

National Symposium of NIR Spectroscopy


NIR Italia online

24-25 February 2021

 waiting for Slovenia 2022

Book of abstracts



Welcome / Benvenuto

Gentili Soci, Colleghi ed Amici SISNIR,

sono molto felice di porgervi, a nome di tutto il Direttivo e mio personale, un caloroso benvenuto a questo importante appuntamento per la nostra Società.

Come prima cosa vorrei ringraziare tutto il Comitato Organizzatore di 'NIRItalia online 2021, waiting for Slovenia 2022', in particolar modo la nostra collega Anna Sandak per il grande lavoro svolto. Vorrei ringraziare tutti Voi per essere presenti così numerosi e ringraziare i relatori che interverranno in queste due giornate, in particolare gli invited speaker Dr. José Manuel Amigo e Dr. Ingunn Burud e la Prof.ssa Dolores Perez-Marin.

Un ringraziamento speciale va infine alle aziende che da sempre sostengono SISNIR e che hanno sponsorizzato questo evento: Bruker, Buchi, Hellma, Termo Fisher e Viavi.

Il programma scientifico di questo Congresso è ricco e stimolante e, nello specifico, accanto a tematiche di consolidata tradizione per la nostra Società, approfondirà anche argomenti e sfide più recenti.

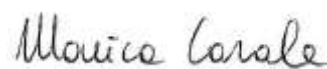
Ci auguriamo che questo evento, grazie alle relazioni scientifiche e ai numerosi momenti di confronto, possa offrire validi spunti di discussione concorrendo al raggiungimento degli obiettivi della Società, ossia quelli della formazione e divulgazione scientifica.

Quello che sicuramente ci mancherà sarà l'aspetto umano...prima di essere colleghi, siamo un gruppo di amici e il Simposio NIRItalia ha sempre rappresentato un momento unico di scambio scientifico ma anche di 'scambio di abbracci'.

L'Italia sta attraversando uno dei periodi più difficili dal secondo dopoguerra; ognuno di noi è stato toccato più o meno da vicino da questa triste situazione, ma se un lato positivo in tutto questo può esserci, è che questa pandemia ha fatto capire che la Ricerca Scientifica è il solo strumento di cui disponiamo per fronteggiare simili problemi su scala mondiale. Ci auguriamo che una volta usciti da questa emergenza l'attenzione nei confronti della Ricerca Scientifica, e dell'Istruzione e Cultura in genere, non cali.

Tornando alla nostra Società, noi del Direttivo crediamo che tanta strada sia stata fatta ma che tanta ne rimanga ancora da percorrere, anche in un'ottica di rafforzamento del rapporto e della collaborazione fra ricerca accademica e industria.

Pertanto, con la soddisfazione per le mete raggiunte e con lo sguardo rivolto ai nuovi obiettivi che cercheremo di realizzare grazie all'impegno e la partecipazione attiva di tutti, Vi auguriamo un buon NIRItalia online 2021, waiting for Slovenia 2022!



Monica Casale
(Presidente SISNIR)

NIRItalia online 2021 host welcome / Benvenuto dall'ospitante NIRItalia online 2021

We are very pleased to welcome you to “NIRItalia online 2021, waiting for Slovenia 2022” Organising the NIRItalia conference has been a point of pride for us at the University of Primorska and InnoRenew CoE. While we will miss having you all visit us for the event this year, we are happy that we could still manage to organize the conference for all the presenters and attendees to share and to continue moving the field ahead.

The NIRItalia online 2021 programme is filled with novel research, and we are looking forward to hearing all about it. We are sure the online conference will foster the open discussion and knowledge-sharing of past conferences and encourage you to reach out to your peers and carry on the discussions after the conference.

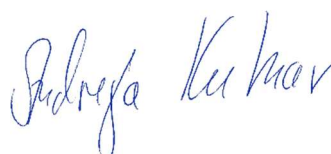
NIR spectroscopy is an exciting field with opportunities for many disciplines to contribute to its use and development. This sort of interdisciplinary field is exciting for us, and why the University of Primorska and InnoRenew CoE have invested in personnel and NIR spectroscopy equipment to help shape the future of its use in science and industry. We look forward to 2022, when NIRItalia will return to its usual form and be hosted in Slovenia. At that point, construction of the new InnoRenew CoE building will be complete and we are eager to invite you to visit.

On behalf of both the University of Primorska and the InnoRenew CoE, we would like to thank the organizing committee for their hard work, the participants for submitting their work, and all attendees for their patience and interest in NIR spectroscopy. We wish you well and welcome you to “NIRItalia online 2021, waiting for Slovenia in 2022.”



Michael Burnard, PhD
Deputy Director
InnoRenew CoE

Assistant Professor
Programme Coordinator, Data Science
Master's Degree Programme
University of Primorska



Andreja Kutnar, PhD
Director
InnoRenew CoE

Professor
Programme Coordinator,
Renewable Materials and Healthy
Built Environment PhD
Programme
University of Primorska

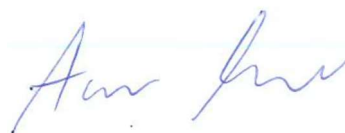
NIRItalia online 2021 organizing committee welcome / Benvenuto dal comitato organizzativo NIRItalia online 2021

Following the pandemic situation that continues to affect Europe and the whole World, Consiglio Direttivo SISNIR decided to postpone our regular NIRItalia Symposium to year 2022. In the meantime, we agreed that it is important to organize an additional event entitled “NIRItalia online 2021, waiting for Slovenia 2022”, which we do believe is a great opportunity to see each other, at least virtually, to present works, as well to exchange ideas, opinions, and future perspectives.

We are especially pleased to present you two distinguished keynote speakers, and dear Friends, Dr Ingunn Burud and Dr José Manuel Amigo who will share with us their years of experiences with NIR spectroscopy by presenting the cutting-edge research in our field. We are also happy to have with us Prof Dolores Perez-Marin who will introduce the new COST action CA19145 “European Network for assuring food integrity using non-destructive spectral sensors”, that is closely related to our SISNIR activities.

Please notice that abstracts submitted by you are available in SISNIR community at Zenodo.org repository. You can access these with the QR code provided below. We do hope that the content of this virtual event will be interesting for you and may encourage you to join us next year in Koper.

Wishing you a fruitful and inspirational time,



Anna Sandak on behalf of “NIRItalia online 2021” organizing committee



Conference chairpersons / Presidenti di conferenza

- Monica Casale, *University of Genoa, DIFAR*
- Anna Sandak, *InnoRenew CoE, University of Primorska, FAMNIT*

Scientific committee / Comitato scientifico

- Monica Casale, *University of Genoa, DIFAR*
- Silvia Grassi, *University of Milan, DeFENS*
- Cristina Malegori, *University of Genoa, DIFAR*
- Federico Marini, *Sapienza University of Rome, Chemistry Department*
- Anna Sandak, *InnoRenew CoE, University of Primorska, FAMNIT*
- Jakub Sandak, *InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM*
- Alessandro Ulrici, *University of Modena and Reggio Emilia, Department of Life Sciences*

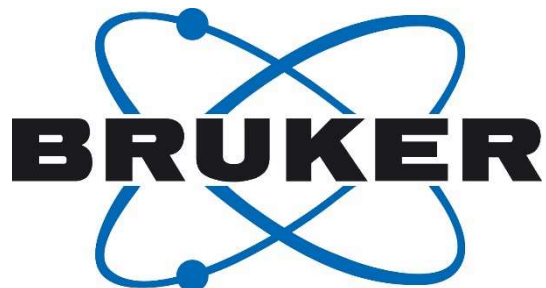
Organizing committee / Comitato organizzatore

- Liz Dickinson, *InnoRenew CoE*
- Oihana Gordobil, *InnoRenew CoE*
- René Herrera, *InnoRenew CoE, University of the Basque Country*
- Veerapandian Ponnuchamy, *InnoRenew CoE*
- Faksawat Poohphajai, *InnoRenew CoE*
- Lea Primožič, *InnoRenew CoE*
- Hana Remešová, *InnoRenew CoE*
- Nežka Sajinčič, *InnoRenew CoE, University of Primorska, PEF*
- Anna Sandak, *InnoRenew CoE, University of Primorska, FAMNIT*
- Amy Simmons, *InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM*
- Tine Šukljan, *InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM*
- Domen Vake, *InnoRenew CoE*

Editors / Editrici

- Anna Sandak, *InnoRenew CoE, University of Primorska, FAMNIT*
- Nežka Sajinčič, *InnoRenew CoE, University of Primorska, PEF*
- Hana Remešová, *InnoRenew CoE*
- Elizabeth Dickinson, *InnoRenew CoE*

Sponsors / Sponsor



Patronage / Patrocini



Program / Programma

Day 1 24.02.2021

Hour	Presenter	Title
09:15	Monica Casale	Welcome from SISNIR, InnoRenew CoE and organizing committee
09:25	Tine Šukljan	Explanation how to use ZOOM
09:30	José Manuel Amigo	Keynote 1: To what Extent can We detect Microplastics with NIR Imaging
10:00		Discussion
10:10		Break



Agro-food oral session 1, chair Silvia Grassi

10:20	Alessandro Giraudo	NIR and Visible Spectroscopies coupled with chemometrics for the evaluation of edible seed oils quality evolution during storage under different illumination conditions
10:30	Marilena Paolini	Durum Wheat quality prediction for breeding purposes with NIRS
10:40	Francesca Di Donato	Sequential data fusion techniques for the authentication of the P.G.I. Senise ("Crusco") pepper bell
10:50		Discussion
11:00		Sponsors session #1 BUCHI
11:10		Break



Agro-food oral session 2, chair Silvia Grassi

11:20	Lorenzo Strani	Assessment of frying oil quality by FT-NIR spectroscopy
11:30	Stefania Costa	Selection of intact garlic cloves for in-field sowing based on NIR spectroscopy attribution of grade of infection
11:40	Andrea Casson	Near infrared spectroscopy as a green technology for more sustainable analyses on intact olive and olive oil
11:50		Discussion
12:00		Sponsors session #2 Thermo Fisher Scientific



Agro-food poster session, chair Silvia Grassi

12:10	Marco Bragolusi	A data fusion model of NIR and RAMAN techniques for the geographical screening of Italian extra virgin olive oil
12:12	Ilaria Lanza	NIR spectroscopy application for assessment of the PDO Asiago cheese variety
12:14	Eleonora Loffredi	Development of a Diffuse Reflectance FT-NIR Spectroscopy Method for the Shell Egg Quality Assessment
12:16	Valentina Giovenzana	Packaging influence in optical analysis of minimally processed and ready to eat <i>Valerianella locusta</i> L. by visible/near infrared (vis/NIR) spectroscopy to monitor shelf life
12:18	Cristina Alamprese	Prediction of Olive Chemical Characteristics by FT-NIR Spectroscopy
LUNCH UNTIL 14:00		



Functional NIR oral session, chair Federico Marini

14:00	Nežka Sajinčič	Brain Imaging with Functional Near-Infrared Spectroscopy in Educational Research
14:10	Abimbola Y. Ikoyi	Impact of Sample Volume and Wavelength Region on Near Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS) Prediction of Inorganic Nutrient Components in Equine Faeces
14:20		Discussion
14:30		Sponsors session #3 BRUKER
14:40		Break



Imaging oral session, chair Cristina Malegori

14:50	Rosalba Calvini	NIR-Hyperspectral Imaging for the quantification of rind percentage in grated Parmigiano Reggiano cheese
15:00	Jakub Sandak	Characterization of heritage objects with NIR hyperspectral imaging
15:10	Giorgia Sciutto	Clustering-based automated data-reduction for the processing of hyperspectral data on paintings
15:20		Discussion
15:30	Mohamad Ahmad	Recovering biological fluids signature from near-infrared hyperspectral images
15:40	Vicky Caponigro	Identification of dried bacteria related to dairy industry using NIR Spectral Imaging at different spatial scales
15:50		Discussion
16:00		Break



Forestry-wood oral session, chair Jakub Sandak

16:10	Manuela Mancini	Use of infrared spectroscopy for a sampling study of waste wood samples in a panel board industry
16:20	Veerapandian Ponnuchamy	Stability of cellulose in water cluster – insight from density functional theory and infrared spectroscopy
16:30	Oihana Gordobil	Study of lignin-water molecular interactions using NIR spectroscopy: the effect of the drying process of the hardwood kraft lignin
16:40	Jakub Sandak	Off-line timber sorting with portable NIR spectrometer – feasibility study for glulam production
16:50		Discussion
17:00		Closing of the day 1

Day 2 25.02.2021

Hour	Presenter	Title
09:15	Monica Casale	Welcome from SISNIR, and organizing committee
09:25	Tine Šukljan	Explanation how to use ZOOM
09:30	Ingunn Burud	Keynote 2: NIR spectral imaging as a tool in basic and applied research, from astronomy to wood science
10:00		Discussion
10:10	Lola Perez Marin	Presentation of the COST Action CA 19145
10:20		Break



Portable instruments, PAT & Industry oral session, chair Alessandro Ulrici

10:30	Alessio Tugnolo	Stand-alone LED sensors for future field monitoring of grape (<i>Vitis vinifera</i> L.) ripeness
10:40	Morandise Rubini	Applicability of a Handheld NIR spectrometer to determine the quality of maritime pine resin (<i>Pinus pinaster</i>) in situ forest
10:50	Paolo Berzaghi	Performances of handheld NIR instruments on wet and dry forages
11:00		Discussion
11:10	Silvia Grassi	A PAT approach for common wheat with IIoT NIR devices
11:20	Monica Casale	NIR spectroscopy for Engine Oil characterisation
11:30		Discussion
11:40		Sponsors session #4 VIAVI
11:50		Break



Chemometrics, aquaphotomics and pharma oral session, chair Monica Casale

12:00	Nicola Cavallini	Exploring common and distinct information among three different kinds of NIR instruments by means of chemometrics
12:10	Federico Marini	Preprocessing revisited
12:20	Tiziana Cattaneo	NIRS and Aquaphotomics for the Evaluation of the Efficiency of Solar Dehydration Processes
12:30	Ilaria Lanza	Bee pollen pyrrolizidine alkaloids detection by NIR spectroscopy
12:40		Discussion
12:50		Sponsors session #5 Hellma



Portable instruments, PAT & Industry poster session, chair Alessandro Ulrici

13:00	Valentina Giovenzana	Experimentation of an optical prototype for monitoring the ripening of table tomatoes (<i>Solanum lycopersicum</i> L., Marinda F1) and oil olives (<i>Olea europaea</i> L.)
13:02	Paolo Berzaghi	Forage calibration transfer between near infrared laboratory and handheld instruments
13:04	Daniela Summa	NIR spectroscopy-based determination of carotenoids content in ice-cream supplemented with carrot lyophilized extract
13:06	Silvia Grassi	SUPERCHILL! Study of ice crystal formation in beef

13:08	Best oral and best poster voting
	LUNCH UNTIL 14:30
14:30	SISNIR assembly
16:30	Closing of the conference

Contents / Contenuti

KEYNOTE 1: To What Extent Can We Detect Microplastics with NIR Imaging?	15
NIR and Visible spectroscopies coupled with chemometrics for the evaluation of edible seed oils quality evolution during storage under different illumination conditions	17
Valutazione dell'evoluzione della qualità dell'olio di semi conservato in differenti condizioni di illuminazione mediante spettroscopie NIR e Visibile abbinate all'analisi chemiometrica dei dati	18
Durum wheat quality prediction for breeding purposes with NIRS.....	19
Analisi predittive della qualità del grano duro finalizzate alla selezione varietale eseguite tramite NIRS	20
Sequential data fusion techniques for the authentication of the P.G.I. Senise ("Crusco") pepper bell	21
Autenticazione del peperone di Senise ("Crusco") IGP mediante tecniche di <i>data fusion</i> sequenziale	22
Assessment of frying oil quality by FT-NIR spectroscopy	23
Valutazione della qualità dell'olio di frittura mediante spettroscopia FT-NIR	24
Selection of intact garlic cloves for in-field sowing based on NIR spectroscopy attribution of grade of infection.....	25
Selezione di spicchi d'aglio intatti per la semina in campo basata sull'attribuzione del grado di infezione mediante spettroscopia NIR	26
Near-infrared spectroscopy as a green technology for more sustainable analyses on intact olive and olive oil.....	27
La spettroscopia nel visibile e vicino infrarosso come tecnologia <i>green</i> per analisi più sostenibili su campioni di olive e di olio d'oliva.....	28
A data fusion model of NIR and RAMAN techniques for the geographical screening of Italian extra virgin olive oil.....	29
Creazione modello data fusion tra metodica NIR e Raman, per lo screening geografico dell'olio EVO di origine italiana.	30
NIR spectroscopy application for assessment of the PDO Asiago cheese variety	31
Applicazione della spettroscopia NIR per la stima di varietà di Asiago DOP	32
Development of a Diffuse Reflectance FT-NIR Spectroscopy Method for the Shell Egg Quality Assessment	33

Sviluppo di un metodo FT-NIR in riflettanza diffusa per la valutazione della qualità delle uova in guscio	34
Packaging influence in optical analysis of minimally processed and ready to eat <i>Valerianella locusta</i> L. by visible/near-infrared (vis/NIR) spectroscopy to monitor shelf life.....	35
Influenza del packaging nell'analisi ottica di <i>Valerianella Locusta</i> L. di I e IV gamma mediante spettroscopia nel visibile/vicino infrarosso (vis/NIR) per il monitoraggio della shelf life	36
Prediction of Olive Chemical Characteristics by FT-NIR Spectroscopy.....	37
Predizione delle Caratteristiche Compositive di Olive mediante Spettroscopia FT-NIR	38
Brain Imaging with Functional Near-Infrared Spectroscopy in Educational Research.....	40
Imaging Cerebrale con Spettroscopia Funzionale nel Vicino Infrarosso nella Ricerca Educativa	42
Impact of Sample Volume and Wavelength Region on Near-Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS) Prediction of Inorganic Nutrient Components in Equine Faeces	44
Impatto del volume del campione e della regione di lunghezze d'onda sulla spettroscopia di riflettanza nel vicino infrarosso (NIRS) Previsione di componenti nutritivi inorganici nelle feci equine	45
NIR-hyperspectral imaging for the quantification of rind percentage in grated Parmigiano Reggiano cheese.....	47
Imaging iperspettrale nel vicino infrarosso per la determinazione della percentuale di crosta in campioni di Parmigiano Reggiano grattugiato	48
Characterization of heritage objects with NIR hyperspectral imaging.....	49
Caratterizzazione di oggetti del patrimonio culturale con immagini iperspettrali NIR.....	51
Clustering-based automated data reduction for the processing of hyperspectral data on paintings	53
Selezione automatica di regioni di interesse basata sul clustering, per l'elaborazione di dati iperspettrali NIR ottenuti su dipinti	54
Recovering biological fluids signature from near-infrared hyperspectral images.....	55
Recupero della firma dei fluidi biologici dall'iperspettrale nel vicino infrarosso immagini .	56
Identification of dried bacteria related to dairy industry using NIR spectral imaging at different spatial scales.....	57

Identificazione di batteri di rilevanza per l'industria lattiero-casearia utilizzando immagine spettrale NIR a diverse scale spaziali.....	58
Use of infrared spectroscopy for a sampling study of waste wood samples in a panel board industry	60
Uso della spettroscopia infrarossa in uno studio di campionamento del legno di scarto in un'industria di pannello	62
Stability of cellulose in water cluster—insight from density functional theory and infrared spectroscopy	64
Stabilità della cellulosa nel cluster di acqua- approfondimento della teoria del funzionale della densità e della spettroscopia infrarossa	66
Study of lignin-water molecular interactions using NIR spectroscopy: The effect of the drying process of the hardwood kraft lignin.....	68
Off-line timber sorting with portable NIR spectrometer—feasibility study for glulam production.....	70
Smistamento off-line del legname con spettrometro NIR portatile - studio di fattibilità per la produzione di glulam.....	72
KEYNOTE 2: NIR spectral imaging as a tool in basic and applied research, from astronomy to wood science.....	74
SENSORFINT: European Network for assuring food integrity using non-destructive spectral sensors.....	75
Stand-alone LED sensors for future field monitoring of grape (<i>Vitis vinifera</i> L.) ripeness.....	77
Sensori LED autonomi per un futuro monitoraggio della maturazione dell'uva (<i>Vitis vinifera</i> L.)	78
Applicability of a handheld NIR spectrometer to determine the quality of maritime pine resin (<i>Pinus pinaster</i>) in-situ forest.....	79
Impiego dello spettrometro portatile NIR per la determinazione in situ della qualità della resina di pino marittimo (<i>Pinus pinaster</i>).....	81
Performances of handheld NIR instruments on wet and dry forages.....	83
A PAT approach for common wheat with IIoT NIR devices.....	84
Un approccio PAT per la qualità del grano tenero con strumenti IIoT NIR.....	85
NIR Spectroscopy for Engine Oil Characterisation	86
Spettroscopia NIR per la caratterizzazione dell'olio motore.....	87

Exploring common and distinct information among three different kinds of NIR instruments by means of chemometrics.....	89
Exploring common and distinct information among three different kinds of NIR instruments by means of chemometrics.....	91
Preprocessing revisited	93
NIRS and Aquaphotomics for the Evaluation of the Efficiency of Solar Dehydration Processes	94
NIRS e Aquaphotomics per la Valutazione dell'Efficienza di Processi di Disidratazione Solare	95
Bee pollen pyrrolizidine alkaloids detection by NIR spectroscopy	96
Rilevo di alcaloidi pirrolizidinici in polline d'api mediante spettroscopia NIR.....	97
Experimentation of an optical prototype for monitoring the ripening of table tomatoes (<i>Solanum lycopersicum</i> L., Marinda F1) and oil olives (<i>Olea europaea</i> L.).....	99
Sperimentazione di un prototipo di sistema ottico per il monitoraggio della maturazione del pomodoro da mensa (<i>Solanum lycopersicum</i> L., Marinda F1) e dell'oliva da olio (<i>Olea europaea</i> L.)	100
Forage calibration transfer between near infrared laboratory and handheld instruments	101
NIR spectroscopy-based determination of carotenoids content in ice cream supplemented with carrot lyophilized extract	102
Determinazione del contenuto di carotenoidi nel gelato addizionato con estratto di carota liofilizzato mediante spettroscopia NIR.....	103
SUPERCHILL! Study of ice crystal formation in beef.....	104
SUPERCHILL! Studio della formazione di cristalli di ghiaccio in prodotti carnei.....	105

KEYNOTE 1: To What Extent Can We Detect Microplastics with NIR Imaging?

José Manuel Amigo^{1,2*}, Reaha Goyetche²

¹IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, Plaza Euskadi 5, 48009 Bilbao, Spain

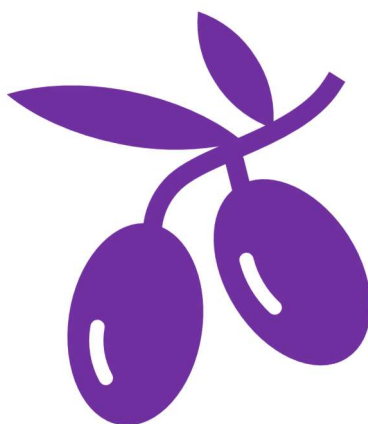
²IBeA, Department of Analytical Chemistry, University of the Basque Country, 48940 Leioa, Spain

Near-infrared hyperspectral imaging (NIR-HSI) is seen as a plausible analytical choice to detect diverse microplastics in natural samples in real-time (bearing in mind that a microplastic size range is from 1000 to 0.1 microns). Undoubtedly, the ability to collect precise spectral information of a surface at a suitable spatial level, together with the appropriate chemometric methods, makes NIR-HSI a suitable methodology to create reliable analytical methodologies. Nevertheless, there are an important number of analytical concerns that require a deep understanding of the interactions between NIR radiation, microplastics, and the matrices in which microplastics are located. These include spatial resolution and the spectral resolution of the camera affecting the limit of detection of the methodology, the presence of the plausible interference, the surface roughness, the speed of the measurement, and the generation of proper databases and their usage.

This presentation will discuss the aforementioned points through a critical lens to face different issues and suggest plausible solutions. To do so, several controlled simulations of real scenarios will be studied by using standardized beach sand and microparticles of common plastics (polypropylene and polystyrene) with different particle sizes (ranging from 2000 to 20 microns). The measurements will be done with a bench-top push-broom NIR-HSI equipment working in the range of 1000–1600 nm at different spatial resolutions (from 100 to 25 microns). Topics addressed and discussed will include the minimum spatial and spectral resolution required to detect the microplastics (spatial and spectral multivariate limit of detection with different particle sizes and interferences) and the feasibility/reliability of creating databases to use them.

