

## FOCUS SULLA SPETTROSCOPIA NIR

Marina Cocchi<sup>1</sup>, Tiziana Cattaneo<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche  
Università di Modena e Reggio Emilia.

<sup>2</sup>Unità di ricerca per i processi dell'industria  
agroalimentare

Consiglio per la Ricerca e la Sperimentazione in  
Agricoltura, CRA-IAA Milano

[marina.cocchi@UNIMORE.IT](mailto:marina.cocchi@UNIMORE.IT)

6<sup>A</sup> SIMPOSIO ITALIANO  
NIRITAL  
*Alla Giusta Frequenza* 2014



28 – 30 maggio 2014

Camera di Commercio - Sala Leonelli  
Via Ganaceto 134, Modena

Si riporta il resoconto del 6° Simposio Italiano di Spettroscopia nel vicino infrarosso che si è svolto lo scorso maggio a Modena. Nell'illustrare i lavori del simposio è dato rilievo allo stato dell'arte delle applicazioni della metodologia NIR di interesse sia per la ricerca scientifica, sia industriale/commerciale e alla sua sinergia con l'analisi chemiometrica

Il 6° Simposio Italiano di Spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR Italia 2014 “Alla giusta frequenza”), che si è svolto dal 28 al 30 maggio 2014 a Modena ha consentito di mostrare lo stato dell'arte e le prospettive future, sia nell'ambito della ricerca che delle applicazioni industriali di questa tecnica e delle metodologie ad essa associate.

Il simposio, promosso con cadenza biennale dalla società italiana di spettroscopia nel vicino infrarosso (SISNIR, [www.sisnir.org](http://www.sisnir.org)), società senza fini di lucro la cui *mission* è promuovere la diffusione culturale delle potenzialità della tecnica NIR, supportare la formazione di giovani ricercatori e la partecipazione italiana a eventi di livello internazionale, è ormai giunto alla sesta edizione.

Lo scopo di questo simposio è favorire il confronto e lo scambio di idee a livello nazionale sullo stato della ricerca e delle applicazioni della spettroscopia NIR nei diversi settori applicativi. Il simposio prevede temi di interesse generale e approfondimento attraverso contributi scientifici che coprono i principali ambiti di applicazione della spettroscopia NIR: agro-alimentare, farmaceutico, medico, chimico e petrolchimico, strumentale, analitico, chemiometrico, ed in questa edizione, in considerazione del rapido sviluppo della tecnologia, una sessione speciale dedicata alle misure in campo, alla strumentazione portatile ed all'imaging NIR.

La spettroscopia NIR è ormai riconosciuta come una delle tecniche più versatili ed efficaci nell'ambito dell'analisi rapida e non distruttiva di alimenti, matrici ambientali, di prodotti/manufatti industriali e artigianali, intermedi di processo ecc. In particolare, per i suoi costi contenuti, la possibilità di essere implementata at-/on-/in-line, la vasta gamma di soluzioni portatili e miniaturizzate è diventata la tecnica di riferimento in molti ambiti per il controllo di qualità ed il monitoraggio di processo<sup>1,2,3</sup>.

La regione spettrale NIR comprende gli assorbimenti dovuti agli *overtones* e alle bande di combinazione, è pertanto una regione molto sensibile alle modificazioni dell'intorno chimico in cui sono inseriti i legami/gruppi funzionali che danno luogo ad assorbimenti, d'altro canto è anche caratterizzata da bande fortemente sovrapposte e variabilità dovuta alle caratteristiche fisiche del campione e alle condizioni di misura; per estrarre informazioni utili dai profili spettrali NIR, acquisiti su matrici complesse, è quasi imprescindibile l'uso di metodi chemiometrici (analisi multivariata dei segnali). L'uso sinergico delle due metodologie ha consentito lo sviluppo di metodi di calibrazione dalle proteine nei cereali, mangimi<sup>2,4</sup> (cap. 19), alle analisi di routine del latte e formaggi<sup>5,6</sup>, al controllo di contenuto di principio attivo nei formulati

farmaceutici<sup>1,7,8</sup> e così via; lo sviluppo di carte di controllo multivariate nel contesto del monitoraggio di processo<sup>1,3</sup>, il controllo delle materie prime<sup>9</sup> ecc.

