativa ecologica a costi contenuti, con tempi rapidi di risposta.

Ciò consente di fornire un servizio di elevato valore aggiunto per i nostri clienti che possono ottenere dati fondamentali per la loro produzione in tempi rapidissimi (cosa fondamentale durante la campagna olearia), non rinunciando ad una buona precisione analitica.