Keywords: NIR imaging, microplastics, limit of detection, classification, database, cluttering methods

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4549091>



Agro-food / Agro-alimentare

Chair: Silvia Grassi

NIR and Visible spectroscopies coupled with chemometrics for the evaluation of edible seed oils quality evolution during storage under different illumination conditions

A. Giraudo^{1*}, N. Cavallini¹, G. Gavoci¹, F. Geobaldo¹, F. Savorani¹

¹ Department of Applied Science and Technology, Polytechnic of Turin, C.so Duca degli Abruzzi, 24 – 10129 Turin, Italy; alessandro.giraudo@polito.it

Preservation from uncontrolled temperature and light conditions plays a paramount role in the nutritional and organoleptic properties of food during shelf-life. In particular, bottled edible seed oils are remarkably sensitive to thermal- and photo-degradation if poorly stored, leading to a potential negative impact on the consumer's expectations and experience (Spatari et al., 2017).

This study was focused on evaluating the effects of different lighting conditions on the quality composition of seed oils, during shelf-life, by simulating the daily storage conditions of a common supermarket. The oils were obtained, using a screw press, from three different vegetable seeds, such as hemp, linseed, and sunflower, then promptly placed in dark glass bottles and stored under controlled temperature (20°C). The bottles were divided into two sets, which were exposed to different artificial light sources (neon and LED) with the same colour temperature (6500K) and light intensity (1500 lumen). The study was carried out for 12 months, sampling, every two months, one bottle of each set for each seed oil. Samples were analysed using NIR and Visible benchtop spectrometers. Seven analytical time points were thus considered (including the oil just after extraction), and a total of 351 NIR and 351 Vis spectra (including replicates) were obtained.

Principal component analysis (PCA) and multivariate curve resolution (MCR) models proved the capability of both NIR and Visible spectroscopy to detect the effect of storage time. For all the oil types, the most noticeable changes occurred within two months of storage while, after eight months, a remarkable oxidation was found. Moreover, differences between the illumination sources were pointed out, especially in the case of hemp oil, which was found to be more prone to photodegradation using neon rather than LED lamps.

Keywords: seed oils, lighting conditions, shelf-life, Vis-NIR spectroscopy, chemometrics

Acknowledgements: First author gratefully acknowledges "F.lli Ruata S.p.A.", sited in Baldissero d'Alba (CN), which kindly supplied the oil samples analysed in the work.

REFERENCES

Spatari, C., De Luca, M., Ioele, G., Ragno, G., 2017. A critical evaluation of the analytical techniques in the photodegradation monitoring of edible oils. *LWT - Food Sc. Technol.*, 76, 147–1.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4549244>

Valutazione dell'evoluzione della qualità dell'olio di semi conservato in differenti condizioni di illuminazione mediante spettroscopie NIR e Visibile abbinate all'analisi chemiometrica dei dati

A. Giraudo^{1*}, N. Cavallini¹, G. Gavoci¹, F. Geobaldo¹, F. Savorani¹

¹ Dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia, Politecnico di Torino, C.so Duca degli Abruzzi, 24 - 10129 Torino, Italia; alessandro.giraudo@polito.it

La protezione da condizioni incontrollate di temperatura e luce riveste un ruolo fondamentale nel preservare le proprietà nutritive ed organolettiche degli alimenti. In particolare, se non adeguatamente conservati, gli oli di semi risultano sensibili alla degradazione qualitativa indotta dal calore e dalla luce, causando un potenziale impatto negativo sulle aspettative del consumatore (Spatari et al., 2017).

Lo studio ha l'obiettivo di valutare gli effetti di diverse condizioni di illuminazione sulla composizione qualitativa degli oli di semi durante la conservazione, simulando la *shelf-life* del prodotto in un comune supermercato. Gli oli sono stati estratti, utilizzando una pressa a vite, da tre tipologie di semi (canapa, lino e girasole), prontamente collocati in bottiglie di vetro scuro e conservati a temperatura controllata (20°C). Le bottiglie sono state suddivise in due set esposti a sistemi di illuminazione diversi (Neon e LED) aventi stessa temperatura di colore (6500 K) ed intensità luminosa (1500 lumen). Lo studio è durato 12 mesi prelevando, ogni due mesi, una bottiglia da ciascun set per ogni tipologia di olio. I campioni sono stati analizzati utilizzando spettrometri NIR e Visibile da banco. Sono stati quindi considerati sette punti temporali analitici (incluso l'olio appena estratto) acquisendo, in totale (compresi replicati), 351 spettri NIR e 351 nel Visibile.

Dai modelli elaborati mediante Analisi delle Componenti Principali (PCA) e *Multivariate Curve Resolution* (MCR) è emersa la capacità da parte della spettroscopia NIR e Visibile di rilevare l'effetto del tempo di conservazione. Per tutte le tipologie di olio, i cambiamenti più evidenti si sono verificati nei primi due mesi di conservazione, mentre dopo otto mesi è stata riscontrata un'ossidazione piuttosto marcata. Sono inoltre scaturite differenze tra le fonti di illuminazione, specialmente nel caso dell'olio di canapa che è risultato più soggetto alla fotodegradazione utilizzando lampade al Neon rispetto alle lampade a LED.

Parole chiave: oli di semi, condizioni di illuminazione, *shelf-life*, Spettroscopia Vis-NIR, chemiometria.

Ringraziamenti: si ringrazia l'Azienda 'F.lli Ruata S.p.A.' sita in Baldissero d'Alba (CN) per aver gentilmente fornito i campioni di olio utilizzati nel presente studio.

RIFERIMENTI

Spatari, C., De Luca, M., Ioele, G., Ragno, G., 2017. A critical evaluation of the analytical techniques in the photodegradation monitoring of edible oils. *LWT - Food Sc. Technol.*, 76, 147–1.

Durum wheat quality prediction for breeding purposes with NIRS

M. Paolini^{1*}, A. Di Gianfelippo²

¹ R&D – Società Produttori Sementi S.p.A. – Via Macero, 1 40050 Argelato (BO) Italia,
marilena.paolini@syngenta.com

² Alma Mater Studiorum Università di Bologna, viale Fanin, 40, 40127 (BO) Italia, ant.dg94@gmail.com

Durum wheat quality for pasta making is strongly dependent on genetic traits of the varieties used and enhanced by good agricultural practices. It is strategic for this crop that the breeding process is assisted by the evaluation of qualitative performance. The direct measurement of quality is carried out with time- and resource-consuming techniques; in addition, sometimes these techniques are not compatible with the grain quantity generated during the breeding cycles. Therefore, predictive methods are adopted whenever possible, together with the statistical analysis of results obtained from replicates, locations, and years. At the R&D laboratory of Società Produttori Sementi (PSB), we apply high-throughput techniques and tools in order to perform predictive analysis of durum wheat quality during the breeding process, which is aimed to obtain new varieties with a high and stable quality for the pasta industry. Among the techniques used, NIRS analysis plays a key role. It is performed, through a monochromator NIR + VIS and an FT-NIR instrument, on whole or ground grains. In-house calibrations are developed based on samples from experimental plots, quite heterogeneous as to origin, cultivation method, and selection generation. In addition to the consolidated and regularly updated predictive models (protein content, vitreousness, yellow index, test weight), in this paper, new calibrations have been investigated regarding other qualitative traits of grain (average grain weight, black point, fusarium damage) or semolina (colour indexes, gluten quality), and some promising results were obtained (correlation coefficient between 0.7 for black point rate and 0.9 for average grain weight). The availability of NIRS predictions with enough accuracy and robustness adds to the speed and simplicity of analysis a high degree of flexibility in the sampling, evaluation, and selection process for durum wheat; the constant match of qualitative analysis to the agronomic and yield evaluation can become feasible and sustainable.

Keywords: durum, wheat, quality, pasta, NIRS

REFERENCES

- Sissons, M., Abecassis, J., Marchilo, B.D., Carcea, M., 2012. Durum Wheat Chemistry and Technology, 2nd ed. AACC International, Inc., St. Paul, Minnesota (USA).
- Pojic, M. M., Mastilovic, J. S., 2013. Near Infrared Spectroscopy – Advanced Analytical Tool in Wheat Breeding, Trade and Processing. J.S. Food Bioprocess Technol, 6(2): 330-352.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4549251>

Analisi predittive della qualità del grano duro finalizzate alla selezione varietale eseguite tramite NIRS

M. Paolini^{1*}, A. Di Gianfelippo²

¹ R&D – Società Produttori Sementi S.p.A. – Via Macero, 1 40050 Argelato (BO) Italia,
marilena.paolini@syngenta.com

² Alma Mater Studiorum Università di Bologna, viale Fanin, 40, 40127 (BO) Italia, ant.dg94@gmail.com

La qualità del grano duro per la produzione di pasta dipende in gran parte dalle caratteristiche genetiche delle varietà, valorizzate dalle buone pratiche colturali, ed è quindi strategico per questa coltura accompagnare fin dall'inizio la selezione varietale con l'esame delle prestazioni qualitative. Le valutazioni dirette della qualità richiedono però tempi e risorse non compatibili con la quantità di granella e la numerosità di campioni prodotti durante i cicli di selezione, perciò si adottano metodi predittivi associati all'elaborazione statistica dei risultati di più repliche, località e annate. Il laboratorio R&D della Società Produttori Sementi (PSB) impiega tecniche e strumenti ad elevata processività per eseguire analisi predittive della qualità del grano duro nel corso del processo di selezione varietale, che è orientato all'ottenimento di nuove varietà con qualità elevata e costante destinate all'industria pastaria. Tra le tecniche impiegate ha un ruolo chiave l'analisi NIRS, eseguita con un apparecchio a monocromatore NIR + VIS e un FT-NIR, su granella intera e su macinato integrale. Le calibrazioni sono sviluppate ed aggiornate internamente impiegando campioni aziendali, molto eterogenei per provenienza, modalità di coltivazione, stato di avanzamento della selezione. Oltre ai modelli da tempo consolidati ed in costante aggiornamento (contenuto proteico, vitrosità, indice di giallo, peso specifico), sono state tentate calibrazioni per altri aspetti qualitativi della granella (peso medio del seme, volpatura, fusariosi) o del macinato (indici colorimetrici, qualità del glutine), con risultati in alcuni casi promettenti (coefficiente di correlazione da 0,7 per la volpatura, a 0,9 per il peso medio del seme). La disponibilità di predizioni NIRS con una sufficiente accuratezza e robustezza offre, oltre alla rapidità ed alla semplicità dell'analisi, una grande flessibilità nel processo di campionamento, valutazione e selezione delle linee di grano duro, rendendo fattibile e sostenibile il costante affiancamento delle analisi qualitative alle valutazioni di natura agronomica e produttiva.

Parole chiave: grano duro, qualità, pasta, NIRS

RIFERIMENTI

- Sissons, M., Abecassis, J., Marchilo, B.D., Carcea, M., 2012. Durum Wheat Chemistry and Technology, 2nd ed. AACC International, Inc., St. Paul, Minnesota (USA).
- Pojic, M. M., Mastilovic, J. S., 2013. Near Infrared Spectroscopy – Advanced Analytical Tool in Wheat Breeding, Trade and Processing. J.S. Food Bioprocess Technol, 6(2): 330-352.

Sequential data fusion techniques for the authentication of the P.G.I. Senise ("Crusco") pepper bell

A. Biancolillo¹, F. Di Donato^{1*}, F. Merola², F. Marini², A. A. D'Archivio¹

¹ Department of Physical and Chemical Sciences, University of L'Aquila, Via Vetoio 67100, Coppito, L'Aquila, Italy, alessandra.biancolillo@univaq.it, francesca.didonato3@graduate.univaq.it, angeloantonio.darchivio@univaq

² Department of Chemistry, University of Rome "La Sapienza", Piazzale Aldo Moro, 5, 00185, Roma, Italy, merola.1721047@studenti.uniroma1.it, federico.marini@uniroma1.it

Bell pepper is the common name of the berry obtained from some varieties of the *Capsicum annuum* species. This agro-food is appreciated all over the world and represents one of the key ingredients in several traditional dishes. Specific varieties of sweet pepper present organoleptic peculiarities, and they have been awarded quality marks as confirmation of their unicity (e.g., Piment d'Espelette, Pimiento de Herbón, Peperone di Senise). Due to the market value of this aliment and its widespread use as a seasoning (dried and ground), it can easily be subjected to fraud, such as adulteration and sophistication with similar products, i.e. paprika. The proposed adulteration-detection study lays on these considerations, and it aims at developing a non-destructive approach for authenticating Senise bell pepper and detecting its adulteration with common paprika. In order to achieve this goal, mid- and near-infrared spectroscopies were used to analyze 60 pure samples of bell pepper from Senise and 40 mixtures of Senise bell pepper and paprika to mimic the adulteration. Eventually, two different multi-block classification approaches, sequential and orthogonalized partial least squares (Biancolillo and Næs, 2019)-linear discriminant analysis (SO-PLS-LDA) and sequential and orthogonalized covariance selection-linear discriminant analysis (SO-CovSel-PLS-LDA), were used to discriminate between pure and adulterated Senise bell pepper samples. Both proposed procedures were compared with classification models, using the strategy based on the fusion of different pre-treatments through SO-PLS-LDA called sequential preprocessing through orthogonalization (SPORT) (Roger et al., 2020), built on each spectroscopic block individually. SPORT models achieved good accuracies with correct classification rates of 93.3 and 86.7% using MIR and NIR data, respectively; whereas both multi-block approaches reached extremely successful results in external validation, correctly classifying all the (thirty-five) test samples, confirming that better performances are expected when multi-block methodologies are preferred to the disjoint analysis of the individual data blocks.

Keywords: bell pepper, data fusion, authentication, NIR, SO-PLS, SO-CovSel

REFERENCES

- Biancolillo, A., Næs, T. 2019. The Sequential and Orthogonalized PLS Regression for Multiblock Regression: Theory, Examples, and Extensions. *Data Handl. Sci. Technol.* 31, 157–177. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63984-4.00006-5>
- Roger, J.M., Biancolillo, A., Marini, F. 2020. Sequential preprocessing through ORThogonalization (SPORT) and its application to near infrared spectroscopy. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 199, 103975.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550542>

Autenticazione del peperone di Senise (“Crusco”) IGP mediante tecniche di *data fusion* sequenziale

A. Biancolillo¹, F. Di Donato^{1*}, F. Merola², F. Marini², A. A. D’Archivio¹

¹ Dipartimento di Scienze Fisiche e Chimiche, Università degli Studi dell’Aquila, Via Vetoio 67100, Coppito, L’Aquila, Italia; alessandra.biancolillo@univaq.it, francesca.didonato3@graduate.univaq.it, angeloantonio.darchivio@univaq.it

² Dipartimento di Chimica, Università di Roma “La Sapienza”, Piazzale Aldo Moro, 5, 00185, Roma, Italia; merola.1721047@studenti.uniroma1.it, federico.marini@uniroma1.it

Il peperone crusco, una varietà appartenente alla specie *Capsicum annuum*, è un prodotto tipico lucano coltivato nel comune di Senise (Potenza, Basilicata). Questo prodotto agro-alimentare è apprezzato in tutto il mondo e rappresenta uno degli ingredienti chiave di diversi piatti della tradizione, soprattutto in forma essiccata e macinata come condimento. Grazie alle sue peculiari proprietà organolettiche e al suo forte legame con il territorio, l’Unione Europea gli ha attribuito il marchio di origine di Indicazione Geografica Protetta (IGP), riconoscimento che ha aumentato il suo valore commerciale. Proprio a causa di questo, tale prodotto viene spesso contraffatto; la pratica più comune è l’adulterazione in forma macinata con prodotti dalle caratteristiche simili, primo fra tutti la paprika. Lo studio condotto nasce in risposta all’esigenza di un metodo rapido e non distruttivo, potenzialmente impiegabile nel monitoraggio durante le fasi di produzione, per il riconoscimento dell’autenticità del peperone di Senise e per l’individuazione di adulterazioni. 60 campioni puri di peperone di Senise e 40 campioni artificialmente adulterati con la paprika sono stati analizzati tramite la spettroscopia nel medio e vicino infrarosso e, al fine di distinguerli, due diversi approcci di classificazione *multi-block* (*Sequential e Orthogonalized Partial Least Squares* (Biancolillo e Næs, 2019)-*Linear Discriminant Analysis* (SO-PLS-LDA) e *Sequential and Orthogonalized Covariance Selection-Linear Discriminant Analysis* (SO-CovSel-PLS-LDA)) sono stati testati. Entrambi gli approcci sviluppati sono stati confrontati con i modelli di classificazione (attraverso l’approccio *Sequential Preprocessing through Orthogonalization* (SPORT) (Roger et al., 2020)) elaborati utilizzando i singoli blocchi di dati spettrali. I modelli SPORT hanno dato luogo ad una buona accuratezza (corretta classificazione del 93% (MIR) e del’87% (NIR) dei campioni di test); mentre entrambi gli approcci *multi-block* hanno garantito ottimi risultati in validazione, classificando correttamente il 100% dei campioni di test, confermando l’efficacia di una strategia *data fusion* rispetto all’analisi disgiunta dei singoli blocchi di dati.

Parole chiave: Peperone, *data fusion*, Autenticazione, NIR, SO-PLS, SO-CovSel

RIFERIMENTI

- Biancolillo, A., Næs, T., 2019. The Sequential and Orthogonalized PLS Regression for Multiblock Regression: Theory, Examples, and Extensions. *Data Handl. Sci. Technol.* 31, 157–177. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63984-4.00006-5>
- Roger, J.M., Biancolillo, A., Marini, F., 2020. Sequential preprocessing through ORThogonalization (SPORT) and its application to near infrared spectroscopy. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 199, 103975.

Assessment of frying oil quality by FT-NIR spectroscopy

**Lorenzo Strani^{1*}, Dolores Pérez-Marín,² Ernestina Casiraghi¹, Cecilia Riccioli²,
Antonia Calero², Ana Garrido-Varo²**

¹ Department of Food, Environmental, and Nutritional Sciences (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milan, Italy, lorenzo.strani@unimi.it, ernestina.casiraghi@unimi.it

² Faculty of Agriculture and Forestry Engineering, University of Cordoba, Carretera de Madrid km. 396, 14071 Cordoba, Spain, dcperez@uco.es, z62rirc@uco.es, pa1gavaa@uco.es

Deep frying is one of the most common processes used in the food industry. Oils producer companies need to assess the maximum frying cycles to retain the quality of certain types of oils. Near-infrared spectroscopy has demonstrated its ability to predict physicochemical parameters in a broad range of raw and frying oils (Garrido et al., 2004). This work aims to study the degradation of different oil types through the optimisation of regression models based on FT-NIR spectroscopy. A total of 14 different oils were subjected to a discontinuous deep-frying process until reaching 50 frying events or 25% of total polar compounds. Both NIR spectral data and fatty acid contents, determined by gas chromatography as the reference method, were used to develop models to predict palmitic acid and total saturated fatty acid contents. For each parameter, several models were built using PLS regression and testing different spectral ranges and preprocessing math treatments. T-test and methods proposed by Roggo et al. (2003) and Fearn (1996) were used to compare the models' prediction ability. In general, the accuracy and precision obtained were excellent for almost all the models related to the parameters studied; the RMSEP was less than 1.5 times the RMSEL, and the R^2_P was higher than 95%. Furthermore, the statistical tests evaluated suggested all the methods applied provided similar information. As an example, for palmitic acid, the tests agreed on no need to use any preprocessing; indeed, the "hard preprocessing" provides lower RMSEP, but not significantly different. This work demonstrates that, for the assessment of the frying oil quality, models developed using soft and hard preprocessing could achieve optimal and comparable prediction ability.

Keywords: frying oil, PLS regression, statistical tests, deep frying

REFERENCES

- Fearn, T., 1996. Comparing standard deviations. NIR news, 7(5), 5-6. <https://doi.org/10.1255/nirn.378>
- Garrido-Varo, A., García-Olmo, J., & Pérez-Marín, M. D., 2004. Applications in fats and oils. Near-Infrared Spectroscopy in Agriculture, 44, 487-558.
- Roggo, Y., Duponchel, L., Ruckebusch, C., & Huvenne, J. P., 2003. Statistical tests for comparison of quantitative and qualitative models developed with near infrared spectral data. Journal of molecular structure, 654(1-3), 253-262. [https://doi.org/10.1016/S0022-2860\(03\)00248-5](https://doi.org/10.1016/S0022-2860(03)00248-5)

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550556>

Valutazione della qualità dell'olio di frittura mediante spettroscopia FT-NIR

Lorenzo Strani^{1*}, Dolores Pérez-Marin², Ernestina Casiraghi¹, Cecilia Riccioli²,
Antonia Calero², Ana Garrido-Varo²

¹ Department of Food, Environmental, and Nutritional Sciences (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milan, Italy, lorenzo.strani@unimi.it, ernestina.casiraghi@unimi.it

² Faculty of Agriculture and Forestry Engineering, University of Cordoba, Carretera de Madrid km. 396, 14071 Cordoba, Spain, z62rirc@uco.es, dcperez@uco.es, pa1gavaa@uco.es

La frittura è uno dei processi più usati dall'industria alimentare. Le aziende mirano ad individuare il numero massimo di cicli di frittura prima che la qualità dell'olio si riduca eccessivamente. In questo contesto, la spettroscopia NIR fornisce analisi veloci e affidabili, in grado di determinare simultaneamente tutti i parametri indicativi della qualità dell'olio (Garrido et al., 2004). L'obiettivo di questo lavoro è lo studio della degradazione di diversi oli attraverso l'ottimizzazione di modelli di regressione usando la spettroscopia FT-NIR. 14 oli differenti sono stati sottoposti ad un processo di frittura discontinua fino al raggiungimento di 50 frittiture o del 25% di sostanze polari. Per determinare la concentrazione di acido palmitico e acidi grassi saturati sono stati utilizzati la spettroscopia NIR e la gascromatografia. Per ogni parametro sono stati costruiti diversi modelli usando la regressione PLS e differenti preprocessamenti e intervalli spettrali. Il T-test e i metodi proposti da Roggo et al., 2003 e Fearn, 1996 sono stati usati per confrontare l'abilità predittiva dei modelli. I risultati ottenuti sono stati eccellenti, poiché, per quasi tutti i modelli, l'RMSEP è risultato 1.5 volte minore dell'RMSEL e l' R^2_P ha presentato valori maggiori del 95%. I test statistici hanno suggerito che, nella maggior parte dei casi, non c'è differenza significativa tra processamenti hard e soft. A titolo di esempio, per l'acido palmitico, i tre test hanno concordato sul non usare nessun preprocessamento; infatti, preprocessamenti hard hanno fornito un RMSEP minore ma non statisticamente differente. Questo lavoro ha dimostrato che la spettroscopia FT-NIR è uno strumento affidabile per il monitoraggio della qualità dell'olio da frittura, fornendo eccellenti risultati per i parametri studiati. Inoltre, attraverso i tre test statistici citati, è stato evidenziato come un'abilità predittiva ottimale – e confrontabile – può essere ottenuta grazie a modelli sviluppati senza l'ausilio di preprocessamenti hard.

Parole chiave: olio da frittura, regressione PLS, test statistici, processo di frittura

RIFERIMENTI

- Fearn, T., 1996. Comparing standard deviations. NIR news, 7(5), 5-6. <https://doi.org/10.1255/nirn.378>
- Garrido-Varo, A., García-Olmo, J., & Pérez-Marin, M. D., 2004. Applications in fats and oils. Near-Infrared Spectroscopy in Agriculture, 44, 487-558.
- Roggo, Y., Duponchel, L., Ruckebusch, C., & Huvenne, J. P., 2003. Statistical tests for comparison of quantitative and qualitative models developed with near infrared spectral data. Journal of molecular structure, 654(1-3), 253-262. [https://doi.org/10.1016/S0022-2860\(03\)00248-5](https://doi.org/10.1016/S0022-2860(03)00248-5)

Selection of intact garlic cloves for in-field sowing based on NIR spectroscopy attribution of grade of infection

Stefania Costa^{1*}, Daniela Summa¹, Bruno Semeraro², Lara Piovan³, Michele Gerin³, Elena Tamburini¹

¹ Department of Biotechnology and Life Sciences, University of Ferrara, Via Luigi Borsari, 46, 44121, Ferrara, stefania.costa@unife.it, daniela.summa@unife.it, tme@unife.it

² GATE Srl, Via Luigi Borsari 46, 44121, Ferrara, bsemeraro@gategreen.it

³ Vivai Mazzoni, Via del Mare, 4, 44039 Tresigallo, Ferrara, lara.piovan@outlook.it, michele.gerin@vivaimazzoni.com

Fusarium proliferatum is a world-wide occurring saprophytic fungi, also known to be a causal agent of several diseases for a broad range of economically important plants, including garlic, leading to a loss of up to 50%. Preventive detection of the earlier-stage infection before seeding is of great interest to farmers because it could avoid serious losses of yield during harvesting and storage (Waśkiewicz et al., 2012). The first step of this research, presented in Milan in 2016, had the objective to apply NIR spectroscopy to rapidly determine fungal concentration, avoiding laborious and time-consuming procedures of traditional assays (Tamburini et al., 2016). Afterwards, to satisfy the needs of garlic producers and provide a real-time method, the attempt to overcome fungal concentration and directly select the *grade of infection* on intact garlic cloves (ecotype Aglio di Voghiera DOP Belriguardo), without removing the typical external white/light brown sheath, has been done. In this case, the NIR spectra (800–2500 nm) were collected by means of an NIRFlex N-500 (Büchi, Switzerland) on 250 intact cloves flattened on a glass surface by using an XL-sample holder of 2.5 cm of diameter, suitable for small samples or samples of particular shape (as garlic cloves). Thereafter, cloves were deprived of the sheath to permit the *ex-post* visual analysis. Cloves were classified on grade of infection scale from 1 (healthy) to 5 (very highly infected), based on observations of symptoms and PLS calibration model built ($R^2=0.8250$; SEC=0.54) on SNV-pretreated spectra. In-lab validation on 60 intact unknown cloves has shown that 75% of all samples were correctly classified. Other 300 intact new cloves had been classified, but in this case, cloves were then sowed versus other 300 cloves visually selected, showing an improvement of about 15% of correct assignation of the NIR-selected, with respect to the current human eye selection.