Il simposio NIRITALIA2014, articolato in due giornate scientifiche, ha toccato tutti gli aspetti precedentemente evidenziati ed è stato occasione di confronto e discussione sui temi maggiormente rilevanti e attuali grazie anche all'intervento di cinque relatori internazionali, che, da un lato, hanno contribuito con le loro esperienze e conoscenze all'aggiornamento dello stato dell'arte e, dall'altro, hanno apprezzato come la ricerca condotta in Italia in questo ambito sia integrata agli obiettivi ed ai fabbisogni della comunità scientifica ed industriale internazionale.



Il Simposio è stato aperto ufficialmente dal presidente della Società Italiana di Spettroscopia SISNIR (Tiziana Cattaneo), che ha portato i saluti ufficiali anche della Commissione DISR IV del Ministero delle Politiche AgroAlimentari e Forestali che ha supportato anche finanziariamente l'evento, riconoscendone la validità scientifica e l'allineamento con i temi portanti di EXPO 2015.

Il simposio è stato preceduto da un pre-corso gratuito, tenutosi presso la sede dell'Università

degli Studi di Modena e Reggio Emilia, Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche che ha patrocinato la manifestazione insieme al Comitato Scientifico per EXPO 2015 ed al Consiglio per la Ricerca e Sperimentazione in Agricoltura (CRA). Il precorso ha inteso approfondire tematiche inerenti "Metodi chemiometrici per il pretrattamento e l'analisi esplorativa di segnali NIR", con lo scopo di fornire agli utilizzatori di spettroscopia NIR uno strumento conoscitivo che li aiutasse nella selezione dei pretrattamenti dei dati spettrali più idonei per eliminare o ridurre interferenze, rumori di fondo, assorbimenti, al fine di favorire un'efficace elaborazione mediante i pacchetti statistici di corredo alla strumentazione. Oltre la parte teorica, il corso ha avuto anche una parte pratica di elaborazione di dati spettrali realizzata con database predisposti a titolo di esempio. Il pre-corso è stato tenuto da docenti dell'Università di Modena e Reggio Emilia, membri anche del Comitato locale di organizzazione del Simposio (Marina Cocchi, Mario Li Vigni, Giorgia Foca, Alessandro Ulrici).

I lavori del simposio sono stati suddivisi in 5 sessioni plenarie che prevedevano interventi ad invito (6), comunicazioni orali (16) e comunicazioni flash relative ai contributi poster (19). Ogni sessione è stata dedicata all'approfondimento delle conoscenze di un settore applicativo specifico: dall'agro-alimentare, all'imaging iperspettrale, alla strumentazione portatile, fino alle applicazioni industriali della tecnologia NIR, all'ambito bio-medico ed infine allo sviluppo di metodi di trattamento ed elaborazione dei dati spettrali.

La relazione di apertura è stata tenuta Marena Manley del Department of Food Science, Stellenbosch University, Stellenbosch, South Africa. La prof. Manley, oltre che affermato ricercatore nel campo delle misure spettrali nel vicino infrarosso, è Presidente del Comitato Internazionale di Spettroscopia NIR (ICNIRS) ed è stato quindi un onore averla ospite del simposio italiano. Ha fornito una panoramica molto esauriente sulle recenti applicazioni di questa tecnica, in particolare per la repressione delle frodi alimentari negli olii di oliva, nelle carni di specie diversa, nei prodotti ittici e nelle polveri di latte. Lo sviluppo di tecnologie nel campo delle immagini sia bi- che tri-dimensionali consente oggi una più accurata definizione della qualità e della sicurezza dei prodotti. Si moltiplicano gli esempi di applicazioni in vari campi di strumenti miniaturizzati, che permettono misure qualitative in campo o misure di componenti durante processi industriali direttamente sulle linee di produzione.