Keywords: garlic, garlic cloves, grade of infection, *Fusarium*, NIRS

REFERENCES

- Waśkiewicz, A., Beszterda, M., & Goliński, P., 2012. Occurrence of fumonisins in food—an interdisciplinary approach to the problem. Food Control, 26(2), 491. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2012.02.007>
- Tamburini, E., Mamolini, E., De Bastiani, M., & Marchetti, M. G., 2016. Quantitative determination of *Fusarium proliferatum* concentration in intact garlic cloves using near-infrared spectroscopy. Sensors, 16(7), 1099. <https://doi.org/10.3390/s16071099>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550578>

Selezione di spicchi d'aglio intatti per la semina in campo basata sull'attribuzione del grado di infezione mediante spettroscopia NIR

Stefania Costa^{1*}, Daniela Summa¹, Bruno Semeraro², Lara Piovan³, Michele Gerin³, Elena Tamburini¹

¹ Dipartimento di Scienze della e Vita Biotecnologie, Università di Ferrara, Via Luigi Borsari, 46, 44121, Ferrara, stefania.costa@unife.it; daniela.summa@unife.it; tme@unife.it

² GATE Srl, Via Luigi Borsari 46, 44121, Ferrara, bsemeraro@gategreen.it

³ Vivai Mazzoni, Via del Mare, 4, 44039 Tresigallo, Ferrara, lara.piovan@outlook.it, michele.gerin@vivaimazzoni.com

Fusarium proliferatum è un fungo saprofitico presente in tutto il mondo, noto anche per essere un agente causale di diverse malattie per una vasta gamma di piante economicamente importanti, compreso l'aglio, che porta a una perdita fino al 50%. Il rilevamento preventivo dell'infezione allo stadio precoce prima della semina è di grande interesse per gli agricoltori, perché potrebbe evitare gravi perdite di rendimento durante la raccolta e lo stoccaggio (Waśkiewicz et al, 2012). Il primo passo di questa ricerca, presentato a Milano nel 2016, aveva l'obiettivo di applicare la spettroscopia NIR al fine di determinare rapidamente la concentrazione fungina, evitando procedure laboriose e dispendiose in termini di tempo dei saggi tradizionali (Tamburini et al, 2016). Successivamente, per soddisfare le esigenze dei produttori di aglio e per fornire un metodo in tempo reale, è stato effettuato il tentativo di superare la concentrazione fungina e selezionare direttamente il grado di infezione sugli spicchi d'aglio integri (ecotipo Aglio di Voghiera DOP Belriguardo) senza rimuovere la tipica guaina esterna bianca/ marrone chiara. In questo caso, gli spettri NIR (800-2500 nm) sono stati acquisiti mediante un NIRFlex N-500 (Büchi, Svizzera) su 250 spicchi intatti appiattiti sulla superficie del vetro utilizzando un porta campione XL di 2,5 cm di diametro, adatto per piccoli campioni o campioni di forma particolare (come spicchi d'aglio). Successivamente gli spicchi sono stati privati della guaina per consentire l'analisi visiva *ex post*. Gli spicchi sono stati classificati in una scala di grado di infezione da 1 (sano) a 5 (altamente infetto) in base alle osservazioni dei sintomi di infezione e al modello di calibrazione PLS costruito ($R^2 = 0.8250$; $SEC = 0.54$) su spettri pretrattati con SNV. La validazione su 60 spicchi sconosciuti intatti ha dimostrato che il 75% dei campioni è stato classificato correttamente. Sono stati classificati altri 300 spicchi nuovi intatti, ma in questo caso sono stati poi seminati rispetto ad altri 300 spicchi selezionati visivamente, mostrando un miglioramento di circa il 15% della corretta assegnazione mediante NIR rispetto all'attuale selezione dell'occhio umano.

Parole chiave: aglio, spicchi d'aglio, grado di infezione, *Fusarium*, NIRS

RIFERIMENTI

Waśkiewicz, A., Beszterda, M., & Goliński, P., 2012. Occurrence of fumonisins in food—an interdisciplinary approach to the problem. *Food Control*, 26(2), 491. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2012.02.007>

Tamburini, E., Mamolini, E., De Bastiani, M., & Marchetti, M. G., 2016. Quantitative determination of *Fusarium proliferatum* concentration in intact garlic cloves using near-infrared spectroscopy. *Sensors*, 16(7), 1099. <https://doi.org/10.3390/s16071099>

Near-infrared spectroscopy as a green technology for more sustainable analyses on intact olive and olive oil

Andrea Casson*, Roberto Beghi, Valentina Giovenzana, Alessio Tugnolo, Ilaria Fiorindo, Riccardo Guidetti

¹Department of Agricultural and Environmental Sciences – Production, Landscape, Agroenergy,
Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133, Milano, Italy

The olive oil industry is a significant productive sector in the European Union, and the related production process is characterized by practices and techniques associated with several adverse effects on the environment. Conventional ripeness analyses on olives, and quality analyses on olive oils, require different analytical tools, chemicals, sample preparation, and are time consuming. Nowadays, the nondestructive optical method based on visible/near-infrared (vis/NIR) spectroscopy, representing a simple, rapid, and easy-to-use method to predict olive and olive oil quality parameters (Salguero-Chaparro et al., 2013; Marquez et al., 2005), could be the solution to reduce solvents and energy consumption in-laboratory. The aim of the work is to evaluate the environmental impact of the use of optical vis/NIR technologies for analytical assessment in comparison to chemical analyses performed on olives and olive oils. Applying the life cycle assessment method, the functional unit was identified in the analysis service provided by the laboratory. An approach “from cradle to grave” considered all the inputs and outputs of each analysis, enclosing machineries, reagents, and energy necessary for analyses. Results showed that the hotspots for chemical analyses are identified in the energy required from the machineries and in the chemicals used; while for the optical, calibration activities are mainly responsible for the impacts. A comparison between impacts of chemical and optical methods performed on olives showed an average gap of 15 times. The same comparison performed between olive oils analyses identified a gap equal to 36 times. These gaps can increase, considering a higher number of samples analysed during the life cycle of the vis/NIR device and/or implementing predictive models capable of estimating a wider number of parameters simultaneously. Overall, quantifying the environmental damage, results showed clear advantages for optical analysis, defining spectroscopy as a green technology.

Keywords: spectrophotometer, LCA, quality control, nondestructive analysis, optical

Acknowledgements: This work has been supported by the AGER 2 Project, grant n° 2016-0105.

REFERENCES

- Salguero-Chaparro, L., Baeten, V., Fernández-Pierna, J.A., Peña-Rodríguez, F., 2013. Near infrared spectroscopy (NIRS) for on-line determination of quality parameters in intact olives. *Food Chem.*, 139, 1121–1126.
- Marquez, A.J., Díaz, A.M.; Reguera, M.P., 2005. Using optical NIR sensor for on-line virgin olive oils characterization. *Sens. Actuator. B Chem.* 107, 64–68.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550636>

La spettroscopia nel visibile e vicino infrarosso come tecnologia *green* per analisi più sostenibili su campioni di olive e di olio d'oliva

Andrea Casson*, Roberto Beghi, Valentina Giovenzana, Alessio Tugnolo, Ilaria Fiorindo, Riccardo Guidetti

¹Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali - Produzione, Territorio, Agroenergia, Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133, Milano, Italia

La filiera olivicola olearia occupa un posto rilevante a livello Europeo ed è costituita da diverse pratiche e tecniche associate a effetti negativi sull'ambiente. Le analisi convenzionali effettuate sulle olive per il monitoraggio di indici di maturazione e quelle qualitative effettuate su campioni di olio necessitano di diversi strumenti analitici, sostanze chimiche, preparazione del campione oltre a richiedere lunghi tempi d'esecuzione. Attualmente l'utilizzo di strumentazione ottica, non distruttiva, basata sulla spettroscopia del visibile/vicino infrarosso (vis/NIR) rappresenta un metodo semplice, rapido e facile da usare per prevedere i parametri di qualità di olio e olive (Salguero-Chaparro et al., 2013; Marquez et al., 2005) e potrebbe rappresentare la soluzione per ridurre i reagenti chimici e i consumi energetici nei laboratori di analisi. Questo lavoro si pone come obiettivo quello di valutare l'impatto ambientale dell'utilizzo di tecnologie ottiche e delle analisi chimiche eseguite su campioni di olive e olio. È stato applicato il metodo Life Cycle Assessment, scegliendo come unità funzionale il servizio di analisi fornito dal laboratorio. Un approccio "dalla culla alla tomba" ha permesso di considerare tutti gli input e gli output di ogni analisi: le attrezzature, i reagenti, l'energia elettrica e i prodotti monouso. I risultati hanno mostrato che gli impatti derivanti dalle analisi chimiche dipendono maggiormente dall'energia elettrica richiesta dai macchinari e dai reagenti chimici mentre, per quella ottica, gli impatti sono derivanti maggiormente dall'attività di calibrazione dei modelli. Un confronto tra le analisi effettuate su campioni di olive ha mostrato come l'analisi ottica impatti in media 15 volte meno rispetto a quelle chimiche, lo stesso confronto eseguito tra le due metodologie di analisi su campioni di olio ha identificato un rapporto di 36 volte. Aumentando il numero di campioni analizzati durante il ciclo di vita della strumentazione ottica e/o implementando modelli predittivi in grado di stimare contemporaneamente un numero più ampio di parametri, è possibile raggiungere rapporti ancora più alti. Quantificando gli impatti ambientali, i risultati hanno mostrato chiari vantaggi nell'esecuzione di analisi tramite metodologia ottica potendo definire così la spettroscopia come Green Technology.

Parole chiave: Spettrofotometro, LCA, controllo qualità, analisi non distruttiva

Ringraziamenti: Il lavoro è stato supportato dal Progetto AGER 2, finanziamento n° 2016-0105.

RIFERIMENTI

- Salguero-Chaparro, L., Baeten, V., Fernández-Pierna, J.A., Peña-Rodríguez, F., 2013. Near infrared spectroscopy (NIRS) for on-line determination of quality parameters in intact olives. Food Chem., 139, 1121–1126.
- Marquez, A.J., Díaz, A.M.; Reguera, M.P., 2005. Using optical NIR sensor for on-line virgin olive oils characterization. Sens. Actuator. B Chem. 107, 64–68.

A data fusion model of NIR and RAMAN techniques for the geographical screening of Italian extra virgin olive oil

Marco Bragolusi*, Andrea Massaro, Alessandra Tata, Roberto Piro

Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Venezie, Vicenza - V.le Fiume, 78, Italia; mbragolusi@izsvenezie.it

Due to climate change and *Xylella fastidiosa* infection, the production of Italian extra virgin olive (EVO) oil recently decreased. Italy now imports oils from other countries to meet the needs of consumers and the food industry. As a consequence, an increase of fraud based on the mixture of Italian EVO oil with those produced by other countries in Europe or outside Europe has been reported. The aim of the study is the set-up of a simple and efficient analytical approach to discriminate Italian EVO oils from those produced by other countries. EVO oils were analyzed by two nondestructive spectroscopic techniques, RAMAN and NIR. The spectra obtained by both analytical methods were preprocessed, normalized, and then statistically analyzed by mid-level data fusion. A classification model, able to discriminate Italian EVO oils, was obtained.

Forty-one oils were analyzed (7 Greek oils and 34 Italian oils). Spectra were obtained by using the RAMAN spectrophotometer BRAVO (Bruker) and the NIR instrument named MPA (Bruker).

Fusion of the principal components obtained by the two techniques enhanced the efficiency of the classification model. In fact, no good geographical discrimination of the oils was obtained by the principal components analysis (PCA) of the data obtained by each technique. Instead, an efficient classification by PLS-DA of the *training set* with accuracy more than 90% was obtained after mid-level data fusion, whereas the accuracy of the PLS-DA classification was more than 83% on a *validation-set* of new samples.

Geographical discrimination of EVO oils can be successfully obtained by the fusion of NIR and RAMAN data. New samples will be added in the future to this preliminary study in order to improve the accuracy of the approach.

Keywords: mid-level data fusion, NIR, RAMAN, geographical origin, virgin olive oil, PCA, PLS-DA

REFERENCES

- Borràs E., Ferré J., Boqué R., Mestres M., Aceña L., Calvo A., Busto O., 2016. Olive oil sensory defects classification with data fusion of instrumental techniques and multivariate analysis (PLS-DA). *Food Chemistry*, 203, 314–322.
- Yang Li, Yanmei Xiong, Shungeng Min, 2019. Data fusion strategy in quantitative analysis of spectroscopy relevant to olive oil adulteration. *Vibrational Spectroscopy*, 101, 20–27.
- Borràs E., Ferré J., Boqué R., Mestres M., Aceña L., Calvo A., Busto O., 2016. Prediction of olive oil sensory descriptors using instrumental data fusion and partial least squares (PLS) regression. *Talanta*, 155, 116–123.
- Márquez, C., López M.I., Ruisánchez I., Callao, M.P., 2016. FT-Raman and NIR spectroscopy data fusion strategy for multivariate qualitative analysis of food fraud. *Talanta*, 161, 80–86.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550673>

Creazione modello data fusion tra metodica NIR e Raman, per lo screening geografico dell'olio EVO di origine italiana.

Marco Bragolusi*, Andrea Massaro, Alessandra Tata, Roberto Piro

Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Venezie, Vicenza - V.le Fiume, 78 – Italia;
mbragolusi@izsvenezie.it

A causa dei cambiamenti climatici e della epidemia di *Xylella fastidiosa*, sono diminuite le produzioni nazionali di olio d'oliva e l'Italia è costretta a importare oli di altri paesi al fine di soddisfare le esigenze dei consumatori e dell'industria alimentare. Questo ha portato ad un aumento della possibilità di frodi, con la produzione di blend di olio italiano con oli di origine europea ed extraeuropea, e venduti come oli di provenienza italiana. L'obiettivo dello studio è quello di mettere a punto una metodologia semplice ed efficace per discriminare oli EVO di origine italiana da quelli di altra provenienza. Gli oli sono stati analizzati mediante tecniche non distruttive come la spettroscopia RAMAN e NIR. Gli spettri provenienti dalle due tecniche analitiche sono stati sottoposti a pretrattamenti e normalizzazioni per poi essere valutati e fusi statisticamente mediante Mid-Level Data Fusion. I risultati evidenziano come il modello di classificazione può rappresentare uno strumento efficace per la discriminazione degli oli EVO provenienti da olive italiane.

Sono stati analizzati 41 oli (7 Greci, 34 Italiani), gli spettri sono stati acquisiti in trasmissione con spettrofotometro RAMAN (Bruker BRAVO) e spettrofotometro NIR (Bruker MPA).

La fusione delle componenti principali delle due tecniche dimostra l'elevata sinergia delle informazioni con un significativo incremento dell'efficienza del modello di classificazione. Infatti, le analisi PCA iniziali dei dati delle due tecniche non hanno portato risultati soddisfacenti, non riuscendo a discriminare gli oli di differente origine geografica. L'accuratezza di classificazione ottenuta dalla PLS-DA nel *training set* è più del 90%, il modello è stato testato utilizzando un *validation-set* di nuovi campioni e l'accuratezza è risultata essere superiore al 80%.

Lo studio preliminare di classificazione mediante NIR e RAMAN data fusion risulta molto promettente e con notevoli prospettive di miglioramento attraverso una successiva implementazione del numero di campioni.

Parole chiave: Mid-Level Data Fusion, NIR, RAMAN, geographical origin, Virgin Olive Oil, PCA, PLS-DA

RIFERIMENTI

- Borràs E., Ferré J., Boqué R., Mestres M., Aceña L., Calvo A., Busto O., 2016. Olive oil sensory defects classification with data fusion of instrumental techniques and multivariate analysis (PLS-DA). *Food Chemistry*, 203, 314–322.
- Yang Li, Yanmei Xiong*, Shungeng Min, 2019. Data fusion strategy in quantitative analysis of spectroscopy relevant to olive oil adulteration. *Vibrational Spectroscopy*, 101, 20–27.
- Borràs E., Ferré J., Boqué R., Mestres M., Aceña L., Calvo A., Busto O., 2016. Prediction of olive oil sensory descriptors using instrumental data fusion and partial least squares (PLS) regression. *Talanta*, 155, 116–123.
- Márquez, C., López M.I., Ruisánchez I., Callao, M.P., 2016. FT-Raman and NIR spectroscopy data fusion strategy for multivariate qualitative analysis of food fraud. *Talanta*, 161, 80–86.

NIR spectroscopy application for assessment of the PDO Asiago cheese variety

I. Lanza*, L. Serva, B. Contiero, M. Mirisola, S. Tenti, S. Segato, G. Cozzi

Department of Animal Medicine, Production and Health, University of Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italy; ilaria.lanza@phd.unipd.it

Asiago PDO cheese can be produced as *Pressato*, with two months of ripening, or *Allevato*, with a maturation of more than six months to favor stronger and composite aroma. Recently, to catch new market segments, cheese factories have started to produce a new type of Asiago named *fresh Allevato* with a shorter ripening time. Thus, to avoid frauds, there is a need to develop rapid methods for cheese variety assessment. For this purpose, three raw entire milk bulks were processed according to the PDO Asiago specification to produce *Pressato* (2-mo of ripening, $n = 28$), *fresh Allevato* (4-mo of ripening, $n = 30$), or *Allevato* (6-mo of ripening, $n = 20$). NIR spectral data were recorded in triplicate by a Foss DS2500 scanning monochromator (Foss NIR-System, Hillerød, DK) on cheese ground samples. To assess the correct classification of cheese variety, a PLS-DA (PLS Toolbox, Eigen. Res., Inc., USA) and a related confusion matrix were performed. The reliability of the discriminative model was assessed by a set of statistic metrics including the Matthews correlation coefficient (MCC) as reported in Bisutti et al. (2019). Based on the outcomes of the confusion matrix, the discriminant capacity of NIR spectral data was satisfactory for *Pressato* (MCC = 0.94); meanwhile, it was less accurate for *fresh Allevato* (MCC = 0.81) and *Allevato* (MCC = 0.84). Moreover, 3.3% of *Pressato* and 6.6% of *Allevato* samples were misclassified as *fresh Allevato* suggesting that the complex set of biochemical markers and the hard texture of Asiago (*Allevato*) is achieved beyond four months of ripening. Summarizing, NIR spectroscopy can be a useful tool to discriminate PDO Asiago cheese variety even if the authentication of the more ripened varieties could be improved if they differ over two months as period of maturation.

Keywords: Asiago PDO, cheese variety, NIR spectroscopy, PLS-DA, Matthews correlation coefficient

Acknowledgements: This research was financially supported by Project SAFIL – Fondazione CARIVERONA (call 2016).

REFERENCES

- Bisutti, V., Merlanti, R., Serva, L., Lucatello, L., Mirisola, M., Balzan, S., Tenti, S., Fontana, F., Trevisan G., Montanucci, L., Contiero, B., Segato, S. Capolongo, F., 2019. Multivariate and machine learning approaches for honey botanical origin authentication using near infrared spectroscopy. *JNIRS*, 27(1): 65-74.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550733>

Applicazione della spettroscopia NIR per la stima di varietà di Asiago DOP

I. Lanza*, L. Serva, B. Contiero, M. Mirisola, S. Tenti, S. Segato, G. Cozzi

Dipartimento di Medicina Animale, Produzioni e Salute, Università of Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italia; ilaria.lanza@phd.unipd.it

L'Asiago DOP si produce come *Pressato*, con breve maturazione di 2 mesi, o *Allevato*, con maturazione oltre i 6 mesi per esaltarne l'aroma. Per attrarre nuovi segmenti di mercato, i caseifici hanno iniziato a produrre una tipologia di *Allevato fresco* meno stagionata. In proposito, per contenere le frodi, è necessario sviluppare metodi rapidi per identificare le varietà di questo formaggio. A tal fine, sono stati caseificati tre volumi di latte intero crudo per produrre *Pressato* (2 mesi di maturazione, $n = 28$), *Allevato fresco* (4 mesi di maturazione, $n = 30$) e *Allevato* (6 mesi di maturazione, $n = 20$). I dati spettrali sono stati raccolti in triplo con un monocromatore Foss DS2500 (Foss NIR-System, Hillerød, DK) su campioni macinati. Per testare la corretta classificazione della varietà, si è condotta una PLS-DA (PLS Toolbox, Eigen. Res., Inc., USA) con relativa matrice di confusione. L'affidabilità del modello discriminante è stata valutata con un set di statistiche tra cui il *Matthews correlation coefficient* (MCC) come riportato in Bisutti et al. (2019). In funzione dei risultati della matrice di confusione, la capacità discriminante dei dati spettrali NIR si può considerare soddisfacente per il *Pressato* (MCC = 0.94) mentre è meno accurata per *Allevato fresco* (MCC = 0.81) e *Allevato* (MCC = 0.84). Inoltre, il 3.3% dei campioni di *Pressato* e il 6.6% di *Allevato* sono stati classificati erroneamente come *Allevato fresco*, suggerendo che l'insieme di marcatori biochimici e la consistente tessitura tipica dell'*Allevato* sono raggiunti oltre i 4 mesi di stagionatura. In conclusione, la spettroscopia NIR può essere utilizzata come efficace strumento per discriminare le varietà di formaggi Asiago DOP, sebbene l'autenticazione di quelle più stagionate possa essere migliorata qualora esse differissero per un periodo di maturazione superiore ai due mesi.

Parole chiave: Asiago DOP, varietà di formaggio, spettroscopia NIR, PLS-DA, Matthews correlation coefficient

Ringraziamenti: la ricerca è stata finanziata con il progetto SAFIL dalla Fondazione CARIVERONA (bando 2016).

RIFERIMENTI

Bisutti, V., Merlanti, R., Serva, L., Lucatello, L., Mirisola, M., Balzan, S., Tenti, S., Fontana, F., Trevisan G., Montanucci, L., Contiero, B., Segato, S. Capolongo, F., 2019. Multivariate and machine learning approaches for honey botanical origin authentication using near infrared spectroscopy. *JNIRS*, 27(1): 65-74.

Development of a Diffuse Reflectance FT-NIR Spectroscopy Method for the Shell Egg Quality Assessment

Cristina Alamprese^{1*}, Eleonora Loffredi¹, Silvia Grassi¹

¹Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milan, Italy, cristina.alamprese@unimi.it, eleonora.loffredi@unimi.it, silvia.grassi@unimi.it

Egg industries are more and more interested in nondestructive and rapid methods for the assessment of freshness and quality of shell eggs. Some studies showed that NIR spectroscopy is a valid technique to determine shell egg freshness (Lin et al., 2011) and internal quality parameters (Abdanan Mehdizadeh et al., 2014). However, poor attention has been given to method development, and none of these papers demonstrated that the acquired spectra are really representative of the egg content rather than the eggshell. Thus, the aim of this work was the evaluation of beam penetration in a diffuse reflectance FT-NIR spectroscopy method intended for shell egg quality assessment.

To that aim, twelve eggs of different sizes were emptied, and diffuse reflectance spectra were collected by using the fibre optic probe of an FT-NIR spectrometer. For each egg, four spectra were acquired in the equatorial region, in the 12,500–4,500 cm⁻¹ range, with a resolution of 8 cm⁻¹ and 16 scans for both sample and background. Afterwards, the eggs were filled first with ethanol and then with distilled water before collecting again spectra in the same conditions.

Principal component analysis (PCA) was performed on the reduced spectra (7,300–4,200 cm⁻¹) pretreated with smoothing, SNV, and first derivative. The score plot of the first two PCs, which explained about 96% of the variance, showed a clear pattern for the different samples. In particular, empty eggs and those filled with water were well distinguished along PC1, whereas eggshells containing ethanol showed positive values of PC2, in contrast with the negative values of the other two groups of samples. This sample distribution confirmed beam penetration beyond the shell thickness and reliability of the developed method.

Keywords: shell egg quality, beam penetration, diffuse reflectance FT-NIR spectroscopy, nondestructive method

REFERENCES

- Abdanan Mehdizadeh, S., Minaei, S., Hancock, N.H., Karimi Torshizi, M.A., 2014. An intelligent system for egg quality classification based on visible-infrared transmittance spectroscopy. *Inf. Process. Agric.* 1, 105–114. <https://doi.org/10.1016/j.inpa.2014.10.002>
- Lin, H., Zhao, J., Sun, L., Chen, Q., Zhou, F., 2011. Freshness measurement of eggs using near infrared (NIR) spectroscopy and multivariate data analysis. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 12, 182–186. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2011.01.008>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550759>

Sviluppo di un metodo FT-NIR in riflettanza diffusa per la valutazione della qualità delle uova in guscio

Cristina Alamprese^{1*}, Eleonora Loffredi¹, Silvia Grassi¹

¹Dipartimento di Scienze per gli Alimenti, la Nutrizione, l'Ambiente (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milano, Italia; cristina.alamprese@unimi.it; eleonora.loffredi@unimi.it; silvia.grassi@unimi.it

Le industrie della lavorazione delle uova sono sempre più alla ricerca di metodi rapidi e non distruttivi per poter valutare la freschezza e la qualità delle uova in guscio. Alcuni studi hanno dimostrato che la spettroscopia NIR è una tecnica molto valida nel determinare sia la freschezza (Lin et al., 2011) sia i parametri qualitativi delle uova (Abdanan Mehdizadeh et al., 2014). Nonostante ciò, poca attenzione è stata data alla valutazione della reale capacità di penetrazione del raggio NIR attraverso il guscio, non esistendo studi che dimostrino che lo spettro acquisito sia effettivamente riconducibile al contenuto dell'uovo. In questo contesto, lo scopo del presente lavoro è stato quello di valutare la penetrazione del raggio NIR per lo sviluppo di un metodo in riflettanza diffusa che permetta di ottenere informazioni sulla qualità delle uova in guscio.

Dodici uova di differenti misure sono state svuotate e analizzate in riflettanza diffusa mediante spettrometro FT-NIR dotato di fibra ottica. Per ciascun uovo sono stati acquisiti quattro spettri nella regione equatoriale, nel range 12500-4500 cm⁻¹, con una risoluzione di 8 cm⁻¹ e 16 scansioni sia per i campioni che per il background. Successivamente, le uova sono state riempite con etanolo e poi con acqua distillata prima di acquisire nuovamente lo spettro nelle stesse condizioni.

L'Analisi delle Componenti Principali (PCA) è stata eseguita sugli spettri ridotti (7300-4200 cm⁻¹) e pretrattati mediante smoothing, SNV e derivata prima. Lo score plot delle prime due PC, che spiegano circa il 96% della varianza, ha evidenziato una chiara distribuzione dei diversi campioni. In particolare, le uova vuote e quelle contenenti acqua sono risultate ben separate lungo la PC1, mentre quelle contenenti etanolo hanno mostrato valori positivi di PC2, in contrasto con i valori negativi degli altri due gruppi di campioni. Questa distribuzione dei campioni dimostra la capacità penetrante del raggio attraverso lo spessore del guscio e, quindi, l'affidabilità del metodo.

Parole chiave: qualità delle uova in guscio, penetrazione del raggio, spettroscopia FT-NIR a riflettanza diffusa, metodo non-distruttivo.

RIFERIMENTI

- Abdanan Mehdizadeh, S., Minaei, S., Hancock, N.H., Karimi Torshizi, M.A., 2014. An intelligent system for egg quality classification based on visible-infrared transmittance spectroscopy. *Inf. Process. Agric.* 1, 105–114. <https://doi.org/10.1016/j.inpa.2014.10.002>
- Lin, H., Zhao, J., Sun, L., Chen, Q., Zhou, F., 2011. Freshness measurement of eggs using near infrared (NIR) spectroscopy and multivariate data analysis. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 12, 182–186. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2011.01.008>

Packaging influence in optical analysis of minimally processed and ready to eat *Valerianella locusta* L. by visible/near-infrared (vis/NIR) spectroscopy to monitor shelf life

Valentina Giovenzana*, Alessio Tugnolo, Roberto Beghi, Ilaria Fiorindo, Andrea Casson, Riccardo Guidetti

Department of Agricultural and Environmental Sciences – Production, Landscape, Agroenergy, Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133, Milano, Italy

The availability of a nondestructive instrument allowing the monitoring of shelf life for fresh-cut fruits and vegetables could have a wide range of practical applications in the chain: during the storage period before packaging, during the production process for identifying critical points, and during the distribution post-packaging chain, the most critical phase. Furthermore, the possibility to implement nondestructive technology for monitoring product freshness at the point of sale should be a guarantee for consumers. The aim of this work was to investigate the applicability of visible/near-infrared (vis/NIR) for evaluating packaging influence on the measurements during freshness decay monitoring of minimally processed and ready-to-eat *Valerianella* (*Valerianella locusta* L.) leaves. The shelf-life of *Valerianella* leaf was monitored using a portable commercial vis/NIR spectrophotometer ranged from 350 nm to 2500 nm. *Valerianella* samples were stored at 4 °C for 14 days, and 10 sampling points were planned: five sampling dates before and five sampling dates after the expiration date. Spectra were acquired in reflectance mode through packaging. To test the performance of optical analysis on closed salad bag, a comparison on 10 leaves without packaging was performed. Due to the sample thinness, a dark or a white surface was placed on the opposite side of the leaf, corresponding to the acquisition point, to also evaluate the best background setting. Principal component analysis (PCA) was performed to analyse the spectral data in order to evaluate the influence of the packaging and verify a reasonable sample grouping according to the shelf-life evolution of *Valerianella* samples. Preliminary exploratory results were encouraging, showing that the potential influence of the head space between the film and product surface tend to cancel out. These findings would be useful in the development of freshness decay assessment tools using this optical technique along products' post-packaging chain.

Keywords: post-harvest, vegetables, freshness, baby-leaf, qualitative analysis, packaging film

REFERENCES

Beghi, R., Giovenzana, V., Civelli, R., Malegori, C., Buratti, S., & Guidetti, R., 2014. Setting-up of a simplified handheld optical device for decay detection in fresh-cut *Valerianella locusta* L. *Journal of food engineering*, 127, 10-15.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550785>

Influenza del packaging nell'analisi ottica di *Valerianella Locusta* L. di I e IV gamma mediante spettroscopia nel visibile/vicino infrarosso (vis/NIR) per il monitoraggio della shelf life

Valentina Giovenzana*, Alessio Tugnolo, Roberto Beghi, Ilaria Fiorindo, Andrea Casson, Riccardo Guidetti

Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali - Produzione, Territorio, Agroenergia, Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133, Milano, Italia

La disponibilità di uno strumento non distruttivo in grado di valutare i cambiamenti di frutta e verdura durante la shelf life potrebbe avere diverse applicazioni pratiche nella filiera: durante il periodo di conservazione prima dell'imballaggio, durante il processo di produzione e dopo l'imballaggio, la fase più critica. Inoltre, la possibilità di implementare una tecnologia non distruttiva per monitorare la freschezza del prodotto nel punto vendita potrebbe essere una garanzia ulteriore per i consumatori. Lo scopo del lavoro è quello di verificare l'applicabilità della spettroscopia vis/NIR per valutare l'influenza dell'imballaggio durante il monitoraggio della freschezza di foglie di *Valerianella* (*Valerianella Locusta* L.) di I e IV gamma. La shelf life della *Valerianella* è stata monitorata utilizzando uno spettrofotometro commerciale vis/NIR portatile (350 nm - 2500 nm). I campioni di *Valerianella* sono stati conservati a 4 °C per 14 giorni e sono stati effettuati 10 campionamenti, cinque volte prima e cinque dopo la data di scadenza. Gli spettri sono stati acquisiti in riflettanza attraverso l'imballaggio. Per testare le prestazioni dell'analisi ottica, è stato eseguito un confronto su 10 foglie per ogni data di campionamento senza imballaggio. A causa dello spessore molto sottile della foglia, una superficie nera e una bianca sono state alternativamente posizionate sul lato opposto della foglia, in corrispondenza del punto di acquisizione per valutare anche lo sfondo migliore per l'analisi dei dati acquisiti. L'analisi delle componenti principali (analisi qualitativa) è stata applicata sui dati spettrali al fine di valutare l'influenza del packaging per il monitoraggio della shelf life. I risultati preliminari dimostrano l'applicabilità della tecnica della spettroscopia vis/NIR per monitorare rapidamente la freschezza delle foglie di *Valerianella* di I e IV gamma. Questi risultati saranno utili nello sviluppo di strumenti per la valutazione del decadimento della freschezza di insalata di I e IV gamma usando la spettroscopia vis/NIR, anche nella parte di filiera dopo la fase d'imballaggio.

Parole chiave: post-raccolta, ortaggi, freschezza, baby-leaf, analisi qualitativa, packaging film

RIFERIMENTI

Beghi, R., Giovenzana, V., Civelli, R., Malegori, C., Buratti, S., & Guidetti, R., 2014. Setting-up of a simplified handheld optical device for decay detection in fresh-cut *Valerianella locusta* L. *Journal of food engineering*, 127, 10-15.

Prediction of Olive Chemical Characteristics by FT-NIR Spectroscopy

Cristina Alamprese^{1*}, Olusola Samuel Jolayemi¹, Silvia Grassi¹, Ernestina Casiraghi¹

¹Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milan, Italy, cristina.alamprese@unimi.it, olusola.jolayemi@unimi.it, silvia.grassi@unimi.it, ernestina.casiraghi@unimi.it

Chemical characteristics of olive fruits change during the ripening period and definitely affect the quality of the oil. A rapid and nondestructive method for predicting these characteristics is of paramount importance for the quality design of the end product. However, spectroscopic determination of quality parameters in intact olives is less frequent than other fruits (Fernández-Espinosa, 2016). Thus, this work aimed at predicting water, oil, and total polyphenol content (TPC) for different cultivars of olives by means of FT-NIR spectroscopy.

In particular, 267 olive samples belonging to 13 different cultivars and collected during three harvesting years were analysed in diffuse reflectance by an FT-NIR spectrometer (12,500–3,600 cm⁻¹; 8 cm⁻¹ resolution; 32 scans). Samples were analysed as single olives (20 olives per sample) by a fibre optic probe and as aliquots (100 g each) by an integrating sphere (2 aliquots per sample). Chemical analyses were performed as reported by Trapani et al. (2016). Spectra were sample-based averaged and pretreated to develop PLS regression models validated both by cross-validation and external prediction (30% of samples selected by Kennard-Stone algorithm).

Moisture, oil, and TPC content ranges were 39.5–85.3%, 2.1–26.0%, and 2.5–60.6 g/kg, respectively. Good PLS models were obtained for all the chemical parameters, with prediction R² ranging from 0.78 to 0.84 and maximum RMSEP values of 4.3%, 3.0%, and 8.5 g/kg for moisture, oil, and TPC, respectively. Similar results were obtained for both of the sample presentation forms, suggesting applicability of FT-NIR spectroscopy for chemical characterization of olive fruits both in-field and on-line.

Keywords: water content, oil content, polyphenols, PLS models

Acknowledgements: This work has been supported by the AGER 2 Project (Grant n° 2016-0105). Authors wish to thank the research unit of University of Bari, Teramo, Reggio Calabria, and Sassari for the assessment of the chemical properties.

REFERENCES

- Fernández-Espinosa, A. J., 2016. Combining PLS regression with portable NIR spectroscopy to on-line monitor quality parameters in intact olives for determining optimal harvesting time. *Talanta* 148, 216–228. <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2015.10.084>.
- Trapani, S., Migliorini, M., Cherubini, C., Cecchi, L., Canuti, V., Fia, G., & Zanoni, B., 2016. Direct quantitative indices for ripening of olive oil fruits to predict harvest time. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 118, 1202 – 1212. <https://dx.doi.org/10.1002/ejlt.201500317>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4549236>

Predizione delle Caratteristiche Compositive di Olive mediante Spettroscopia FT-NIR

Cristina Alamprese^{1*}, Olusola Samuel Jolayemi¹, Silvia Grassi¹, Ernestina Casiraghi¹

¹Dipartimento di Scienze per gli Alimenti, la Nutrizione e l'Ambiente (DeFENS), Università degli Studi di Milano, via G. Celoria 2, 20133 Milano, Italia; cristina.alamprese@unimi.it; olusola.jolayemi@unimi.it; silvia.grassi@unimi.it; ernestina.casiraghi@unimi.it

Le caratteristiche compositive delle olive si modificano durante la maturazione, comportando un effetto diretto sulla qualità degli oli ottenuti. Un metodo rapido e non distruttivo per la predizione di queste caratteristiche è quindi fondamentale per il settore oleario. Tuttavia, l'applicazione della spettroscopia per la determinazione dei parametri qualitativi delle olive intatte è meno frequente rispetto ad altri frutti (Fernández-Espinosa, 2016). In questo contesto, il presente studio propone di valutare la possibilità di predire attraverso spettroscopia FT-NIR il contenuto in acqua, olio e polifenoli totali in olive di diverse cultivar.

In particolare, 267 campioni di olive appartenenti a 13 cultivar e raccolte in 3 anni di campagna sono state analizzate in riflettanza diffusa mediante spettrometro FT-NIR (12500-3600 cm^{-1} ; risoluzione 8 cm^{-1} ; 32 scansioni). I campioni sono stati analizzati sia come singole olive (20 per campione) mediante fibra ottica, sia in aliquote (2 da 100 g ciascuna) utilizzando una sfera integratrice. Le analisi chimiche sono state svolte come riportato da Trapani et al. (2016). Gli spettri sono stati mediati per campione, pretrattati e utilizzati per lo sviluppo di modelli di regressione PLS validati sia mediante cross-validazione che in predizione esterna selezionando il 30% dei campioni applicando l'algoritmo Kennard-Stone.

Gli intervalli di variazione dei contenuti in acqua, olio e polifenoli sono risultati 39.5-85.3%, 2.1-26.0% e 2.5-60.6 g/kg, rispettivamente. Si sono ottenuti buoni modelli PLS, con R^2 in predizione compreso tra 0.78 e 0.84 e RMSEP inferiori a 4.3%, 3.0% e 8.5 g/kg rispettivamente per il contenuto in acqua, olio e polifenoli. Per entrambe le tecniche di campionamento si sono ottenuti risultati confrontabili, suggerendo l'applicabilità dell'approccio per la caratterizzazione delle olive sia in campo che in frantoio.

Parole chiave: contenuto di acqua, contenuto di olio, polifenoli, modelli PLS.

Ringraziamenti: Il lavoro è stato supportato dal progetto AGER 2 (Grant n° 2016-0105). Gli Autori ringraziano le unità operative delle Università di Bari, Teramo, Reggio Calabria e Sassari per la determinazione dei parametri chimici.

RIFERIMENTI

- Fernández-Espinosa, A. J., 2016. Combining PLS regression with portable NIR spectroscopy to on-line monitor quality parameters in intact olives for determining optimal harvesting time. *Talanta* 148, 216–228. <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2015.10.084>.
- Trapani, S., Migliorini, M., Cherubini, C., Cecchi, L., Canuti, V., Fia, G., & Zanoni, B., 2016. Direct quantitative indices for ripening of olive oil fruits to predict harvest time. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 118, 1202 – 1212. <https://dx.doi.org/10.1002/ejlt.201500317>



Functional NIR / NIR funzionale

Chair: Federico Marini

Brain Imaging with Functional Near-Infrared Spectroscopy in Educational Research

Nežka Sajinčič^{1*}, Anna Sandak^{1,2}, Jakub Sandak^{1,3}, Andreja Istenič Starčič^{4,5}

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, nezka.sajincic@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, jakub.sandak@innorenew.eu

² Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, University of Primorska, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

³ Andrej Marušič Institute, University of Primorska, jakub.sandak@upr.si

⁴ Faculty of Education, University of Primorska, Cankarjeva 5, 6000 Koper, Slovenia

⁵ Faculty of Civil and Geodetic Engineering, University of Ljubljana, Jamova 2, 1000 Ljubljana, Slovenia, andreja.starcic@gmail.com

The most frequently used functional neuroimaging methods in educational research are electro-encephalography (EEG) and functional magnetic resonance imaging (fMRI) (van Atteveldt et al., 2018), which have provided many insights into brain function during learning and teaching. While each method brings different advantages, studies using these imaging techniques are low in ecological validity, meaning that their findings cannot be generalized to real-life settings (Lewkowicz, 2001). Because of the methods' constraints, the stimuli and tasks that are used are highly controlled and relatively simple, and the environment in which the studies take place is artificial and isolated (van Atteveldt et al., 2018). This not only broadens the gap between experimental settings and real life but also severely limits the behaviours and populations that can be studied.

Functional near-infrared spectroscopy (fNIRS) is an alternative brain monitoring technique that can overcome some limitations of EEG and fMRI and has gained popularity among researchers and clinicians during the last 30 years (Boas et al., 2014). fNIRS takes advantage of the relative transparency of skin and bones to electromagnetic radiation in the near-infrared range (650–950 nm). It non-invasively transmits light through the scalp, skull, and cerebrospinal fluid to measure concentration changes of oxygenated, deoxygenated, and total haemoglobin in the brain tissue (Pinti et al., 2018). fNIRS is characterized by relatively high temporal and spatial resolution, low cost, portability, and movement tolerability. Consequently, this enables studies in more naturalistic settings with populations that struggle to remain motionless (e.g., infants) as well as procedures that involve mobility and interactivity (Boas et al., 2014). This approach may be useful in the field of educational neuroscience for assessment of brain functioning during learning and teaching. Importantly, learning analytics inform teaching practice, capturing the learner's state during the learning process (Istenič Starčič, 2019). The goal of the presentation is to examine the suitability of fNIRS use in education research and provide proof of concept examples.

Keywords: functional near-infrared spectroscopy (fNIRS), functional neuroimaging, educational research, ecological validity, electro-encephalography (EEG), functional magnetic resonance imaging (fMRI)

Acknowledgements: The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574) under the Horizon2020 Widespread-Teaming programme and the Republic of Slovenia for funds from the European Regional Development Fund.

REFERENCES

- Boas, D.A., Elwell, C.E., Ferrari, M., Taga, G., 2014. Twenty years of functional near-infrared spectroscopy: introduction for the special issue. *NeuroImage*. 85, 1–5. doi: 10.1016/j.neuroimage.2013.11.033
- Istenič Starčič, A., 2019. Human learning and learning analytics in the age of artificial intelligence. *Br J Educ Technol*, 50(6), 2974–2976. doi:10.1111/bjet.12879
- Lewkowicz, D. J., 2001. The concept of ecological validity: What are its limitations and is it bad to be invalid. *Infancy*. 2, 437–450. https://doi.org/10.1207/S15327078IN0204_03
- Pinti, P., Tachtsidis, O., Hamilton, A., Hirsch, J., Aichelburg, C., Gilbert, S., Burgess, P. W., 2018. The present and future use of functional near-infrared spectroscopy (fNIRS) for cognitive neuroscience. *Ann N Y Acad Sci*. 1–28. doi: 10.1111/nyas.13948
- van Atteveldt, N., van Kesteren, M.T.R., Braams, B., Krabbendam, L., 2018. Neuroimaging of learning and development: improving ecological validity. *Frontline Learn Res*. 6, 186–203. doi:10.14786/flr.v6i3.366

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550823>

Imaging Cerebrale con Spettroscopia Funzionale nel Vicino Infrarosso nella Ricerca Educativa

Nežka Sajinčič^{1*}, Anna Sandak^{1,2}, Jakub Sandak^{1,3}, Andreja Istenič Starčič^{4,5}

¹ InnoRenew CoE, Levade 6, 6310 Isola, Slovenia, nezka.sajincic@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, jakub.sandak@innorenew.eu

² Facoltà di Matematica, Scienze Naturali e Tecnologie Informatiche, Università del Litorale, Glagoljaska 8, 6000 Capodistria, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

³ Istituto Andrej Marušič, Università del Litorale, Cankarjeva 5, 6000 Capodistria, Slovenia, jakub.sandak@upr.si

⁴ Facoltà di Studi Educativi, Università del Litorale, Cankarjeva 5, 6000 Capodistria, Slovenia

⁵ Facoltà di Ingegneria Civile e Geodesia, Università di Lubiana, Jamova 2, 1000 Lubiana, Slovenia, andreja.starcic@gmail.com

I metodi di neuroimaging funzionale più frequentemente usati nella ricerca educativa sono l'elettroencefalografia (EEG) e la risonanza magnetica funzionale (fMRI) (van Atteveldt et al., 2018), che hanno fornito molte informazioni sulla funzione cerebrale durante l'apprendimento e l'insegnamento. Anche se questi metodi hanno diversi vantaggi, gli studi che utilizzano queste tecniche di imaging hanno una bassa validità ecologica, il che significa che i loro risultati non possono essere generalizzati alla vita reale (Lewkowicz, 2001). A causa dei limiti di questi metodi, gli stimoli e le attività utilizzate sono altamente controllati e relativamente semplici, e l'ambiente in cui si svolgono gli studi è artificiale ed isolato (van Atteveldt et al., 2018). Ciò non solo allarga il divario tra le impostazioni sperimentali e la vita reale, ma limita fortemente anche i comportamenti e le popolazioni che possono essere studiate.

La spettroscopia funzionale nel vicino infrarosso (fNIRS) è una tecnica di monitoraggio cerebrale alternativa che può superare alcuni limiti di EEG e fMRI e ha guadagnato popolarità tra ricercatori e clinici negli ultimi 30 anni (Boas et al., 2014). Essa sfrutta la relativa trasparenza della pelle e delle ossa alle radiazioni elettromagnetiche nel campo del vicino infrarosso (650-950 nm) e trasmette in modo non invasivo la luce attraverso il cuoio capelluto, il cranio, e il fluido cerebrospinale per misurare le variazioni di concentrazione dell'emoglobina ossigenata, deossigenata e totale, nel tessuto cerebrale (Pinti et al., 2018). fNIRS è caratterizzata da una risoluzione spaziale e temporale relativamente elevata, basso costo, portabilità e tollerabilità nei movimenti. Di conseguenza, ciò consente studi in contesti più realistici, con popolazioni che hanno difficoltà a rimanere immobili (ad esempio neonati), nonché procedure che includono mobilità e interattività (Boas et al., 2014). Questo approccio può essere utile nel campo delle neuroscienze educative per la valutazione del funzionamento cerebrale durante l'apprendimento e l'insegnamento. Il "learning analytics" ispira in modo importante la pratica dell'insegnamento nel catturare lo stato dello studente durante il processo di apprendimento (Istenci Starčič, 2019). L'obiettivo della presentazione è esaminare l'idoneità dell'utilizzo della fNIRS nella ricerca educativa e fornire esempi di prove concettuali.

Parole chiave: spettroscopia funzionale nel vicino infrarosso (fNIRS), neuroimaging funzionale, ricerca educativa, validità ecologica, elettroencefalografia (EEG), risonanza magnetica funzionale (fMRI)

Ringraziamenti: Gli autori ringraziano la Commissione Europea per il finanziamento del progetto InnoRenew (grant agreement #739574) nell'ambito del programma Widespread-Teaming Horizon 2020 e la Repubblica di Slovenia per i fondi da parte del Fondo europeo di sviluppo regionale.