La sessione dedicata all'Hyperspectral Imaging<sup>10,11</sup>, moderata da Tiziana Cattaneo, è stata aperta con una keynote tenuta da James Burger della BurgerMetrics SIA, di Riga, Lettonia, ed ha ospitato 2 comunicazioni orali che hanno riguardato l'elaborazione delle immagini per problemi di classificazione e lo sviluppo di un metodo per il riconoscimento di tracce di esplosivo sulle persone.

Nella keynote il dott. Burger, ha illustrato i principi base della tecnologia di acquisizione delle immagini iperspettrali e la successiva fase di elaborazione dei milioni di spettri acquisiti al fine di determinare, componenti chimici, proprietà o struttura di un oggetto, offrendo alcuni esempi concreti di applicazioni. Purtroppo, dobbiamo comunicare la recente e prematura scomparsa del dott. Burger, di cui ci mancheranno la competenza, la vitalità, la passione, le idee ed i progetti sempre stimolanti per la comunità NIR internazionale, questo ci rende ancor più preziosa la sua partecipazione al nostro simposio italiano.

La sessione dedicata alla strumentazione portatile, moderata da Paolo Berzagli dell'Università di Padova, ha visto la presentazione di applicazioni NIR nel settore ortofrutticolo (determinazione della shelf-life), degli insilati e del legno (indagini su parametri strutturali), con presentazioni di contributi poster per applicazioni nel settore agro-alimentare (trattando problematiche di autenticazione e adulterazione per un ampio spettro di prodotti quali caffè, pasta di pistacchio, formaggio, riso, uva, mais, olive ecc.).

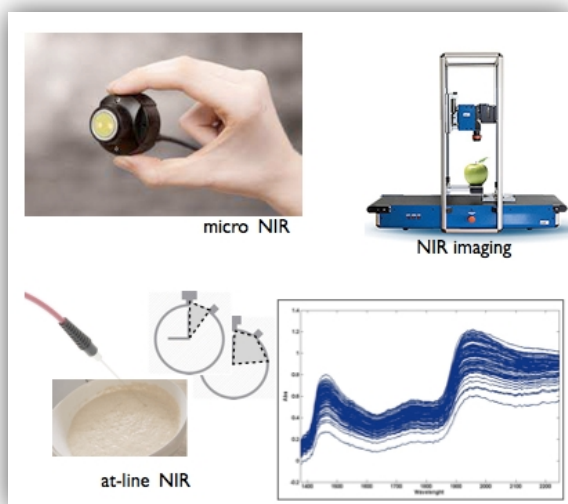
Le sessioni dedicate alle applicazioni in ambito agroalimentare sono state moderate da Ernestina Casiraghi dell'Università di Milano e da Roberto Piro dell'Istituto Zooprofilattico delle Venezie, le quattro comunicazioni orali hanno trattato lo sviluppo di metodiche NIR per prodotti, quali il lupino bianco (contenuto di alcaloidi), rosmarino (provenienza), pesce (riconoscimento prodotti congelati da freschi), miele (origine botanica).

La seconda relazione internazionale ad invito è stata presentata da Katherine Bakeev della BB&W TEC Inc., di Newark, Delaware, USA nota esperta di Process Analytical Technology, autrice di più volumi sul tema e past President della Society of Applied Spectroscopy. La dott. Bakeev ha fornito, partendo da un'analisi retrospettiva, una panoramica ampia sull'impiego della spettroscopia NIR quale elemento di sviluppo della

tecnologia analitica di processo (PAT). Ha illustrato i principi su cui si basa l'applicazione della tecnica NIR nello sviluppo di una metodologia analitica di processo al fine di migliorare la qualità, la sicurezza e l'efficienza dei processi tecnologici e di trasformazione, mettendo in luce gli aspetti maggiormente critici nella progettazione dell'acquisizione e gestione dei dati spettrali fornendo anche alcune linee guida.