RIFERIMENTI

- Boas, D.A., Elwell, C.E., Ferrari, M., Taga, G., 2014. Twenty years of functional near-infrared spectroscopy: introduction for the special issue. *NeuroImage*. 85, 1–5. doi: 10.1016/j.neuroimage.2013.11.033
- Istenič Starčič, A., 2019. Human learning and learning analytics in the age of artificial intelligence. *Br J Educ Technol*, 50(6), 2974–2976. doi:10.1111/bjet.12879
- Lewkowicz, D. J., 2001. The concept of ecological validity: What are its limitations and is it bad to be invalid. *Infancy*. 2, 437–450. https://doi.org/10.1207/S15327078IN0204_03
- Pinti, P., Tachtsidis, O., Hamilton, A., Hirsch, J., Aichelburg, C., Gilbert, S., Burgess, P. W., 2018. The present and future use of functional near-infrared spectroscopy (fNIRS) for cognitive neuroscience. *Ann N Y Acad Sci*. 1–28. doi: 10.1111/nyas.13948
- van Atteveldt, N., van Kesteren, M.T.R., Braams, B., Krabbendam, L., 2018. Neuroimaging of learning and development: improving ecological validity. *Frontline Learn Res*. 6, 186–203. doi:10.14786/flr.v6i3.366

Impact of Sample Volume and Wavelength Region on Near-Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS) Prediction of Inorganic Nutrient Components in Equine Faeces

Abimbola Y. Ikoyi^{1*}, Bridget A. Younge¹

¹University of Limerick, Limerick; abimbola.ikoyi@ul.ie

Near-infrared reflectance spectroscopy (NIRS) for mineral analyses in feeds, forages, and animal faeces has produced mixed results. Attempts to develop calibration equations have resulted in low prediction accuracy. Sample presentations have been shown to affect accuracy and precision of NIRS calibrations (Lovett et al., 2005). Studies have also shown that vital information can be gleaned by extending the wavelength range for spectra data collection to the visible range (400–700 nm) (Cozzolino and Moron, 2004). However, information on the impact of wavelength range of measurement and sample volume on accuracy of calibrations for the prediction of minerals is insufficient. A total of 111 faecal samples collected from horses with variation in type, gender, diet, and age were used in this study to determine the impact of wavelength region of measurement (400–2500 nm and 1100–2500 nm) and sample volume (half-full cup and full cup) on accuracy of prediction of minerals. Scanning of samples to collate spectra data resulted in four spectra categories. Each category was subjected to four scatter corrections and five mathematical treatments to give 80 predictions per mineral. Improved predictions, shown by the ratio performance deviation (RPD) and coefficient of determination of validation (R^2_{val}) were 2.67 (0.90), 3.49 (0.92), 3.01 (0.89), and 2.33 (0.81) for Ca, Cu, Zn, and Fe, respectively, at 400–2500 nm with full cup. A similar trend was observed for P, Mg, S, and Mo [RPD and R^2_{val} were 1.91(0.72), 2.45 (0.84), 2.16 (0.81), and 1.56 (0.6), respectively], although, with half-full cup. Wavelength region of measurement seemed to have more influence than the sample volume for prediction. Overall, accuracy of calibration models for the prediction of macro and micro minerals can be improved if spectra data is collected at the combination of visible and NIR region with either half-full or full cup of sample.

Keywords: NIRS, minerals, equine faeces, sample volume, wavelength region

Acknowledgements: We gratefully acknowledge funding from the Department of Biological Sciences, University of Limerick, Ireland.

REFERENCES

- Cozzolino, D., Moron, A., 2004. Exploring the use of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to predict trace minerals in legumes. *Animal Feed Science and Technology* 111, 161-173.
- Lovett, D.K., Deaville, E.R., Givens D.I., Finlay M., Owena E., 2005. Near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to predict biological parameters of maize silage: effects of particle comminution, oven drying temperature and the presence of residual moisture. *Animal Feed Science and Technology* 120, 323–332.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550867>

Impatto del volume del campione e della regione di lunghezze d'onda sulla spettroscopia di riflettanza nel vicino infrarosso (NIRS) Previsione di componenti nutritivi inorganici nelle feci equine

Abimbola Y. Ikoyi^{1*}, Bridget A. Younge¹

¹Università di Limerick, Limerick; abimbola.ikoyi@ul.ie

La spettroscopia di riflettanza nel vicino infrarosso (NIRS) per analisi di minerali in mangimi, foraggi e feci animali ha prodotto risultati contrastanti. I tentativi di sviluppare equazioni di calibrazione hanno portato a una bassa precisione di previsione. È stato dimostrato che la presentazione del campione influenza l'accuratezza e la precisione delle calibrazioni NIRS (Lovett, et al., 2005). Gli studi hanno anche dimostrato che le informazioni vitali possono essere raccolte estendendo l'intervallo di lunghezze d'onda per la raccolta dei dati sugli spettri all'intervallo visibile (400 - 700 nm) (Cozzolino e Moron, 2004). Tuttavia, le informazioni sull'impatto della gamma di lunghezze d'onda di misurazione e del volume del campione sull'accuratezza delle calibrazioni per la previsione dei minerali sono insufficienti. Un totale di 111 campioni fecali raccolti da cavalli con differenze di tipo, genere, dieta ed età sono stati utilizzati in questo studio per determinare l'impatto della regione di misura della lunghezza d'onda (400-2500 nm e 1100-2500 nm) e il volume del campione (metà-full cup e full cup) sull'accuratezza della previsione dei minerali. La scansione di campioni per raccogliere dati sugli spettri ha prodotto quattro categorie di spettri. Ogni categoria è stata sottoposta a quattro correzioni di scattering e cinque trattamenti matematici per fornire 80 previsioni per minerale. Le previsioni migliorate, mostrate dal valore di ratio performance deviation (RPD) e dal coefficiente di determinazione in validazione (R^2_{val}) sono state, rispettivamente, 2,67 (0,90), 3,49 (0,92), 3,01 (0,89) e 2,33 (0,81) per Ca, Cu, Zn e Fe, a 400-2500 nm con tazza piena. Una tendenza simile è stata osservata per P, Mg, S e Mo [RPD e R^2_{val} erano rispettivamente 1,91 (0,72), 2,45 (0,84), 2,16 (0,81) e 1,56 (0,6)], sebbene con una tazza piena per metà. La regione di misura della lunghezza d'onda sembra avere più influenza del volume del campione per la previsione. Nel complesso, l'accuratezza dei modelli di calibrazione per la previsione di macronutrienti e micro-minerali può essere migliorata se i dati sugli spettri vengono raccolti in combinazione tra la regione visibile e la regione NIR con il contenitore riempito a metà o totalmente con il campione.

Parole chiave: NIRS, minerali, feci equine, volume del campione, regione di lunghezze d'onda

Ringraziamenti: ringraziamo con gratitudine il finanziamento del Dipartimento di Scienze Biologiche dell'Università di Limerick, Irlanda

RIFERIMENTI

- Cozzolino, D., Moron, A., 2004. Exploring the use of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to predict trace minerals in legumes. *Animal Feed Science and Technology* 111, 161-173.
- Lovett, D.K., Deaville, E.R., Givens D.I., Finlay M., Owena E., 2005. Near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to predict biological parameters of maize silage: effects of particle comminution, oven drying temperature and the presence of residual moisture. *Animal Feed Science and Technology* 120, 323-332.



Imaging / Imaging

Chair: Cristina Malegori

NIR-hyperspectral imaging for the quantification of rind percentage in grated Parmigiano Reggiano cheese

R. Calvini^{1*}, S. Michelini², V. Pizzamiglio², L. Governatori¹, G. Foca¹, A. Ulrici¹

¹ Department of Life Sciences and Interdepartmental Centre BIOGEST-SITEIA, University of Modena and Reggio Emilia, Pad. Besta – Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italy, rosalba.calvini@unimore.it, lorenzo.governatori@unimore.it, giorgia.foca@unimore.it, alessandro.ulrici@unimore.it

² Parmigiano Reggiano Cheese Consortium, Via J. F. Kennedy, 18, 42124, Reggio Emilia, Italy, michelini@parmigianoreggiano.it, pizzamiglio@parmigianoreggiano.it

According to the Specifications of Parmigiano Reggiano Cheese, the rind percentage in grated cheese products should not exceed the 18% (w/w) threshold value (Specifications of Parmigiano Reggiano Cheese). In order to ensure product compliance with quality standards, the present study has two main objectives: evaluating the potential of NIR-hyperspectral imaging (NIR-HSI) in the quantification of rind percentage and estimating the effect of factors related to sample preparation and composition on the determination of this percentage. In the first step, hyperspectral images of grated cheese samples with varying levels of rind were acquired in the 1000 nm–1650 nm NIR range. The hyperspectral images were converted into one-dimensional signals, named common space hyperspectrograms (CSH), which are obtained by merging in sequence the frequency distribution curves of quantities derived from a principal component analysis (PCA) model common to the whole image dataset (Calvini et al., 2016). The CSH signals were used to calculate a calibration model, using partial least squares (PLS) algorithm, in order to predict the rind amount of the corresponding samples. In the second step, fat content of the pulp and grater type were considered as potential factors influencing the spectral response for the quantification of rind percentage. Grated cheese samples were prepared considering all the possible combinations between three levels of rind amount (8%, 18%, and 28%), two grater types, and two levels of fat content. The hyperspectral images were analysed by means of ANOVA-simultaneous component analysis (ASCA) in order to evaluate the influence of these factors and their interactions both on the spectral response and on the CSH signals.

Keywords: grated cheese, NIR-HSI, multivariate calibration, ASCA

Acknowledgements: First author gratefully acknowledges receiving funding from Consorzio del Formaggio Parmigiano Reggiano (Italy).

REFERENCES

Calvini, R., Foca, G., Ulrici, A., 2016. Data dimensionality reduction and data fusion for fast characterization of green coffee samples using hyperspectral sensors. *Anal. Bioanal. Chem.* 408(26), 7351-7366. <https://doi.org/10.1007/s00216-016-9713-7>

Specifications of Parmigiano Reggiano Cheese.

https://www.parmigianoreggiano.com/consortium/rules_regulation_2/default.aspx

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550877>

Imaging iperspettrale nel vicino infrarosso per la determinazione della percentuale di crosta in campioni di Parmigiano Reggiano grattugiato

R. Calvini^{1*}, S. Michelini², V. Pizzamiglio², L. Governatori¹, G. Foca¹, A. Ulrici¹

¹ Dipartimento di Scienze della Vita e Centro Interdipartimentale BIOGEST-SITEIA, Università di Modena e Reggio Emilia, Pad. Besta – Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italia, rosalba.calvini@unimore.it, lorenzo.governatori@unimore.it, giorgia.foca@unimore.it, alessandro.ulrici@unimore.it

² Consorzio del Formaggio Parmigiano Reggiano, Via J. F. Kennedy, 18, 42124, Reggio Emilia, Italia, michelini@parmigianoreggiano.it, pizzamiglio@parmigianoreggiano.it

Il Disciplinare di Produzione del Formaggio Parmigiano Reggiano prevede che nel formaggio grattugiato la percentuale di crosta non sia superiore al 18% (p/p). (Disciplinare di Produzione del Formaggio Parmigiano Reggiano). Per garantire il rispetto degli standard di qualità di questo prodotto, il presente lavoro ha due obiettivi principali: valutare le potenzialità dell'imaging iperspettrale nel vicino infrarosso (NIR-HSI) per quantificare la percentuale di crosta, e studiare i fattori relativi alla preparazione e alla composizione del campione che hanno maggior influenza nella determinazione di tale percentuale. In una prima fase sono state acquisite immagini iperspettrali nel range 1000 nm – 1650 nm di campioni di formaggio grattugiato con diverse percentuali di crosta. Le immagini iperspettrali sono state convertite in segnali mono-dimensionali, chiamati Common Space Hyperspectrograms (CSH), ottenuti unendo in sequenza le curve di distribuzione delle frequenze di parametri derivati dall'Analisi delle Componenti Principali (PCA) effettuata sull'intero dataset di immagini (Calvini et al., 2016). La matrice dei CSH è stata utilizzata per calcolare un modello calibrazione per stimare la percentuale di crosta utilizzando l'algoritmo Partial Least Squares (PLS). Nella seconda fase, il contenuto di grasso della pasta e la tipologia di grattugia sono stati presi in considerazione come fattori che possono influenzare la risposta spettrale nella determinazione della percentuale di crosta. In particolare, sono stati preparati campioni di Parmigiano Reggiano grattugiato considerando tutte le possibili combinazioni tra tre livelli di percentuale di crosta (8%, 18% e 28%), due tipologie di grattugia e due livelli di contenuto di grasso della pasta. Le immagini iperspettrali di questi campioni sono state analizzate utilizzando ANOVA Simultaneous Component Analysis (ASCA) per valutare l'influenza dei diversi fattori e delle loro interazioni sulla risposta spettrale e sui segnali CSH.

Parole chiave: formaggio grattugiato, NIR-HSI, calibrazione multivariata, ASCA

Ringraziamenti: il primo autore ringrazia il Consorzio del Formaggio Parmigiano Reggiano per il supporto finanziario.

RIFERIMENTI

Calvini, R., Foca, G., Ulrici, A., 2016. Data dimensionality reduction and data fusion for fast characterization of green coffee samples using hyperspectral sensors. *Anal. Bioanal. Chem.* 408(26), 7351-7366.

Disciplinare di Produzione del Formaggio Parmigiano Reggiano.

https://www.parmigianoreggiano.com/consortium/rules_regulation_2/default.aspx

Characterization of heritage objects with NIR hyperspectral imaging

Jakub Sandak^{1,2*}, Anna Sandak^{1,3}, Lea Legan⁴, Klara Retko⁴, Maša Kavčič⁴, Janez Kosel⁴, Faksawat Poohphajai^{1,5}, Rene Herrera Diaz^{1,6}, Veerapandian Ponnuchamy¹, Nežka Sajinčič¹, Črtomir Tavzes^{1,4}, Polona Ropret⁴

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, jakub.sandak@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, faksawat.poohphajai@innorenew.eu, rene.herdiar@innorenew.eu, veerapandian.ponnuchamy@innorenew.eu, nezka.sajincic@innorenew.eu, crtomir.tavzes@innorenew.eu

² University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

³ University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

⁴ Institute for the Protection of Cultural Heritage of Slovenia, Poljanska 40, SI-1000 Ljubljana, Slovenia, lea.legan@zvkd.si, klara.retko@zvkd.si, masa.kavcic@zvkd.si, janez.kosel@zvkd.si, crtomir.tavzes@zvkd.si, polona.ropret@zvkd.si

⁵ Aalto University, School of Chemical Engineering, Department of Bioproducts and Biosystems, P.O. Box 16300, 00076, Aalto, Finland

⁶ Chemical and Environmental Engineering Department, University of the Basque Country, San Sebastian, Spain

Numerous analytical methods might be implemented to study art objects' authenticity, composition, and conservation state. However, most of these are time consuming, expensive, or destructive. The implementation of alternative techniques having high reliability and nondestructive character is, therefore, within great interest of restorers and researchers. This work demonstrates the implementation of hyperspectral imaging (HI) for cultural heritage object evaluation. Five hyperspectral cameras produced by SPECIM (Oulu, Finland) that operate in different spectral ranges were used for scanning a beehive panel painting that was obtained from the collection of the Slovene Ethnographic Museum. All cameras were operating in push broom mode, allowing line by line spectral measurement. White (spectralon) and black (detector noise) reference backgrounds were measured before each scanning of the panel. Halogen lamps were used as a light source for VNIR, NIR, and SWIR cameras, while heat radiation was used as a source for the MWIR and LWIR systems. Evince software by Prediktera (Umea, Sweden) was used for analysing and exploring the hyperspectral images. Standard normal variate (SNV) and mean centring were applied as preprocessing prior to PCA modelling.

Precise and fast methods, such as HI, provide information related not only to certain pigments and binders used but also allow for their mapping on the entire object. The obtained score plots, in the form of spatially resolved pixels, also contain information regarding similarity, groupings, and trend patterns that characterize the object. Analysis of loadings allows identification of spectra where specific wavelengths regions contributed to high variance in certain PCA models. In our study, HI scanning was also compared with other spectroscopic methods, such as Raman and FT-IR spectroscopy, which are commonly used for the identification of pigments and binders of the investigated objects (Retko et al., 2019). Therefore, the merging of HI with other reference methods results in the generation of a rich database that allows for a precise identification of original artist materials as well as various additives that were possibly applied later (e.g., during conservation campaigns).

Keywords: hyperspectral imaging, cultural heritage, painted beehive panels

Acknowledgements: The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574) under the Horizon2020 Widespread-Teaming program and the Republic of Slovenia (investment funding of the Republic of Slovenia and the European Union European Regional Development Fund).

Authors acknowledge the Slovene Ethnographic Museum for providing painted beehive panels for spectroscopic analysis.

REFERENCES

Retko, K., Kavčič, M., Legan, L., Penko, A., Tavzes, Č., Ropret, P., 2019. Beehive panel paintings: material characterisation. Proceedings of Technart 2019, International Conference on Use of Analytical Techniques for Characterization of Artworks, 7-10 May, Brugge, Belgium.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550885>

Caratterizzazione di oggetti del patrimonio culturale con immagini iperspettrali NIR

Jakub Sandak^{1,2*}, Anna Sandak^{1,3}, Lea Legan⁴, Klara Retko⁴, Maša Kavčič⁴, Janez Kosel⁴, Faksawat Poohphajai^{1,5}, Rene Herrera Diaz^{1,6}, Veerapandian Ponnuchamy¹, Nežka Sajinčič¹, Črtomir Tavzes^{1,4}, Polona Ropret⁴

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, jakub.sandak@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, faksawat.poohphajai@innorenew.eu, rene.herdiaz@innorenew.eu, veerapandian.ponnuchamy@innorenew.eu, nezka.sajincic@innorenew.eu, crtomir.tavzes@innorenew.eu

² University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

³ University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

⁴ Institute for the Protection of Cultural Heritage of Slovenia, Poljanska 40, SI-1000 Ljubljana, Slovenia, lea.legan@zvkds.si, klara.retko@zvkds.si, masa.kavcic@zvkds.si, janez.kosel@zvkds.si, crtomir.tavzes@zvkds.si, polona.ropret@zvkds.si

⁵ Aalto University, School of Chemical Engineering, Department of Bioproducts and Biosystems, P.O. Box 16300, 00076, Aalto, Finland

⁶ Chemical and Environmental Engineering Department, University of the Basque Country, San Sebastian, Spain

Numerosi metodi analitici possono essere implementati per studiare l'autenticità, la composizione e lo stato di conservazione di opere d'arte. Tuttavia, molti di questi metodi richiedono tempo, sono costosi o distruttivi. L'utilizzo di tecniche alternative non distruttive e con alta affidabilità è, di conseguenza, di grande interesse per restauratori e ricercatori. Questo lavoro mostra l'implementazione dell'imaging iperspettrale (HI) per la valutazione di manufatti artistici. Cinque camere iperspettrali prodotte da SPECIM (Oulu, Finlandia) che operano in diverse gamme spettrali sono state usate per scansionare un pannello di arnia dipinto ottenuto da una collezione del Museo Etnografico Sloveno. Tutte le camere hanno operato nella modalità 'push broom', permettendo una misurazione spettrale linea per linea. Standard di riferimento bianchi (spectralon) e neri (detector noise) sono stati misurati prima di ogni acquisizione del pannello. Come sorgenti per le camere VNIR, NIR e SWIR sono state utilizzate delle lampade alogene, mentre per i sistemi MWIR e LWIR sono state utilizzate radiazioni di calore. Il software Evinco di Prediktera (Umeå, Svezia) è stato utilizzato per analizzare ed esplorare le immagini iperspettrali. Standard normal variate (SNV) e mean centering sono stati applicati come pretrattamenti prima di effettuare la PCA.

Metodi precisi e veloci come HI forniscono informazioni riguardanti non solo alcuni pigmenti e leganti utilizzati, ma permettono anche la loro mappatura sull'intero oggetto. Gli score plot ottenuti, sotto forma di pixel spazialmente risolti, contengono anche informazioni riguardanti similitudini, raggruppamenti e trend che caratterizzano l'oggetto. L'analisi dei loadings ha permesso l'identificazione di regioni specifiche dello spettro che hanno contribuito alla alta varianza in alcuni modelli PCA. Nel nostro studio, la scansione HI è stata comparata con altri metodi spettroscopici, come la spettroscopia Raman e FT-IR, che sono usate comunemente per l'identificazione di pigmenti e leganti degli oggetti investigati (Retko et al. 2019). Di conseguenza, la combinazione di HI con altri metodi di riferimento ha portato

alla generazione di un ricco database che permette una precisa identificazione di materiali artistici originali, come anche altri additivi che possono essere stati applicati successivamente (per esempio, durante interventi di conservazione).

Parole chiave: immagini iperspettrali, patrimonio culturale, dipinti su pannelli di arnia.

Ringraziamenti: Gli autori ringraziano la Commissione Europea per il finanziamento del progetto InnoRenew (grant agreement #739574) sotto il programma Horizon2020 Widespread-Teaming e la Repubblica di Slovenia (finanziamento investimento della repubblica di Slovenia e del Fondo dell'Unione Europea per lo sviluppo regionale (European Union Regional Development Fund)).

Gli autori ringraziano il Museo Etnografico Sloveno per la fornitura del dipinto di pannelli di arnia per l'analisi spettroscopica

RIFERIMENTI

Retko, K., Kavčič, M., Legan, L., Penko, A., Tavzes, Č., Ropret, P., 2019. Beehive panel paintings: material characterisation. Proceedings of Technart 2019, International Conference on Use of Analytical Techniques for Characterization of Artworks, 7-10 May, Brugge, Belgium.

Clustering-based automated data reduction for the processing of hyperspectral data on paintings

Giorgia Sciutto^{1*}, Paolo Oliveri², Emilio Catelli¹, Cristina Malegori², Silvia Prati¹, Rocco Mazzeo¹

¹ Department of Chemistry "G.Ciamician" University of Bologna – Ravenna Campus, Via Guaccimanni 42, 48121 Ravenna; giorgia.sciutto@unibo.it

² Department of Pharmacy (DIFAR) University of Genova – Sturla Campus, Viale Cembrano 4, 16148 Genova

The present study describes a multivariate strategy that can be used for the automatic processing of NIR hyperspectral imaging data obtained during investigation of paintings. The chemometric strategy is based on the integration of principal component analysis (PCA) with a clustering approach in the space subtended by the three lowest-order principal components, by means of the density-based spatial clustering of applications with noise (DBSCAN) method. The strategy allows the analyst to automatically identify the regions of interest (ROIs) of the area investigated and to extract the average spectra related to each ROI. The approach was applied on real case studies; namely, mock-up paintings (egg tempera on wood) were scanned with a NIR hyperspectral imaging system working in the SWIR spectral region (1000-2500 nm). In more detail, HSI-NIR data were acquired by a push-broom system composed of an SWIR3 hyperspectral camera working at 5.6 nm spectral resolution (Specim Ltd, Finland). The instrumental setting was characterized by three halogen lamps (35 W, 430 lm, 2900 K each) as the illumination sources and a horizontal line scanner (40 × 20 cm moving stage) on which samples were laid down. Prior to each measurement, dark (closed shutter) and white (99% reflectance Spectralon® rod) images were automatically recorded and used to compute the spectral reflectance value (R) for each pixel and wavelength.

Keywords: near-infrared hyperspectral imaging (NIR-HSI), clustering approach, artworks

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551155>

Selezione automatica di regioni di interesse basata sul clustering, per l'elaborazione di dati iperspettrali NIR ottenuti su dipinti

Giorgia Sciutto^{1*}, Paolo Oliveri², Emilio Catelli¹, Cristina Malegori², Silvia Prati¹, Rocco Mazzeo¹

¹ Department of Chemistry "G.Ciamician" University of Bologna - Ravenna Campus, Via Guaccimanni 42, 48121 Ravenna; giorgia.sciutto@unibo.it

² Department of Pharmacy (DIFAR) University of Genova - Sturla Campus, Viale Cembrano 4, 16148 Genova

Il presente studio presenta una strategia multivariata per l'elaborazione automatica di dati di imaging iperspettrale, ottenuti da analisi su dipinti. La strategia chemiometrica si basa sull'integrazione dell'analisi delle componenti principali (PCA) con un approccio di clustering nello spazio descritto dalle prime tre componenti principali, mediante il metodo DBSCAN (density-based spatial clustering of applications with noise). La strategia consente all'analista di identificare automaticamente le regioni di interesse (ROI) dell'area indagata e di estrarre gli spettri medi relativi a ciascuna ROI. L'approccio è stato applicato su dati ottenuti dalla scansione, tramite sistema di imaging iperspettrale NIR operante nella regione spettrale SWIR (1000-2500 nm), di un dipinto a tempera all'uovo realizzato in laboratorio secondo le procedure riportate nelle antiche ricette. In maggior dettaglio, le scansioni iperspettrali NIR sono state ottenute mediante un apparato strumentale a scansione lineare composto da una camera iperspettrale SWIR3, operante ad una risoluzione spettrale di 5.6 nm (Specim Ltd, Finlandia). La configurazione comprende una sorgente di illuminazione costituita da tre lampade alogene (35 W, 430 lm, 2900 K, ciascuna) e uno scanner orizzontale (Lab Scanner 40 × 20 cm), su cui sono stati adagiati i campioni. Prima di ogni misura, sono stati acquisiti automaticamente un nero (con l'obiettivo otturato) e un bianco (barra di Spectralon®, al 99% di riflettanza certificata), utilizzati per il calcolo dei valori di riflettanza (R) per ciascun pixel e per ciascuna lunghezza d'onda individualmente.

Parole chiave: Imaging iperspettrale nel vicino infrarosso; Clustering; Dipinti

Recovering biological fluids signature from near-infrared hyperspectral images

Mohamad Ahmad^{1,2}, Raffaele Vitale², Carolina S. Silva³, Cyril Ruckebusch², Marina Cocchi^{1*}

¹ Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche, Università di Modena e Reggio Emilia, Via Campi 103, 41125 Modena, Italia

² Université de Lille, CNRS, UMR 8516 – LASIR – Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman, F-59000 Lille, France

³ Department of Chemical Engineering, Federal University of Pernambuco, Av. Prof. Moraes Rego, 1235, Cidade Universitaria, Recife, Brazil

A newly developed methodology (M. Ahmad et al., 2020), based on wavelet transform, grey-level co-occurrence matrices, and principal component analysis (PCA), is described for the analysis of near-infrared hyperspectral images (NIR HSI) of semen droplets on various fabrics (C. S. Silva et al., 2017). Biological fluids, such as semen, are systems that have complex compositions which are not always retrieved or detectable. In different forensic scenarios, biological fluids can be found on a variety of surfaces, considerably increasing the effort necessary to detect and analyze them in a nondestructive manner. NIR imaging provides a solution. However, as fabrics have quite rough surfaces, the semen spectral signature is hampered by strong light scattering and high absorbance of thick and colored fabrics. An additional issue is the lack of spatial selectivity, i.e., there is no region where only semen is present. This is also the case for the spectral mode, meaning that the spectral signature of semen overlaps with that of fabric. To cope with these issues, the presented methodology applies wavelet transform to analyze the different spatial frequency contributions present in the images; in this way, different spatial features can be enhanced and captured. Descriptors derived by co-occurrence matrices are then used to summarize these local spatial features per spectral wavelength. Afterwards, PCA is utilized to highlight the main sources of spatial variability across the spectral dimension. The methodology allows for the isolation of some of the spatially and spectrally distinct components in the hyperspectral image, highlighting their mutual link.

Keywords: near-infrared hyperspectral images, spatial features, wavelet transform, grey-level co-occurrence matrix, multivariate image analysis

REFERENCES

- M. Ahmad, R. Vitale, C. Silva, C. Ruckebusch, M. Cocchi, 2020. Exploring local spatial features in Hyperspectral images, *Journal of Chemometrics* 34:10. <https://doi.org/10.1002/cem.3295>
- C. S. Silva, M.F. Pimentel, J.M. Amigo, R.S. Honorato, C. Pasquini, 2017. Detecting semen stains on fabrics using near infrared hyperspectral images and multivariate models, *Trends in Analytical Chemistry* 95 p:23-35. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.07.026>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551195>

Recupero della firma dei fluidi biologici dall'iperspettrale nel vicino infrarosso immagini

Mohamad Ahmad^{1,2}, Raffaele Vitale², Carolina S. Silva³, Cyril Ruckebusch², Marina Cocchi^{1*}

¹ Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche, Università di Modena e Reggio Emilia, Via Campi 103, 41125 Modena, Italia

² Université de Lille, CNRS, UMR 8516 - LASIR - Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman, F-59000 Lille, France

³ Department of Chemical Engineering, Federal University of Pernambuco, Av. Prof. Moraes Rego, 1235, Cidade Universitaria, Recife, Brazil

Una metodologia di recente sviluppo [M. Ahmad et al 2020] per l'analisi delle immagini iperspettrali nel vicino infrarosso (NIR HSI) basata sull'uso combinato della trasformata wavelet (WT), matrici di co-occorrenza in scala di grigi e analisi delle componenti principali (PCA) è stata applicata a dati NIR HSI di gocce di sperma deposte su diversi tessuti [C. S. Silva et al 2017]. I fluidi biologici, come lo sperma, sono sistemi che hanno composizioni complesse che rendono difficile, a seconda del contesto, rilevarli con metodi standard di analisi. Ad esempio, in ambito forense, i fluidi biologici si possono trovare depositati sui tessuti, dove è necessario uno sforzo notevole per rilevarli. Infatti, i tessuti possono avere superfici piuttosto ruvide che comportano maggiori difficoltà da affrontare in HSI, quali la variabilità legata alla dispersione della luce su superfici ruvide e l'elevata assorbanza di tessuti particolarmente spessi che può inficiare l'analisi di riconoscimento dello sperma. Un ulteriore ostacolo è l'assenza di una regione della superficie in cui sia presente solo sperma abbinata anche alla mancanza di selettività negli spettri, dove la firma spettrale dello sperma si sovrappone a quella del tessuto. La metodologia proposta applica WT per analizzare i diversi contributi in frequenza presenti nelle immagini, in modo da evidenziare e catturare le diverse caratteristiche spaziali presenti nelle distinte sub-immagini. I descrittori derivati dalla matrice di co-occorrenza sono utili per riassumere queste caratteristiche spaziali locali a ciascuna lunghezza d'onda spettrale. Successivamente viene utilizzata l'analisi delle componenti principali per evidenziare le principali fonti di variabilità spaziale (codificate nei descrittori ricavati dalle matrici di co-occorrenza) in funzione della dimensione spettrale. La metodologia permette quindi di isolare spazialmente e spettralmente le diverse componenti presenti nell'immagine iperspettrale, ed associarle ai canali spettrali che sono i più distintivi per questi contributi.

Parole chiave: near-infrared hyperspectral images; spatial features; wavelet transform; grey-level co-occurrence matrix; multivariate image analysis

RIFERIMENTI

- M. Ahmad, R. Vitale, C. Silva, C. Ruckebusch, M. Cocchi, 2020. Exploring local spatial features in Hyperspectral images, *Journal of Chemometrics* 34:10. <https://doi.org/10.1002/cem.3295>
- C. S. Silva, M.F. Pimentel, J.M. Amigo, R.S. Honorato, C. Pasquini, 2017. Detecting semen stains on fabrics using near infrared hyperspectral images and multivariate models, *Trends in Analytical Chemistry* 95 p:23-35. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.07.026>

Identification of dried bacteria related to dairy industry using NIR spectral imaging at different spatial scales

V. Caponigro^{1,2}, A. Herrero-Langreo^{1,2}, M. Ferone^{1,2}, L. Eastwood², A. G. M. Scannell^{2,3,4}, F. Marini⁵, A. A. Gowen^{*1,2}

¹ UCD School of Biosystems and Food Engineering, ² UCD Institute of Food and Health, ³ UCD Center for Food Safety, ⁴ UCD School of Agriculture and Food Science, UCD, Belfield, Dublin, Ireland, vickycaponigro@ucdconnect.ie; aoife.gowen@ucd.ie

⁵ Dipartimento di Chimica, Sapienza Università di Roma, Piazzale Aldo Moro 5, Rome, Italy; federico.marini@uniroma1.it

In food safety, the standard method for evaluation of surface contamination involves swabbing the working surfaces and analysing the swab (Lelieveld et al., 2014). The results of this methodology depend on the sampling scheme employed. The application of NIR hyperspectral imaging (NIR-HSI) combined with chemometrics can recognise different types of food-related bacteria, introducing a spatial information absent using traditional approaches. Colonies of bacteria on agar (Kammies et al., 2016) and bacteria on aluminium (Dubois et al., 2005) have been identified using NIR-HSI.

In this study, Gram positive and Gram negative bacteria of relevance to the dairy industry are analysed with a preliminary experiment carried out using *E. coli* and *B. subtilis*. Bacteria were grown in liquid culture and culture media removed by washing with sterile buffer and/or water; 10 µL drops of cell suspension at different concentrations (1–10 optical density [O.D.] measured at 600 nm) were dried on stainless steel slides. The dried bacteria were imaged using Cytoviva Vis-SWIR Nanoscale Hyperspectral Microscope (ImSpector NIR, InGaAs Xeva Camera). The NIR wavelength range of this microscope is 870–1700 nm. Each sample was scanned by using both 10x (numerical aperture [N.A.] 0.25) and 50x (N.A. 0.65) lens, in order to increase the spatial information. Initial principal component analysis (PCA) showed the substantial effect of surface morphology on the spectral imaging data. Different chemometrics approaches were subsequently applied and compared in order to evaluate their performance on bacteria classification.

Keywords: food safety, bacteria, hyperspectral, spectral, imaging, NIR

Acknowledgements: Authors gratefully acknowledge Science Foundation Ireland (SFI) under the investigators programme Proposal ID 15/IA/2984–HyperMicroMacro.

REFERENCES

- Dubois, J., Neil Lewis, E., Fry, F.S., Calvey, E.M., 2005. Bacterial identification by near-infrared chemical imaging of food-specific cards. *Food Microbiol.* 22, 577–583.
- Kammies, T.L., Manley, M., Gouws, P.A., Williams, P.J., 2016. Differentiation of foodborne bacteria using NIR hyperspectral imaging and multivariate data analysis. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 100, 9305–9320. <https://doi.org/10.1007/s00253-016-7801-4>
- Lelieveld, H.L.M., Holah, J.T., Napper, D., 2014. *Hygiene in food processing: Principles and practice.* Woodhead Publishing Limited.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551225>

Identificazione di batteri di rilevanza per l'industria lattiero-casearia utilizzando immagine spettrale NIR a diverse scale spaziali

V. Caponigro^{1,2}, A. Herrero-Langreo^{1,2}, M. Ferone^{1,2}, L. Eastwood², A. G. M. Scannell^{2,3,4}, F. Marini⁵, A. A. Gowen^{*1,2}.

¹UCD School of Biosystems and Food Engineering, ²UCD Institute of Food and Health, ³UCD Center for Food Safety, ⁴UCD School of Agriculture and Food Science, UCD, Belfield, Dublin, Ireland, vickycaponigro@ucdconnect.ie; aoife.gowen@ucd.ie

⁵Dipartimento di Chimica, Sapienza Università di Roma, Piazzale Aldo Moro 5, Rome, Italy,

La procedura standard per valutare la contaminazione microbica delle superfici nel campo della sicurezza alimentare prevede l'utilizzo di tamponi applicate sulle superfici di lavoro e la loro analisi. (Lelieveld et al., 2014) I risultati dipendono dallo schema di campionamento impiegato. L'immagine spettrale NIR (HSI), in combinazione con la chemiometria, è in grado di riconoscere diversi tipi di batteri legati alla produzione alimentare, introducendo un'informazione spaziale che sarebbe assente utilizzando gli approcci tradizionali. NIR HSI è stato applicato nel riconoscimento di colonie di batteri cresciuti su agar (Kammies et al., 2016) e sospensioni batteriche depositate su alluminio (Dubois et al., 2005).

In questo studio vengono analizzati batteri Gram positivi e Gram negativi rilevanti per l'industria casearia, con un esperimento preliminare condotto con *E. coli* e *B. subtilis*. I batteri sono stati cresciuti in terreno liquido, successivamente rimosso lavando con tampone sterile e / o acqua. 10 µL di sospensione cellulare a diverse concentrazioni (1 - 10 densità ottica (O.D.) misurate a 600 nm) sono state fatte essiccare su superfici di acciaio inossidabile. I batteri essiccati sono stati analizzati utilizzando il microscopio iperspettrale su scala nanoscopica Cytoviva Vis-SWIR (ImSpector NIR, InGaAs Xeva Camera). L'intervallo NIR di questo microscopio è 870-1700 nm. Lo stesso campione è stato analizzato utilizzando lenti 10x (apertura numerica (N.A.) 0,25) e 50x (N.A. 0,65), al fine di aumentare le informazioni spaziali. L'analisi iniziale delle componenti principali (PCA) ha mostrato un effetto importante della morfologia superficiale sulle immagini. Diversi approcci chemiometrici sono stati successivamente applicati e confrontati al fine di migliorare la classificazione dei batteri.

Parole chiave: sicurezza alimentare, batteri, iperspettrale, spettrale, immagine, NIR.

Ringraziamenti: gli autori ringraziano la Science Foundation Ireland (SFI) per il finanziamento del progetto: ID 15 / IA / 2984 — HyperMicroMacro.

RIFERIMENTI

- Dubois, J., Neil Lewis, E., Fry, F.S., Calvey, E.M., 2005. Bacterial identification by near-infrared chemical imaging of food-specific cards. *Food Microbiol.* 22, 577–583.
- Kammies, T.L., Manley, M., Gouws, P.A., Williams, P.J., 2016. Differentiation of foodborne bacteria using NIR hyperspectral imaging and multivariate data analysis. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 100, 9305–9320. <https://doi.org/10.1007/s00253-016-7801-4>
- Lelieveld, H.L.M., Holah, J.T., Napper, D., 2014. *Hygiene in food processing: Principles and practice.* Woodhead Publishing Limited.



Forestry and wood / Silvicoltura e legno

Chair: Jakub Sandak

Use of infrared spectroscopy for a sampling study of waste wood samples in a panel board industry

M. Mancini^{1*}, Åsmund Rinnan¹, G. Toscano², E. Leoni², D. Duca²

¹ Department of Food Science, Faculty of Life Sciences, University of Copenhagen, Rolighedsvej 30, DK-1958 Frederiksberg C, Denmark

² Agricultural, Food and Environmental Sciences, Università Politecnica delle Marche, via Brecce Bianche 60131 Ancona, Italy

Waste wood (WW) includes wood or wood-containing materials from different sources, i.e., packaging, construction, and demolition activities; furniture and industrial sector (Edo et al., 2016). WW is considered a valuable material especially because its efficient utilization can aid in contributing to climate change mitigation (Röder and Thornley, 2018). In particular, it can help in reducing greenhouse gas emissions when it is being recycled for the panel board industry. However, even treating it as a secondary resource for energy recovery instead of a waste to dispose of will mitigate climate change. This more efficient utilization of WW is in accordance with the European policy and the Waste Framework Directive that promotes the circular economy and reuse and recycle over the disposal in landfill.

Considering the heterogeneity and chemical complexity of WW (Huron et al., 2017), an assessment of product composition is necessary before deciding its most appropriate use on the basis of quality attributes. To this aim, a sampling study was carried out in order to investigate the variation in samples properties and ensure reliable and representative results. A set of WW samples have been collected in a panel board industry located in the northern part of Italy. The samples have been analysed ground and in their original form by means of spectroscopic techniques. In addition, they have been analysed both with their original moisture content directly in the panel board industry and after a stabilization process (moisture equilibrium). The collected data have been investigated using multivariate data analysis techniques to determine the optimal sampling procedure in terms of frequency of sampling and number of replicates to perform. The outcomes provide preliminary indications about the sampling procedure to carry out in order to collect representative samples and get reliable results, as well as the variability inherent in WW materials.

Keywords: heterogeneity, NIR, multivariate data analysis, circular economy, wood reuse

Acknowledgements: The project leading to this application has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under the Marie Skłodowska-Curie grant agreement No. 838560.

REFERENCES

- Edo, M. *et al.* 2016. Assessment of chemical and material contamination in waste wood fuels – A case study ranging over nine years, *Waste Management*. Pergamon, 49, pp. 311–319. doi: 10.1016/J.WASMAN.2015.11.048.

Huron, M. *et al.* 2017. An extensive characterization of various treated waste wood for assessment of suitability with combustion process, *Fuel*. Elsevier, 202, pp. 118–128. doi: 10.1016/J.FUEL.2017.04.025.

Röder, M. and Thornley, P. 2018. Waste wood as bioenergy feedstock. Climate change impacts and related emission uncertainties from waste wood based energy systems in the UK, *Waste Management*. Pergamon, 74, pp. 241–252. doi: 10.1016/J.WASMAN.2017.11.042.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551347>

Uso della spettroscopia infrarossa in uno studio di campionamento del legno di scarto in un'industria di pannello

M. Mancini^{1*}, Åsmund Rinnan¹, G. Toscano², E. Leoni², D. Duca²

¹ Department of Food Science, Faculty of Life Sciences, University of Copenhagen, Rolighedsvej 30, DK-1958 Frederiksberg C, Denmark

² Agricultural, Food and Environmental Sciences, Università Politecnica delle Marche, via Brecce Bianche 60131 Ancona, Italy

Il legno di scarto (WW) include materiali legnosi o contenenti legno che possono provenire da diversi settori: imballaggio, attività di costruzione & demolizione, arredamento, settore industriale (Edo *et al.*, 2016). Il WW è considerato un materiale di grande interesse soprattutto perché un suo utilizzo efficiente può contribuire alla mitigazione dei cambiamenti climatici (Röder e Thornley, 2018). In particolare, se riciclato nell'industria del pannello, può aiutare a ridurre le emissioni di gas a effetto serra. Inoltre, trattandolo come una risorsa secondaria per il recupero di energia anziché un rifiuto da smaltire può contribuire a limitare gli impatti sull'ambiente. Un utilizzo efficiente del WW è in linea con la politica europea e la direttiva quadro sui rifiuti che promuove l'economia circolare e il riutilizzo e il riciclo rispetto allo smaltimento in discarica.

L'eterogeneità e la complessità chimica del WW (Huron *et al.*, 2017) rende necessaria una valutazione della composizione del prodotto prima di decidere il suo utilizzo più appropriato sulla base delle caratteristiche qualitative. Pertanto scopo del presente lavoro è stato quello di condurre uno studio di campionamento per valutare la variazione delle proprietà dei campioni e garantire risultati analitici affidabili e rappresentativi. I campioni sono stati prelevati in un'industria di pannello situata nel nord Italia e sono stati analizzati macinati e così come prelevati mediante tecniche spettroscopiche. Inoltre, sono stati analizzati sia con il loro contenuto di umidità originale direttamente in industria che dopo un processo di stabilizzazione (umidità di equilibrio). I dati ottenuti sono stati analizzati mediante tecniche di analisi multivariata così da determinare la procedura ottimale in termini di frequenza di campionamento e numero di analisi da eseguire. I risultati forniscono indicazioni preliminari riguardo la variabilità propria del WW e la procedura di campionamento da effettuare al fine di prelevare campioni rappresentativi e ottenere risultati affidabili.

Parole chiave: eterogeneità, NIR, analisi multivariata dei dati, circular economy, riuso del legno

Ringraziamenti: il progetto che ha portato a questa application ha ricevuto finanziamenti dal programma di ricerca e innovazione Horizon 2020 dell'Unione Europea nell'ambito di Marie Skłodowska-Curie grant agreement No. 838560.

RIFERIMENTI

Edo, M. *et al.* 2016. Assessment of chemical and material contamination in waste wood fuels – A case study ranging over nine years, *Waste Management*. Pergamon, 49, pp. 311–319. doi: 10.1016/j.WASMAN.2015.11.048.

Huron, M. *et al.* 2017. An extensive characterization of various treated waste wood for assessment of suitability with combustion process, *Fuel*. Elsevier, 202, pp. 118–128. doi: 10.1016/J.FUEL.2017.04.025.

Röder, M. and Thornley, P. 2018. Waste wood as bioenergy feedstock. Climate change impacts and related emission uncertainties from waste wood based energy systems in the UK, *Waste Management*. Pergamon, 74, pp. 241–252. doi: 10.1016/J.WASMAN.2017.11.042.

Stability of cellulose in water cluster—insight from density functional theory and infrared spectroscopy

Veerapandian Ponnuchamy^{1*}, Anna Sandak^{1,2}, Jakub Sandak^{1,3}

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, veerapandian.ponnuchamy@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, jakub.sandak@innorenew.eu

² University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

³ University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

Cellulose is a main constituent of wood, and it provides excellent strength and stiffness to plant cell walls. Cellulose exists in crystalline, semi-crystalline, or amorphous phase and consists of linearly arranged glucose polymers that are strongly bound through hydrogen bonds and form highly crystalline fibrils. Wood has a strong tendency for absorbing or desorbing water due to changes in relative humidity of the surrounding air. This sorption process apparently undergoes a swelling process that highly affects the resulting mechanical, physical, and chemical properties of wood. In particular, the interphase of cellulose-hemicellulose is one of the predominant regions responsible for swelling of wood (Kulasinski et., 2015). Knowledge about the amount of moisture taken by cellulose is essential to understand weight percentage gain (WPG) of wood and the extent of alteration in its physical properties. In order to properly account WPG features, the number of water molecules required to stabilize the cellulose chain needs to be calculated.

The present work uses density functional theory (DFT) method to investigate the cellulose-water interaction at the atomic level. This method highlights the number of water molecules that can interact with cellulose, hydrogen bond strength, and cellulose-water signature in the NIR spectrum. A single cellobiose (dimer of glucose) unit is considered here as sufficient to represent the cellulose model, while still assuring reasonable computation time and cost. The DFT calculations are performed at dispersion-corrected wB97X-D/6-311g(d,p) level of theory, which is proven to be consistent for intermolecular interaction and reproducing hydrogen bonds. The hydrogen bond characteristics and fundamental infrared frequencies are evaluated and compared with experiments to provide a clear description of changes in O-H stretching frequencies. This study unravels the IR and, consequently, NIR spectra, contains vibrations of cellulose-water in combination bands and overtones regions as well as proposes the quantity of water molecules absorbed by cellulose to account WPG or moisture content in wood.

Keywords: cellulose, moisture, density functional theory, near infrared (NIR), hydrogen bonding

Acknowledgements: The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574) under the Horizon2020 Widespread-Teaming program and the Republic of Slovenia (investment funding of the Republic of Slovenia and the European Union European Regional Development Fund).

REFERENCES

Kulasinski, K., Guyer, R., Ketten, S., Derome, D., Carmeliet, J., 2015. Impact of moisture adsorption on structure and physical properties of amorphous biopolymers. *Macromolecules*, 48(8), 2793- 2800.
<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.macromol.5b00248>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551394>

Stabilità della cellulosa nel cluster di acqua- approfondimento della teoria del funzionale della densità e della spettroscopia infrarossa

Veerapandian Ponnuchamy^{1*}, Anna Sandak^{1,2}, Jakub Sandak^{1,3}

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, veerapandian.ponnuchamy@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu, jakub.sandak@innorenew.eu

² University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

³ University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

La cellulosa è uno dei principali costituenti del legno e conferisce un'eccellente resistenza e rigidità alle pareti cellulari delle piante. La cellulosa esiste in fase cristallina, semicristallina o amorfa ed è costituita da polimeri di glucosio disposti in modo lineare che sono fortemente legati attraverso legami a idrogeno e formano fibrille altamente cristalline. Il legno ha una forte tendenza ad assorbire o rilasciare acqua a causa delle variazioni di umidità relativa dell'aria circostante. Questo processo di assorbimento subisce apparentemente un processo di rigonfiamento che influenza fortemente le risultanti proprietà meccaniche, fisiche e chimiche del legno. In particolare, l'interfase cellulosa-emicellulosa è una delle regioni predominanti responsabili del rigonfiamento del legno (Kulasinski et., 2015). La conoscenza della quantità di umidità assunta dalla cellulosa è essenziale per conoscere l'aumento percentuale di peso (WPG) del legno e l'entità dell'alterazione delle sue proprietà fisiche. Per poter conoscere esattamente l'aumento percentuale di peso (WPG), è necessario calcolare il numero di molecole d'acqua necessarie per stabilizzare la catena della cellulosa.

Il presente lavoro utilizza il metodo della teoria del funzionale della densità (DFT) per studiare l'interazione cellulosa-acqua a livello atomico. Questo metodo evidenzia il numero di molecole d'acqua che possono interagire con la cellulosa, la forza del legame a idrogeno e l'interazione cellulosa-acqua nello spettro NIR. Una singola unità di cellobiosio (dimer di glucosio) è qui considerata sufficiente a rappresentare il modello della cellulosa, garantendo comunque tempi e costi di calcolo ragionevoli. I calcoli DFT sono eseguiti a livello di teoria wB97X-D/6-311g(d,p) corretta per la dispersione che si è dimostrata coerente per l'interazione intermolecolare e la riproduzione dei legami a idrogeno. Le caratteristiche del legame a idrogeno e le frequenze fondamentali dell'infrarosso vengono valutate e confrontate con gli esperimenti per fornire una chiara descrizione delle variazioni delle frequenze dello stretching O-H. Questo studio dimostra che gli spettri IR (e di conseguenza NIR) contengono vibrazioni cellulosa-acqua nelle bande di combinazione e nelle regioni degli overtones e propone anche la quantità di molecole d'acqua assorbite dalla cellulosa per conoscere WPG o il contenuto di umidità nel legno.

Parole chiave: cellulosa, umidità, teoria del funzionale della densità, vicino infrarosso (NIR), legame a idrogeno

Ringraziamenti: Gli autori ringraziano la Commissione Europea per il finanziamento del progetto InnoRenew (grant agreement #739574) sotto il programma Horizon2020 Widespread-Teaming e la Repubblica di Slovenia (finanziamento investimento della

repubblica di Slovenia e del Fondo dell'Unione Europea per lo sviluppo regionale (European Union Regional Development Fund).

RIFERIMENTI

Kulasinski, K., Guyer, R., Ketten, S., Derome, D., Carmeliet, J., 2015. Impact of moisture adsorption on structure and physical properties of amorphous biopolymers. *Macromolecules*, 48(8), 2793-2800.
<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.macromol.5b00248>

Study of lignin-water molecular interactions using NIR spectroscopy: The effect of the drying process of the hardwood kraft lignin

Oihana Gordobil^{1,2*}, René Herrera^{1,2}, Jakub Sandak^{2,3}, Anna Sandak^{2,4}

¹ Department of Chemical and Environmental Engineering, University of the Basque Country, Plaza Europa, 1, 20018 Donostia-San Sebastián, Spain, ogordobil002@gmail.com

² InnoRenew CoE, Livade 6, Izola, 6310, Slovenia,
rene.herdiar@innorenew.eu, jakub.sandak@innorenew.eu, anna.sandak@innorenew.eu

³ University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

⁴ University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

Kraft lignin, a widely available aromatic compound generated as a residue by the pulp and paper industry, has revealed enormous potential to be valorized into a wide range of chemicals and biomaterials in the last two decades (Hodásová et al., 2015; Naseem et al., 2016).