Nonostante, la normativa PAT sia stata emanata da FDA (Food and Drug Administration) nel 2004, la sua applicazione non è ancora così diffusa, in particolare, nel contesto italiano; è stata quindi molto efficace la keynote di Manel Bautista Mercader di Kymos Pharma Services, Spagna, che ha aperto la sessione dedicata alle applicazioni industriali e monitoraggio di processo (moderatori Elena Tamburini dell'Università di Ferrara e Manuel Bellasi di m-Squared Consulting, Milano),

focalizzata sull'applicazione della spettroscopia NIR nel miglioramento dell'efficienza e produttività nell'industria farmaceutica. Il dott. Bautista ha ricordato come nel settore farmaceutico sia critico lo sfasamento temporale tra la produzione dei lotti e la certificazione e la valutazione dei parametri di qualità. Pertanto, la possibilità offerta dalla tecnica NIR di esecuzione del controllo di processo in tempo reale (con risultati che è stato ampiamente dimostrato come siano in pieno accordo con le più consolidate/classiche tecniche cromatografiche) fornisca un reale vantaggio. Tuttavia, ha sottolineato, le aziende percepiscono come limitazione a questo approccio da un lato le stringenti richieste regolamentari relative alla certificazione del dato analitico e la tardiva inclusione del NIR tra le metodiche certificabili, dall'altro il fatto che l'impiego del NIR implica l'uso della chemiometria, che è ancora raramente presente nel bagaglio culturale dei manager che prendono le decisioni finali ed in molti dei tecnici che operano in produzione. Al contrario, gli esempi concreti, provenienti dalle applicazioni implementate in Kymos, discussi durante la relazione, hanno mostrato come NIR e chemiometria possono essere implementati in tempo reale e testimoniano che l'attuazione di PAT è plausibile e altamente benefica.



I contributi italiani alla stessa sessione hanno riguardato la caratterizzazione strutturale ed ottica di polimeri fluorurati, il controllo in continuo di componenti di reazione e del rapporto di riciclo, nonché l'applicazione dell'imaging NIR iperspettrale per la rilevazione di corpi estranei sulla linea di processo.

Da sottolineare lo spazio dedicato all'applicazione della spettroscopia NIR nella ricerca biomedica, attraverso una relazione ad invito predisposta da Simone Cutini dell'Università di Padova, che però, causa improvviso e inderogabile impegno, non ha potuto essere presente. La sua relazione è stata presentata da Paolo Miolo ed ha riguardato l'impiego della spettroscopia funzionale nel vicino infrarosso come metodo alternativo non invasivo di neuro-immagine in quanto permette di raccogliere informazioni sull'attività corticale in una varietà di situazioni che non possono essere esplorate in maniera soddisfacente con la risonanza magnetica funzionale o l'elettroencefalografia.

La sessione dedicata ai metodi chemiometrici (moderatori Monica Casale, dell'Università di Genova e Alessandro Ulrici) e trattamento dei dati spettrali, è stata aperta da una keynote di Marina Cocchi dell'Università di Modena e Reggio Emilia che ha fornito una panoramica degli strumenti chemiometrici applicabili per il monitoraggio dei processi, la determinazione della variabilità delle materie prime e lo sviluppo di carte di controllo multivariate, sottolineando come l'impiego del NIR va ben oltre lo sviluppo di calibrazioni multivariate. Gli altri contributi orali alla sessione hanno toccato temi rilevanti, come la

validazione e metodologie più efficaci per lo sviluppo di modelli di calibrazione e classificazione, applicazioni importanti come il monitoraggio del processo di fermentazione della birra con metodi innovativi di analisi dati, ed infine l'interpretazione e l'uso di tecniche di spettroscopia di correlazione bidimensionale (2DCOS) nello studio di reazioni di polimerizzazione.