However, the understanding of lignin chemistry remains challenging due to its chemical complexity. Lignin polymer is a hygroscopic material owing to the presence of many hydrophilic functional groups such as hydroxyl (phenolic and aliphatic), methoxyl, carbonyl, and carboxyl in its complex chemical structure (Xiao et al., 2019). Such specific configuration of functional groups may greatly affect performance of lignin-derived compounds in particular applications (Volkova et al., 2012).

The goal of this work was to investigate the effect of the drying temperature on the hygroscopic properties of hardwood kraft lignin isolated from industrial black liquor. Sorption isotherms were determined by dynamic vapor sorption (DVS) technique. In addition, molecular interactions occurring between water and isolated kraft lignins were studied through 2D spectral correlations of NIR spectra collected from samples at diverse moisture contents.

Based on visual analysis, an important effect of the drying temperature on the lignin color was observed. Moreover, sorption isotherms revealed that the drying process considerably influenced the hygroscopicity of the lignin polymer.

Dynamic NIR spectra collected as a function of relative humidity (0–95%) during sorption-desorption cycles evidenced chemical differences between lignins dried at room conditions (25 °C) and mild oven-dried (50 °C). It was noticed that spectra variations during the water sorption process of kraft lignin dried at 25 °C were more intense than observed for the same lignin dried at 50 °C. These observations were confirmed by 2D spectral correlation analyses. Finally, it was demonstrated that the drying process considerably affects the lignin chemistry and, consequently, moisture sorption mechanisms and kinetics.

Keywords: hardwood kraft lignin, hygroscopicity, DVS, NIR spectroscopy, 2DCOS

Acknowledgments: Oihana Gordobil gratefully acknowledges receiving funding from the University of the Basque Country (post-doctoral grant DOCREC18/29).

The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574) under the Horizon2020 Widespread-Teaming program and the Republic of Slovenia (investment funding of the Republic of Slovenia and the European Union's European Regional Development Fund).

REFERENCES

- Hodásová, L., Jablonsky, M., Skulcova, A., Haz, A., 2015. Lignin, potential products and their market value. *Wood Res.* 60, 973–986.
- Naseem, A., Tabasum, S., Zia, K.M., Zuber, M., Ali, M., Noreen, A., 2016. Lignin-derivatives based polymers, blends and composites: A review. *Int. J. Biol. Macromol.* 93, 296–313. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.030>
- Volkova, N., Ibrahim, V., Hatti-Kaul, R., Wadsö, L., 2012. Water sorption isotherms of Kraft lignin and its composites. *Carbohydr. Polym.* <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.10.001>
- Xiao, T., Yuan, H., Ma, Q., Guo, X., Wu, Y., 2019. An approach for in situ qualitative and quantitative analysis of moisture adsorption in nanogram-scaled lignin by using micro-FTIR spectroscopy and partial least squares regression. *Int. J. Biol. Macromol.* <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.04.043>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551432>

Off-line timber sorting with portable NIR spectrometer—feasibility study for glulam production

Jakub Sandak^{1,2*}, Peter Niemz^{3,4}, Anna Sandak^{1,5}

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, jakub.sandak@innorenew.eu

² University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

³ ETH, Department of Civil, Environmental and Geomatic Engineering, Zürich, Switzerland

⁴ Berner Fachhochschule, Architecture, Wood and Civil Engineering, Bereich FDW, Solothurnstrasse 102, 2504 Biel, Switzerland, peter.niemz@bfh.ch

⁵ University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

Glulam consists of individual laminates of structural timber, providing highly effective utilization of the raw material. Glulam, with at least four laminates, that has been manufactured, controlled, and marked according to certain rules is graded in strength classes. The appropriate class is determined by the strength of the timber used and its position in the cross-section. Glulam performance is related to material properties (e.g., wood species, density, presence of extractives, defects, different moisture content in the lamellas, or different thickness of the lamellas causing inner stresses), adhesive properties (low quality), or incorrect application (pressure, curing time, use of primers) (Vanya, 2012). The goal of this research was to investigate feasibility of off-line NIR spectroscopy for assurance of glued wood quality.

MicroNIR OnSite-W spectrometer produced by VIAVI Solutions Inc. was manually operated with MicroNIR™ Pro v3.0 software provided by the sensor producer. Spectra were collected from the surface of two wood species: ash (*Fraxinus excelsior*) and beech (*Fagus silvatica*). PLS_Toolbox (Eigenvector Research, Inc.) and MATLAB R2018b (MathWorks, Inc.) were used for chemometric model development. Extended multiplicative scatter correction (EMSC), standard normal variate (SNV), Savitzky–Golay 1st and 2nd derivatives, and vector normalization were used as alternative spectra preprocessing routines. Principal components analysis (PCA) was applied for explorative analysis of spectra and identification of all outliers or wrongly measured spectra. Partial least squares algorithm was implemented for estimation of wood density, dynamic modulus of elasticity (MoE), wood moisture content, and delamination index (determined as a single value for each replica consisting of six specimens glued together). The best performance was in assessing wood moisture content, with slightly weaker capacity to estimate wood density and mechanical properties. The scanning frequency of the MicroNIR sensor is relatively low (0.5 Hz), allowing off-line scanning; however, the possibility for quality assessment in-line might be problematic.

Keywords: portable NIR, glulam, quality control, off-line sorting

Acknowledgements: The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574) under the Horizon2020

Widespread-Teaming program and the Republic of Slovenia (investment funding of the Republic of Slovenia and the European Union European Regional Development Fund).

Authors acknowledge Neue Holzbau AG for providing samples for spectroscopic analysis.

REFERENCES

Vanya, C., 2012. Damage problems in glued laminated timber. *Drewno*, 55, 188, 115-128.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4551504>

Smistamento off-line del legname con spettrometro NIR portatile - studio di fattibilità per la produzione di glulam

Jakub Sandak^{1,2*}, Peter Niemz^{3,4}, Anna Sandak^{1,5}

¹ InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia, jakub.sandak@innorenew.eu,

² University of Primorska, Andrej Marušič Institute, jakub.sandak@upr.si

³ ETH, Department of Civil, Environmental and Geomatic Engineering, Zürich, Switzerland,

⁴ Berner Fachhochschule, Architecture, Wood and Civil Engineering, Bereich FDW, Solothurnstrasse 102, 2504 Biel, Switzerland, peter.niemz@bfh.ch

⁵ University of Primorska, Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, Glagoljaška 8, 6000 Koper, Slovenia, anna.sandak@famnit.upr.si

Il Glulam è legno strutturale costituito da singoli laminati incollati e fornisce un utilizzo altamente efficace della materia prima. Il Glulam con almeno quattro laminati, fabbricato, controllato e marcato secondo determinate regole, viene classificato in classi di resistenza. La classe appropriata è determinata dalla resistenza del legno utilizzato e dalla sua posizione nella sezione trasversale. Le prestazioni del glulam sono correlate alle proprietà dei materiali (ad es. specie legnosa, densità, presenza di estrattivi, difetti, diverso contenuto di umidità nelle lamelle o diverso spessore delle lamelle che causa sollecitazioni interne), proprietà adesive (bassa qualità) o sua errata applicazione (pressione, tempo di posa, uso di primer) (Vanya, 2012). L'obiettivo di questa ricerca era di studiare la fattibilità della spettroscopia NIR offline per garantire la qualità del legno incollato.

Uno spettrometro MicroNIR OnSite-W prodotto da VIAVI Solutions Inc. è stato gestito manualmente con il software MicroNIR™ Pro v3.0 fornito dal produttore del sensore. Gli spettri sono stati raccolti dalla superficie di due specie di legno: frassino (*Fraxinus excelsior*) e faggio (*Fagus silvatica*). PLS_Toolbox (Eigenvector Research, Inc.) e MATLAB R2018b (MathWorks, Inc.) sono stati utilizzati per lo sviluppo dei modelli chemiometrici. Extended Multiplicative Scatter Correction (EMSC), Standard Normal Variate (SNV), la derivata 1° e 2° e la normalizzazione vettoriale sono stati applicati come metodi di pre-trattamento dei segnali. L'Analisi delle Componenti Principali (PCA) è stata applicata per l'analisi esplorativa degli spettri e per l'identificazione di tutti gli outlier o spettri erroneamente misurati. L'algoritmo PLS è stato implementato per la stima della densità del legno, del modulo dinamico di elasticità (MoE), del contenuto di umidità del legno e dell'indice di delaminazione (determinato come valore singolo per ogni replica composta da sei campioni incollati insieme). Le prestazioni migliori sono state ottenute nel valutare il contenuto di umidità del legno, con una capacità leggermente più debole di stimare la densità del legno e le proprietà meccaniche. La frequenza di scansione del sensore MicroNIR è relativamente bassa (0,5 Hz) e consente la scansione off-line, tuttavia la possibilità di una valutazione della qualità in linea potrebbe risultare problematica.

Parole chiave: NIR portatile, glulam, controllo qualità, smistamento off-line

Ringraziamenti: Gli autori ringraziano la Commissione Europea per il finanziamento del progetto InnoRenew (grant agreement #739574) sotto il programma Horizon2020

Widespread-Teaming e la Repubblica di Slovenia (finanziamento investimento della repubblica di Slovenia e del Fondo dell'Unione Europea per lo sviluppo regionale (European Union Regional Development Fund)).

Gli autori ringraziano il Neue Holzbau AG per la fornitura dei campioni per l'analisi spettroscopica.

RIFERIMENTI

Vanya, C., 2012. Damage problems in glued laminated timber. *Drewno*, 55, 188, 115-128.

KEYNOTE 2: NIR spectral imaging as a tool in basic and applied research, from astronomy to wood science

Ingunn Burud^{1*}

¹ Norwegian University of Life Sciences, Faculty of Science and Technology, Drøbakveien 31, 1432 Aas, Norway, ingunn.burud@nmbu.no

Astronomers use NIR spectroscopy imaging to study very distant objects, like quasars, that are difficult targets for optical telescopes since their signals are redshifted into the NIR region. They also use NIR spectroscopy to study the nature of exoplanets in the Galaxy since most of their spectral features are in the NIR region (Rieke, 2009). Plant health can also be studied with NIR spectral imaging, and this technology has become a widely used tool in agricultural research (Tan et al., 2019). Wood scientists apply NIR spectral imaging to study properties of wooden surfaces (Sandak et al., 2016). NIR spectral imaging is even used to improve renewable energy through characterization of solar cell material and mapping degradation of photovoltaic modules (Burud et al., 2016; Bhoopaty et al., 2019). These are a few examples of applications for NIR imaging and spectroscopy today. In this presentation, I will present some methodologies and explain advantages and challenges for the use of NIR spectral imaging in these areas that I have worked with. Some results will be presented, and I will show how useful it can be to exchange techniques and methodologies across the various disciplines.

Keywords: imaging spectroscopy, astronomy, wood science, physics, agriculture

REFERENCES

- Bhoopaty, R., Kunz, O., Juhl, M., Trupke, T., Hameiri, Z. 2019. Outdoor photoluminescence imaging of solar panels by contactless switching: Technical considerations and applications. *Progress in photovoltaics* 29,3
- Burud, I., Mehl, T., Flø, A., Lausch, D., Olsen, E. 2016. Hyperspectral photoluminescence imaging of defects in solar cells. *Journal of Spectral Imaging*, Volume 5
- Rieke, G. H., 2009. History of infrared telescopes and astronomy. *Experimental Astronomy*. 25, 125
- Sandak, J., Sandak, A., Meder, R. 2016. Assessing trees, wood and derived products with near infrared spectroscopy: hints and tips. *Journal of infrared spectroscopy* 24(6), 485-505
- Tan, J. Y., Ker, P. J., Lau, K. Y., Hannan, M. A., Tang, S.G.H., 2019. Application of Photonics in Agriculture Sector: A Review. *Molecules* 24(10):2025

DOI <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550665>

SENSORFINT: European Network for assuring food integrity using non-destructive spectral sensors

Lola Pérez-Marín^{1*}

¹ Faculty of Agriculture and Forestry Engineering (ETSIAM), University of Cordoba, Rabanales Campus, 14071 Córdoba, Spain, dcperez@uco.es

COST Actions are competitive projects funded by the European Cooperation in Science and Technology (COST) organisation with the main objective of promoting the creation of research networks in innovative areas and facilitating the collaboration between academia and industry in Europe and beyond. The COST Action entitled *European Network for assuring food integrity using non-destructive spectral sensors* (SENSORFINT) is focused on the creation of a vibrant and multidisciplinary network, within the EU, in relation to non-destructive spectral sensors to generate and disseminate knowledge about these emerging and innovative technologies and their application for the real-time, in situ control of critical quality, safety, authenticity, and performance attributes for raw and in-process food materials, i.e., in the entire food chain. This network will increase the transfer of knowledge from academia to industry, boosting the implementation of spectral sensors within the food industry and, therefore, improving European food industry competitiveness.

To address these objectives and challenges, the project is structured in the five following Working Groups: 1. NDSS for the innovation in process control and labelling in the European food industry; 2. Innovation related to the integration of several NDSS signals for critical issues in food integrity; 3. Novel mathematical algorithms and methods for processing NDSS in real time; 4. Use of information and communication technologies (ICT) in building decision support systems for the industrial implementation of NDSS; 5. Dissemination and exploitation. This is an open network, so people working in related areas are welcome to join us.

Keywords: non-destructive spectral sensors, NIRS, hyperspectral, food integrity, networking opportunities

Acknowledgements: Thanks to COST for funding SENSORFINT COST Action (#CA19145).

REFERENCES

SENSORFINT MoU. 2019. <https://www.cost.eu/actions/CA19145/#tabs|Name:overview>

Pérez-Marín, L., 2020. The European Network for assuring food integrity using non-destructive spectral sensors (SensorFINT) has been approved by COST. NIRNews 31(5-6), 19-20.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550929>



Portable instruments, PAT & Industry / Strumentazione portatile, PAT e industria

Chair: Alessandro Ulrici

Stand-alone LED sensors for future field monitoring of grape (*Vitis vinifera* L.) ripeness

Alessio Tugnolo*, Valentina Giovenzana, Roberto Beghi, Andrea Casson, Alessia Pampuri, Riccardo Guidetti, and i-GRAPE Consortium

Department of Agricultural and Environmental Sciences (DiSAA), Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133 Milano, Italy

The i-GRAPE Consortium is integrated with the above-mentioned entity and:

1. INL, International Iberian Nanotechnology Laboratory, Av. Mestre José Veiga s/n, 4715-330 Braga, Portugal
2. Sogrape Vinhos S.A., Rua 5 de outubro, 4527, Avintes, 4430-852, Portugal
3. INESC MN – Instituto de Engenharia de Sistemas e Computadores – Microsistemas e Nanotecnologias, Lisbon, Portugal
4. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg, Germany
5. AUTOMATION SRL, Milan, Italy

Grape ripening until the harvest is a crucial issue since berry quality is closely related to it. The research for nondestructive methods, which could explore many samples and give a rapid and comprehensive overview of ripening, is helpful. Anyway, monitoring large areas requires the collection of several data derivable from the grape, which would be useful for a local-scale mapping of the ripening and for multi-year management of the grapevine. Although the literature reports different works regarding optical hand-held systems capable to check the status of the grape, these instruments are incompatible with the data necessary for large monitoring campaigns. In this context, a stand-alone and cost-effective optical device was designed, built, and tested with the goal to support growers in planning the optimal harvest date and improve vineyard management, following a viticulture 4.0 concept. Hence, a first prototype version of a fully integrated optical device incorporating different components (photodiodes, LEDs, and electronics) was developed by INL under the scope of the i-Grape consortium. Each module is equipped with four detection channels for optical measurements in the Vis- and SW-NIR ranges. The optical data were collected on grape berries in a commercial vineyard owned by Sogrape, using the prototype and one commercial hand-held spectrometer, which works among 400 and 1000 nm, with a resolution of 0.3 nm. As reference values, the common technological and phenolic parameters were analysed on each sample. Results were encouraging, underlining a small loss of information for the MLR models employing the prototypes compared to the PLS models calculated using the commercial spectrometer.

Keywords: Vis/NIR spectroscopy, simplified system, sensors, chemometrics

Acknowledgments: This work was supported by the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 825521.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550901>

Sensori LED autonomi per un futuro monitoraggio della maturazione dell'uva (*Vitis vinifera* L.)

Alessio Tugnolo*, Valentina Giovenzana, Roberto Beghi, Andrea Casson, Riccardo Guidetti and i-GRAPE Consortium

Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali (DiSAA), Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133 Milano, Italy

The i-GRAPE Consortium is integrated by the above-mentioned entity and:

1. INL, International Iberian Nanotechnology Laboratory, Av. Mestre José Veiga s/n, 4715-330 Braga, Portugal
2. Sogrape Vinhos S.A., Rua 5 de outubro, 4527, Avintes, 4430-852, Portugal
3. INESC MN - Instituto de Engenharia de Sistemas e Computadores – Microsistemas e Nanotecnologias, Lisbon, Portugal
4. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg, Germany
5. AUTOMATION SRL, Milan, Italy

Il monitoraggio sistematico della maturazione delle uve da vino è fondamentale per una migliore gestione del vigneto e di conseguenza per le caratteristiche qualitative del prodotto finito poiché dipendono fortemente dalla qualità delle bacche conferite in cantina. La letteratura presenta diversi lavori che dimostrano la capacità dei sistemi ottici portatili in grado di verificare lo stato dell'uva agevolando la gestione e riducendo i costi. Risulta interessante e necessario avere a disposizione anche un'opportuna quantità di dati per una mappatura su scala locale della maturazione tra le diverse zone della vigna con il fine di migliorare la gestione pluriennale del vigneto. Pertanto, è stato progettato, costruito e testato un sensore autonomo a basso costo con l'obiettivo di supportare i coltivatori nella pianificazione del momento di raccolta ottimale in base al grado di maturazione dell'uva seguendo un nuovo concetto di gestione della viticoltura in chiave 4.0. Una prima versione di dispositivi ottici completamente integrati (fotodiodi, filtri, LED, componentistica ottica) dotati di 4 canali specifici nel visibile e nel SW-NIR sono stati progettati per acquisire dati ottici in scala di laboratorio e direttamente in campo. Le analisi ottiche sono state eseguite sui grappoli d'uva utilizzando i prototipi e uno spettrometro portatile commerciale dotato di 2048 lunghezze d'onda comprese tra 400 e 1000 nm, con una risoluzione di 0,3 nm. Inoltre, due prototipi sono stati collocati all'interno di ogni grappolo in 10 diverse zone del vigneto con il fine di ottenere un valore medio rappresentativo dell'intero vigneto. Le classiche analisi di laboratorio, relative ai parametri tecnologici e fenolici, sono state effettuate e utilizzate come analisi di riferimento. I risultati evidenziano una lieve perdita di informazioni per i modelli MLR, sviluppati dai prototipi rispetto ai modelli PLS calcolati usando le 2048 lunghezze d'onda dello spettrofotometro vis/NIR portatile.

Parole chiave: spettroscopia vis/NIR, sistemi semplificati, sensori, chemiometria

Ringraziamenti: Il lavoro è stato finanziato dal programma di ricerca e innovazione European Union's Horizon 2020 nell'ambito del progetto n. 825521.

Applicability of a handheld NIR spectrometer to determine the quality of maritime pine resin (*Pinus pinaster*) in-situ forest

Morandise Rubini^{1*}, Lisa Feuillerat¹, Thomas Cabaret¹, Bertrand Charrier¹

¹ CNRS / Université de Pau & des Pays de l'Adour, Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux – Xylomat, UMR5254, 40004, Mont-de-Marsan, France, morandise.rubini@univ-pau.fr

Maritime pine (*Pinus pinaster*) tapping was developed through vast areas of the south of France, whose largest forest is in *Landes de Gascogne*, a single-species forest massif with more than 1.3 million hectares of maritime pine (Rosa, Soares, and Tomé, 2018). Maritime pine (*Pinus pinaster*) tapping was at a large scale until 1970. Then, industrial production disappeared due to its low competitiveness at an international level. The objective is to promote tapping in this area by providing to companies a rapid and nondestructive analysis tool to enable them to determine the quality of tinned resin directly in the forest field. Indeed, after a tree is tapped, the collected resin can be distilled in the laboratory into two substances: turpentine, composed of monoterpenes, and rosin, mainly composed of diterpenes, also called resinic acids.

Researches were focused on a miniaturized spectrometer (molecular sensor SCiO[™]) developed by Consumer Physics. This lightweight spectrometer (about 35 grams) covers a spectral range between 780 and 1110 nm. It allows observation of electronic transitions, harmonics, and combination bands of the molecules present in the resin. The studied qualities include chemical proportion (rate of turpentine) and composition (α -pinene, β -pinene, δ -3-carene, γ -terpinene, dehydroacetic acid, levopimaric acid, abietic acid, neoabietic acid). Parameters were correlated to the spectra in order to build predictive models using partial least squares (Wold, Sjöström, and Eriksson, 2001), independent component analysis (Gustafsson, 2005), and least squares support vector machines (Chauchard et al., 2004) regression methods.

Computed models gave good results regarding almost of all the parameters. Although the study is still underway to try to improve the predictive models, results of this exploratory study are promising and confirming that handheld NIR spectrometer could be a good alternative for screening quality parameters of pine resin directly in the field.

Keywords: quality, analyse in-situ forest, maritime pine (*Pinus pinaster*) resin, predictive models, NIRs

Acknowledgements: The authors warmly acknowledge the financial support from the Nouvelle Aquitaine regional council, the Landes departmental council, the Agence Nationale de la Recherche (National Agency for Research), Xyloforest (ANR-10-EQPX-16), and Holiste.

REFERENCES

Chauchard, F. et al. (2004) 'Application of LS-SVM to non-linear phenomena in NIR spectroscopy: Development of a robust and portable sensor for acidity prediction in grapes', *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 71(2), pp. 141–150. doi: 10.1016/j.chemolab.2004.01.003

- Gustafsson, M. G. (2005) 'Independent Component Analysis Yields Chemically Interpretable Latent Variables in Multivariate Regression', Journal of Chemical Information and Modeling. American Chemical Society, 45(5), pp. 1244–1255. doi: 10.1021/ci050146n
- Rosa, R., Soares, P. and Tomé, M. (2018) 'Evaluating the Economic Potential of Uneven-aged Maritime Pine Forests', Ecological Economics. Elsevier B.V., 143, pp. 210–217. doi: 10.1016/j.ecolecon.2017.07.009
- Wold, S., Sjöström, M. and Eriksson, L. (2001) 'PLS-regression: A basic tool of chemometrics', in Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, pp. 109–130. doi: 10.1016/S0169-7439(01)00155-1

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550887>

Impiego dello spettrometro portatile NIR per la determinazione in situ della qualità della resina di pino marittimo (*Pinus pinaster*)

Morandise Rubini^{1*}, Lisa Feuillerat¹, Thomas Cabaret¹, Bertrand Charrier¹

¹ CNRS / Université de Pau & des Pays de l'Adour, Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux - Xylomat, UMR5254, 40004, Mont-de-Marsan, France, morandise.rubini@univ-pau.fr

Il pino marittimo (*Pinus pinaster*) è presente in una vasta area di foreste artificiali nel sud-est della Francia con circa 1,3 milioni di ettari costituiti da un'unica specie (Rosa, Soares and Tomé, 2018). La sua resina è stata estratta in forma intensiva per molti decenni, fino al 1970. In seguito, tale pratica è via via cessata a causa della bassa redditività della produzione di resina naturale a livello internazionale.

Il nostro progetto ha l'obiettivo di sviluppare la raccolta della resina in queste foreste fornendo un metodo di analisi pratico, di veloce applicazione e non-distruttivo per determinare la qualità della resina direttamente in foresta sugli alberi interessati dall'estrazione. Dopo la raccolta la resina viene distillata in laboratorio in due frazioni: trementina, composto a base di mono-terpeni e acidi resinosi composti da di-terpeni.

La sperimentazione si è focalizzata su uno spettrometro portatile miniaturizzato (*molecular sensor SCiO™*) sviluppato da *Consumer Physics*. Questo strumento dal peso leggero (35 grammi) copre lo spettro di lunghezze d'onda da 780 a 1110 nm. Esso permette di osservare le transizioni elettroniche e le combinazioni spettrali delle molecole presenti nella resina. Le analisi comprendono le proporzioni (tasso di trementina) e le loro composizioni ((α -pinene, β -pinene, δ -3-carene, γ -terpinene, acido deidroacetico, levopimarico, abietico e neoabietico). Questi parametri sono stati correlati con lo spettro per permettere di costruire modelli predittivi della composizione chimica della resina utilizzando i metodi di regressione "Partial Least Squares (Wold, Sjöström and Eriksson, 2001), Independent Component Analysis (Gustafsson, 2005) and Least Squares-Support Vector Machines (Chauchard et al., 2004)".