La collocazione dell'evento all'interno della struttura della Camera di Commercio di Modena, nella prestigiosa Sala Leonelli, ha permesso di realizzare in un'area attigua alla sala conferenze una zona espositiva per dare spazio alle ultime novità strumentali e nella quale è stata allestita anche la sessione



poster così da favorire un proficuo scambio di informazioni ed esperienze tra ricercatori, utilizzatori e sviluppatori di strumentazione NIR discutendo gli aspetti più critici e le novità più rilevanti per il mondo industriale/commerciale.

Durante il simposio si è tenuta anche l'Assemblea dei Soci di SISNIR per l'approvazione del bilancio della Società e l'elezione del Comitato direttivo che resterà in carica fino al prossimo simposio del 2016. Durante l'Assemblea sono state avanzate anche le candidature per ospitare il 7° Simposio (settembre 2016) dall'Università degli Studi di Milano, dall'Università la Sapienza di Roma e dal CNR di San Michele all'Adige. Dalle votazioni è risultata vincitrice l'Università di Milano, che avrà quindi il compito di organizzare il prossimo simposio. Durante l'assemblea è stato anche ricordato che gli eventuali proventi derivanti dalla manifestazione verranno destinati come contributi finanziari alla partecipazione di ricercatori italiani alla prossima conferenza internazionale (ICNIR 2015) che si terrà in Brasile il prossimo autunno.

Al termine del simposio, grazie al lavoro dei membri del comitato scientifico, è stato possibile valutare i contributi presentati secondo criteri omogenei ed oggettivi ed assegnare due premi in denaro ai migliori contributi orali (Cristina Alamprese, Ernestina Casiraghi: "Applicazione della spettroscopia IR alla discriminazione di filetti di pesce freschi e congelati" - Dipartimento di Scienze per gli Alimenti, la Nutrizione e l'Ambiente, Università degli Studi di Milano) e poster (G. Foca, A. Ulrici, C. Ferrari, R. Calvini, M.C. Ielo, G. Minelli, D.P. Lo Fiego: "Applicazione della spettroscopia FT-NIR per la determinazione degli

acidi grassi e del numero di iodio in campioni di grasso suino prelevati da diversi strati sottocutanei” - Dipartimento di Scienze della Vita, Università di Modena e Reggio Emilia).

Le considerazioni finali sono state esplicitate dal Presidente SISNIR che ha posto l'accento su alcuni aspetti chiave che hanno caratterizzato questa edizione. In primo luogo l'elevato livello scientifico dei contributi italiani presentati e confermato dai commenti estremamente positivi dei relatori stranieri intervenuti.

La fattiva collaborazione del mondo industriale, che ad oggi partecipa per circa il 18% alla manifestazione, supporta una linea di tendenza convergente tra due mondi difficili da avvicinare nel contesto italiano: questa considerazione permette di essere positivi circa la sensibilizzazione verso un tipo di approccio integrato che permette di unire sempre più l'esigenza del mondo industriale alle conoscenze e competenze proprie del mondo accademico e scientifico con l'unione sinergica di forze in grado di meglio affrontare problematiche importanti per un effettivo aiuto all'economia del sistema Italia con conseguente implementazione della competitività italiana.

In questa edizione, pur prevalendo come di tradizione in Italia le applicazioni nel settore agro-alimentare, che hanno riguardato il 75% degli studi presentati, si evidenzia la presenza di contributi nel settore chimico, farmaceutico e industriale. Lo stato della ricerca italiana di settore si posiziona sicuramente ad un livello medio-alto nel contesto europeo ed internazionale, con un perfetto allineamento in termini di approccio, di tematiche e di sviluppo di applicazioni nei diversi settori. Alcuni elementi innovativi sono infine emersi riguardo nuovi settori d'investigazione, a dimostrazione che futuri sviluppi sono prevedibili in settori di ricerca che siano in grado di sviluppare modelli utili a supportare ricerche nel settore del miglioramento genetico e delle bio-tecnologie.

Gli Atti del Simposio contenenti i testi dei lavori scientifici sono già disponibili (ISBN 9788890406485) e possono essere richiesti a [segreteria@sisnir.org](mailto:segreteria@sisnir.org).

Si vuole ricordare il lavoro svolto dal Direttivo uscente [Tiziana M.P. Cattaneo (presidente), Roberto Giangiacomo, Elena Tamburini, Paolo Miolo, Marina Cocchi] che ha garantito non ultimo il successo anche di questa manifestazione ed augurare buon lavoro al nuovo gruppo che gestirà le attività associative per il prossimo biennio [Tiziana M.P. Cattaneo (presidente), Monica Casale, Ernestina Casiraghi, Federico Marini, Marina Cocchi].

Un ringraziamento particolare va per questa edizione al Ministero delle Politiche Agricole, Alimentari e Forestali che ha creduto nella validità dell'iniziativa contribuendo anche finanziariamente alla realizzazione del Simposio. Un grazie sincero alle aziende che sostengono l'Associazione e/o l'evento specifico in qualità di sponsor ed espositori.

Non ultimo vorremmo ricordare che la manifestazione ha ricevuto il patrocinio del Comitato Scientifico EXPO 2015 che ha espresso parere altamente positivo riguardo gli scopi ed i contenuti dell'evento.

Prossimi appuntamenti: IASIM-14, the Fifth IASIM Conference in Spectral Imaging, Roma 3-5 dicembre 2014 (<http://www.iasim14.iasim.net/>), ICNIRS ottobre 2015, Brasile (<http://nir2015.com.br/>); NIR Italia 2016, settembre 2016, Milano.

Infine, per gli interessati segnaliamo che nel sito <http://www.impublications.com> sono presenti i link alle principali riviste del settore, *J. Near Infrared Spectroscopy*, *NIR news*, *J. Spectral Imaging*.

---

### BIBLIOGRAFIA

<sup>1</sup> K.A. Bakeev, *Process Analytical Technology: Spectroscopic Tools and Implementation Strategies for the Chemical and Pharmaceutical Industries*, 2<sup>nd</sup> Ed., Wiley, 2010, 557.

<sup>2</sup> B.G. Osborne, *Handbook of near-infrared analysis*, 3<sup>rd</sup> ed, D.A. Burns, E.W. Ciurczak (Eds.), CRC Press. New York, 2008, 399.

<sup>3</sup> M. Li Vigni *et al.*, *Anal. Chim. Acta*, 2009, **642**, 69.

<sup>4</sup> G. Fox, M. Manley, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2014, **94**, 174.

<sup>5</sup> S.E. Holroyd, *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 2013, **21**, 311.

<sup>6</sup> T.M.P. Cattaneo, S.E. Holroyd, *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 2013, **21**, 341.

<sup>7</sup> L. Martínez *et al.*, *Int. J. Pharmaceutics*, 2013, **451**, 67.

<sup>8</sup> J.G. Rosas *et al.*, *Talanta*, 2012, **97**, 163.

<sup>9</sup>M. Li Vigni *et al.*, Monitoring Flour Performance in Bread Making. V.R. Preedy *et al.* (Eds.), in *Flour and Breads and their Fortification in Health and Disease*, Academic Press, London, 2011, ch. 2, 15.

<sup>10</sup>A. Gowen, E. Gaston, J. Burger, *Hyperspectral imaging in process analytical technology for the food industry*. Springer; 2012.

<sup>11</sup>J.M. Amigo *et al.*, *Trac. Trend Anal. Chem.*, 2008, **27**, 696.