Le ipotesi predittive sono risultate soddisfacenti per quasi tutti i parametri e, pur con la necessità di aumentare l'accuratezza dei modelli di riferimento utilizzati, confermano che lo spettrometro portatile NIR potrebbe risultare una valida alternativa per identificare i parametri di qualità della resina di pino marittimo direttamente in campo.

Parole chiave: qualità, analisi forestale in-situ, resina di pino marittimo (*Pinus pinaster*), modelli previsionali.

Ringraziamenti: Gli Autori ringraziano il Consiglio regionale della Nuova Aquitania per il supporto finanziario, il Consiglio dipartimentale delle Lande, l'Agenzia Nazionale della Ricerca, Xyloforest (ANR-10-EQPX-16) e Holiste.

RIFERIMENTI

Chauchard, F. et al. (2004) 'Application of LS-SVM to non-linear phenomena in NIR spectroscopy: Development of a robust and portable sensor for acidity prediction in grapes', *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 71(2), pp. 141–150. doi: 10.1016/j.chemolab.2004.01.003.

- Gustafsson, M. G. (2005) 'Independent Component Analysis Yields Chemically Interpretable Latent Variables in Multivariate Regression', *Journal of Chemical Information and Modeling*. American Chemical Society, 45(5), pp. 1244–1255. doi: 10.1021/ci050146n.
- Rosa, R., Soares, P. and Tomé, M. (2018) 'Evaluating the Economic Potential of Uneven-aged Maritime Pine Forests', *Ecological Economics*. Elsevier B.V., 143, pp. 210–217. doi: 10.1016/j.ecolecon.2017.07.009.
- Wold, S., Sjöström, M. and Eriksson, L. (2001) 'PLS-regression: A basic tool of chemometrics', in *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, pp. 109–130. doi: 10.1016/S0169-7439(01)00155-1.

Performances of handheld NIR instruments on wet and dry forages

Y. Xueping¹, F. Benozzo², P. Berzaghi^{3*}

¹ College of Grassland Science and Technology, China Agricultural University, Beijing, 1163844299@qq.com

² GraiNit s.r.l. Padova, francesco.benozzo@grainit.it

³ Dipartimento MAPS, Università di Padova, paolo.berzaghi@unipd.it

The study used 120 samples of fresh chopped corn plant or corn ear collected from different farms in Italy during summer 2019. Wet samples were scanned with two handheld spectrometers: 1) a diode array (DA) with 256 diodes, 950–1650 every 2nm (AuroraNir, GraiNit s.r.l.); 2) a digital light processing (DLP) also scanning between 950 and 1650 every 2nm. DA scans were collected by swiping 4 times on the surface of samples, and for DLP, scans were taken in static mode from 10 different spots. Scans were all averaged by sample before calibration development. For each sample, one aliquot was dried overnight at 105°C for DM determination, and a second aliquot was dried at 60°C until constant weight. After drying at low temperature, samples were ground through a 1mm screen. Dried and ground samples were scanned with DA (2 spots), DLP (5 spots), and a Foss NIRSystem 5000 (LAB; 1100–1498, 2nm) with samples packed in ring cups. Dried and ground samples were analysed for residual moisture, crude protein, neutral detergent fibre (NDF), and starch. Of the 120 samples, 20 samples were identified for validation and the remaining for calibration. All calibration for wet or dried samples was developed using UCAL 4.0 (Unity Scientific, USA). DM predictions of wet validation samples had r^2 greater than 95 for both handhelds and SEP of 1.6% and 2.6% for DA and DLP, respectively. In general, SEP on wet samples was 40 to 50% greater than the SEP of dried and ground material. LAB had a clear advantage for CP, but SEP for NDF and DA of starch were only 10% greater than LAB. Handhelds can be used for on field DM measurements, but they are also an economical option for lab-processed samples.

Keywords: handheld instrument, wet forage, on field analysis

Acknowledgements: First author gratefully acknowledges receiving funding from the International Training and Promotion program of China Agricultural University.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550881>

A PAT approach for common wheat with IIoT NIR devices

Silvia Grassi^{1*}, Alessandra Marti¹, Davide Cascella², Sergio Casalino³,
Giuseppe Leonardo Cascella⁴

¹DeFENS – Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences, Università degli Studi di Milano, Italy, silvia.grassi@unimi.it, erenstina.casiraghi@unimi.it

²GEM ICT s.r.l., Via Robert Schuman,14, 70126 Bari, Italy, d.cascella@gemict.it

³Molino Casillo S.p.A., Via Sant'Elia Z.I., 70033 Corato, Bari, Italy, sergio.casalino@casillogroup.it

⁴Idea75 s.r.l., Via Brigata e Divisione Bari, 122, 70123 Bari, Italy, g.l.cascella@idea75.it

In the contest of Industry 4.0, the milling industry envisions solutions where sensors interconnect devices, machines, and processes. Thus, the work presents an integrated solution for process monitoring and control based on real-time data collection by MicroNIR sensors—installed directly from the manufacturing process—and chemometrics.

Common wheat (*Triticum aestivum* L.) milling was monitored from October 2018 to August 2019 in two strategic points of the milling plant, i.e., at wheat cleaning (with the probe placed on a drop pipe before the wetting phase) and at the flour blending phase (on the homogenization conveyor). The NIR spectra (951–1608 nm), after first derivative transformation, were combined with the results obtained by chemical composition analyses and Farinograph®, Alveograph®, and Extensograph® indexes to develop PLS regression models for eighteen parameters.

The model performance was tested directly on the milling plant by an external dataset, obtaining, for most of the parameters, R_{PRED} higher than 0.80 and root-mean-square errors in prediction lower than two-folds the value of reference method errors. The proposed work succeeded in the implementation of a PAT approach with IIoT NIR devices for the prediction of relevant grain and flour characteristics of common wheat at an industrial level.

Keywords: common wheat, Industry 4.0, NIR, PAT, PLS

Acknowledgements: The authors gratefully acknowledge the support from Gruppo Casillo S.p.a. and the research assistance of Politecnico di Bari and I4M–Innovation for Mills R&D laboratory–Bari, Italy. Moreover, the authors wish to thank Emiliano Genorini and VIAVI Solutions for their valuable technical support.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550875>

Un approccio PAT per la qualità del grano tenero con strumenti IIoT NIR

Silvia Grassi^{1*}, Alessandra Marti¹, Davide Cascella², Sergio Casalino³,
Giuseppe Leonardo Cascella⁴

¹ DeFENS - Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences, Università degli Studi di Milano, Italia, silvia.grassi@unimi.it, erenstina.casiraghi@unimi.it

² GEM ICT s.r.l., Via Robert Schuman, 14, 70126 Bari, Italia; d.cascella@gemict.it

³ Molino Casillo S.p.A., Via Sant'Elia Z.I., 70033 Corato, Bari, Italia; sergio.casalino@casillogroup.it

⁴ Idea75 s.r.l., Via Brigata e Divisione Bari, 122, 70123 Bari, Italia; g.l.cascella@idea75.it

Nel contest dell'Industria 4.0, l'industria molitoria è alla ricerca di soluzioni in cui i sensori colleghino dispositivi, macchine e processi. Pertanto, il presente lavoro presenta una soluzione integrata per il monitoraggio e il controllo dei processi molitori basata sulla raccolta di dati in tempo reale mediante sensori MicroNIR – posizionati direttamente sul processo di produzione - e analizzati mediante metodi chemiometrici.

La macinazione del grano tenero (*Triticum aestivum* L.) è stata monitorata da ottobre 2018 ad agosto 2019 in due punti strategici dell'impianto di macinazione, vale a dire in pulizia del grano (con la sonda posta su un tubo di raccolta prima della fase di bagnatura) e in fase di miscelazione della farina, sul trasportatore di omogeneizzazione. Gli spettri NIR (951 - 1608 nm), dopo trasformazione in derivativa prima, sono stati combinati con i risultati ottenuti dalle analisi della composizione chimica e di Farinografo®, Alveografo® ed Estensografo® per sviluppare modelli di regressione PLS per diciotto differenti parametri qualitativi.

Le prestazioni dei modelli sono state testate on-line mediante un set di dati esterno che ha ottenuto, per la maggior parte dei parametri, R_{PRED} superiori a 0,80 e RMSEP inferiori al doppio dell'errore del metodo di riferimento. Il lavoro proposto è riuscito a implementare un approccio PAT con i dispositivi IIoT NIR per la previsione delle caratteristiche rilevanti di granella e sfarinati di grano tenero direttamente su un impianto industriale.

Parole chiave: Grano tenero; Industria 4.0; NIR; PAT; PLS.

Ringraziamenti: Gli autori desiderano ringraziare il supporto del Gruppo Casillo S.p.a., l'assistenza del Politecnico di Bari e I4M- Innovation for Mills R&D Laboratory di Bari. Inoltre, gli autori desiderano ringraziare Emiliano Genorini e VIAVI Solutions per il loro importante supporto tecnico.

NIR Spectroscopy for Engine Oil Characterisation

M. Casale*, M. Hooshyari, C. Malegori, E. Mustorgi, P. Oliveri

Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148, Italy, monica@difar.unige.it

Engine (or motor) oil is a lubricant used in internal combustion engines, produced by the blending of 80% (w/w) base oil and 20% (w/w) different additives¹. The American Petroleum Institute (API) has categorized base oils into five categories²; the first three groups are mineral stocks, refined from crude oil with different processes, Group IV is full synthetic (polyalphaolefin), and Group V is for all other base oils not included in Groups I through IV. To date, it is possible to identify the base oil of a lubricant only by looking at the combination of physical properties (such as viscosity index, density, colour, flash point, pour point, aniline point, thermal stability), but the measurement of these parameters is expensive and time consuming. The aim of the present study was to investigate, for the first time, the capability of near-infrared (NIR) spectroscopy as a low-cost, green, and nondestructive method in order to identify the type of base oil in engine oil. In order to reach this goal, 53 pure base oils, belonging to different API groups, and 43 engine oils were analysed without any pretreatments.

NIR spectra were acquired in transmittance mode with an FT-NIR spectrophotometer (Buchi NIRFlex N-500) in the 4000–10000 cm⁻¹ range and 4 cm⁻¹ resolution, using a quartz cuvette with 10 mm pathlength.

Principal component analysis performed on the NIR spectra (as the average of 3 spectra) showed that samples form clusters according to their API groups and so to their chemical composition. Thanks to the interesting results obtained in PCA, PLS-DA, as a multivariate classification tool, was applied in order to distinguish among different API groups; satisfactory results were achieved: the prediction abilities in the external test set, composed of 20% randomly selected samples, was 87%.

Keywords: NIR spectroscopy, lubricants, base oil, classification, PLS-DA

Acknowledgements: The base stock and engine oil samples were obtained from Eni S.p.A., Milano (Italia); Afzoon Ravan Co., Teheran (Iran); and Bellini SPA, Bergamo (Italia).

REFERENCES

Leslie, R. R., 2006. Synthetics, mineral oils, and bio based lubricants. CRC Press Taylor & Francis Group
American Petroleum Institute, 2012. Engine Oil Licensing and Certification System Seventeenth Edition. 201.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550863>

Spettroscopia NIR per la caratterizzazione dell'olio motore

M. Casale*, M. Hooshyari, C. Malegori, E. Mustorgi, P. Oliveri

Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148, Italy, monica@difar.unige.it

L'olio motore è un lubrificante usato nei motori a combustione interna e viene prodotto miscelando quasi l'80% (p/p) di oli base e il 20% (p/p) di diversi additivi¹. L'American Petroleum Institute (API) ha classificato gli oli base in cinque categorie²: i primi tre gruppi sono oli minerali, raffinati dal petrolio greggio con diversi processi, il gruppo IV è completamente sintetico (polialfaolefina) e il gruppo V è per tutti gli altri oli base non inclusi nei gruppi da I a IV. Ad oggi, è possibile identificare il tipo di olio base utilizzato nelle miscele commerciali osservando la combinazione di proprietà fisiche quali: l'indice di viscosità, la densità, il colore, il punto di infiammabilità-scorrimento-anilina, la stabilità termica. La misurazione di questi parametri è, però, dispendiosa in termini di costi e tempo. Lo scopo del presente studio è stato quindi quello di studiare, per la prima volta, la capacità della spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) come metodo a basso costo, 'green' e non distruttivo al fine di identificare il tipo di olio base nell'olio motore.

Per raggiungere questo obiettivo, sono stati analizzati 53 oli base appartenenti a diversi gruppi API e 43 oli motore, senza procedere con alcuna preparazione del campione.

Gli spettri NIR sono stati acquisiti in trasmittanza con uno spettrofotometro FT-NIR (Buchi N-Flex N-500) nell'intervallo 4000-10000 cm^{-1} e risoluzione 4 cm^{-1} , utilizzando cuvette in quarzo con cammino ottico da 10 mm

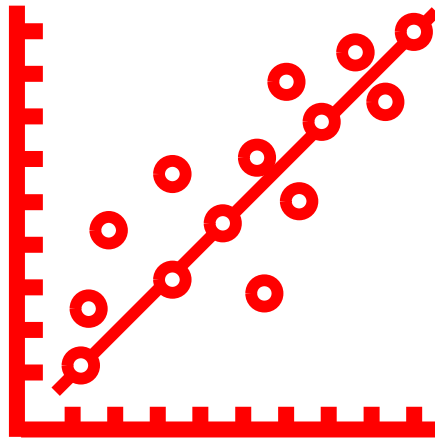
L'analisi delle componenti principali eseguita sugli spettri NIR acquisiti (come media di 3 repliche) ha mostrato che i campioni formano dei cluster in base ai loro gruppi API e quindi alla loro composizione chimica. Alla luce dei risultati promettenti in PCA, come tecnica di classificazione multivariata è stata applicata PLS-DA, al fine di caratterizzare i diversi gruppi di oli base e sono stati raggiunti risultati soddisfacenti: l'abilità in predizione sul test set esterno, composto dal 20% di campioni selezionati in maniera random, è stata dell'87%.

Parole chiave: spettroscopia NIR, oli motore, lubrificanti, olio base, classificazione, PLS-DA.

Ringraziamenti: I campioni di olio base e olio motore sono stati ottenuti grazie a una collaborazione con Eni S.p.A., Milano (Italia); Afzoon Ravan Co., Teheran (Iran) e Bellini SPA, Bergamo (Italia).

RIFERIMENTI

Leslie, R. R., 2006. Synthetics, mineral oils, and bio based lubricants. CRC Press Taylor & Francis Group
American Petroleum Institute, 2012. Engine Oil Licensing and Certification System Seventeenth Edition.
201.



Chemometrics, aquaphotomics and pharmaceutical / Chemiometria, aquaphotomics e farmaceutico

Chair: Monica Casale

Exploring common and distinct information among three different kinds of NIR instruments by means of chemometrics

N. Cavallini^{1*}, A. Giraudo¹, F. Pennisi², G. Esposito², M. Pezzolato², F. Savorani¹

¹ Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24 – 10129 Torino, Italy; nicola.cavallini@polito.it

² Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, via Bologna 148 – 10154 Torino, Italy

Food fraud is an old but still common and widespread problem that affects almost any type of food commodity sold on the market. Products may be mislabelled or counterfeit and, in many cases, it can be very difficult to detect these illegal practices. For this reason, quick and reliable methods are needed for efficiently tackling this problem. Due to its ease of use and rapidity, near-infrared (NIR) spectroscopy is particularly suitable for the purpose. In this study, the subtle differences between fresh and thawed cephalopods were investigated using different NIR instruments to collect the data and different chemometric approaches to perform the data analysis.

Fifty fresh cephalopod specimens of both cuttlefish (*Sepia officinalis*) and musky octopus (*Eledone spp.*) were collected directly at the food distribution warehouse and immediately analysed at refrigeration temperature (~5°C). Then, the specimens were kept frozen at -20°C for at least 48 hours and eventually thawed and analysed once again. Data collection was performed by measuring the same specimens using three different NIR spectrometers: one portable low-cost instrument (SCiO by Consumer Physics), one portable moderately high-cost instrument (MicroNIR by Viavi), and one benchtop instrument (MPA by Bruker). The common and distinct information among the three data sources was investigated by means of a mid-level data fusion approach (Borràs et al., 2015) and by means of methods such as CovSel (Covariance Selection–Roger et al., 2011) and ComDim (Common Dimensions–Cariou et al., 2019).

Differently from other traditional techniques employed for counteracting fraud, NIR spectroscopy coupled with chemometrics proves a robust approach for distinguishing between fresh and frozen cephalopods. Similarities and differences among the three NIR datasets, unravelled by the tested chemometric tools, reflect the building characteristics of each instrument and provide a complementary picture of the specimens' evolution during the freeze-thaw process.

Keywords: chemometrics, data fusion, cephalopods, authenticity, NIR instruments

Acknowledgements: This study is supported by the Italian Ministry of Health under Grant nr. IZSPLV 02-18 - RC.

REFERENCES

Borràs, E., Ferré, J., Boqué, R., Mestres, M., Aceña, L., Busto, O., 2015. Data fusion methodologies for food and beverage authentication and quality assessment – A review. *Anal. Chim. Acta* 891, 1–14.
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.04.042>

Cariou, V., Jouan-Rimbaud Bouveresse, D., Qannari, E.M., Rutledge, D.N., 2019. ComDim Methods for the Analysis of Multiblock Data in a Data Fusion Perspective, in: Data Handling in Science and Technology. Elsevier Ltd, pp. 179–204. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63984-4.00007-7>

Roger, J.M., Palagos, B., Bertrand, D., Fernandez-Ahumada, E., 2011. CovSel: Variable selection for highly multivariate and multi-response calibration. Application to IR spectroscopy. Chemom. Intell. Lab. Syst. 106, 216–223. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2010.10.003>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550844>

Exploring common and distinct information among three different kinds of NIR instruments by means of chemometrics

N. Cavallini^{1*}, A. Giraudo¹, F. Pennisi², G. Esposito², M. Pezzolato², F. Savorani¹

¹ Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24 – 10129 Torino, Italy; nicola.cavallini@polito.it

² Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, via Bologna 148 – 10154 Torino, Italy

Le frodi alimentari costituiscono un problema antico ma tutt'ora diffuso, che riguarda la quasi totalità dei prodotti alimentari in commercio. Le informazioni riportate in etichetta possono venire contraffatte, e in molti casi può essere molto difficile individuare tali pratiche illegali. Per affrontare questo problema sono quindi necessari metodi veloci e affidabili. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR), in virtù della sua velocità e semplicità d'impiego risulta particolarmente adatta allo scopo prefisso. Nel presente lavoro si sono investigate le sottili differenze che intercorrono fra cefalopodi freschi e congelati, utilizzando differenti strumentazioni NIR per raccogliere i dati e diversi approcci chemiometrici per sviluppare l'analisi dei dati.

Cinquanta seppie (*Sepia officinalis*) e cinquanta moscardini (*Eledone spp.*) sono stati raccolti direttamente presso l'impianto di distribuzione e analizzati immediatamente a temperatura di refrigerazione (~5°C). I campioni sono stati quindi posti e mantenuti in congelatore a -20°C per un periodo minimo di 48 ore e successivamente scongelati e nuovamente analizzati. Le analisi sono state ripetute sugli stessi campioni utilizzando tre strumenti NIR: uno portatile a basso costo (SCiO, Consumer Physics), uno portatile di costo medio-alto (MicroNIR, Viavi) ed uno da banco (MPA, Bruker). Tecniche di analisi dei dati come l'approccio di mid-level data fusion (Borràs et al., 2015) e i metodi CovSel (Covariance Selection - Roger et al., 2011) e ComDim (Common Dimensions - Cariou et al., 2019) sono state impiegate per investigare l'informazione comune e distinta contenuta nei tre set di dati.

A differenza da altre tecniche tradizionali a contrasto delle frodi, la spettroscopia NIR abbinata agli strumenti della chemiometria fornisce un approccio robusto per distinguere fra cefalopodi freschi e congelati. Similitudini e differenze fra i tre dataset NIR, ottenute mediante le tecniche chemiometriche testate, riflettono le caratteristiche costruttive dei relativi strumenti e forniscono una rappresentazione complementare dell'evoluzione dei campioni durante il processo di congelamento-scongelamento.

Parole chiave: chemometrics, data fusion, cephalopods, authenticity, NIR instruments

Ringraziamenti: This study is supported by the Italian Ministry of Health under Grant nr. IZSPLV 02-18 - RC.

RIFERIMENTI

Borràs, E., Ferré, J., Boqué, R., Mestres, M., Aceña, L., Busto, O., 2015. Data fusion methodologies for food and beverage authentication and quality assessment – A review. *Anal. Chim. Acta* 891, 1–14.
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.04.042>

- Cariou, V., Jouan-Rimbaud Bouveresse, D., Qannari, E.M., Rutledge, D.N., 2019. ComDim Methods for the Analysis of Multiblock Data in a Data Fusion Perspective, in: Data Handling in Science and Technology. Elsevier Ltd, pp. 179–204. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63984-4.00007-7>
- Roger, J.M., Palagos, B., Bertrand, D., Fernandez-Ahumada, E., 2011. CovSel: Variable selection for highly multivariate and multi-response calibration. Application to IR spectroscopy. Chemom. Intell. Lab. Syst. 106, 216–223. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2010.10.003>

Preprocessing revisited

Jean Michel Roger¹, Alessandra Biancolillo², Federico Marini^{3*}

¹ITAP, INRAE, 361 Rue Jean François Breton, 34196 Montpellier, France, jean-michel.roger@inrae.fr

²Dept. of Physical and Chemical Sciences, University of L'Aquila, via Vetoio, 67100 Coppito, Italy, alessandra.biancolillo@univaq.it

³Dept. of Chemistry, University of Rome La Sapienza, P.le Aldo Moro 5, 00185 Rome, Italy, federico.marini@uniroma1.it

Spectroscopic data (or, in general, experimental data) may be affected by several sources of variability, not all of which are of interest for the specific task the data are collected for. On the other hand, very often when chemometric tools are applied to the data, model building is based on extracting components that account for a relevant share of the variance in the predictor space so that all the sources of data variability (wanted or unwanted) will be included in the model. Accordingly, if spurious/unwanted variance is still present in the data, it can have a detrimental effect on the resulting model. To at least partially reduce or eliminate the effect of such unwanted variability, chemometric model building usually includes one or more preprocessing steps. However, the choice of the best pretreatment or combination of pretreatments to be applied to the data is not always obvious, and, in general, a trial and error procedure is followed. In the present communication, a recently proposed strategy called Sequential Preprocessing through ORThogonalization (SPORT), based on the idea that the same set of spectra, differently preprocessed, could result in a multi-block data and, accordingly, be processed through dedicated multi-block strategies, will be presented (Roger et al., 2020). It relies on the use of sequential and orthogonalized partial least squares regression (SO-PLS; Biancolillo & Næs, 2019), due to the possibility of including/excluding blocks, evaluating their incremental contribution, and identifying which matrices carry common and distinctive information. With the occasion, a recently proposed alternative to data normalization called variable sorting for normalization (VSN; Rabatel et al., 2020) will also be introduced.

Keywords: data preprocessing, sequential and orthogonalized partial least squares (SO-PLS) regression, Sequential Preprocessing through ORThogonalization (SPORT)

REFERENCES

- Biancolillo, A., Næs, T., 2019. The Sequential and Orthogonalized PLS Regression for Multiblock Regression: Theory, Examples, and Extensions. In: Cocchi, M. (Ed.), Data fusion methodology and applications, Elsevier, Oxford, 157-177. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63984-4.00006-5>
- Rabatel, G., Marini, F., Walczak, B., Roger, J.-M., 2020. VSN: Variable sorting for normalization. J. Chemom. 34, e3164. <https://doi.org/10.1002/cem.3164>
- Roger, J.-M., Biancolillo, A., Marini, F., 2020. Sequential Preprocessing through ORThogonalization (SPORT) and its application to near infrared spectroscopy. Chemom. Intell. Lab. Syst. 199, 103975. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2020.103975>

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550826>

NIRS and Aquaphotomics for the Evaluation of the Efficiency of Solar Dehydration Processes

T.M.P. Cattaneo^{1,2*}, M. Cutini³, A. Stellari³, L. Marinoni¹, C. Bisaglia³, M. Brambilla³

¹ Research Centre for Engineering and Agro-Food Processing, Council for Agricultural Research and Economics – Via G. Venezian, 26 – 20133 Milano, Italy, tiziana.cattaneo@crea.gov.it

² PhD student, DAFNE, Tuscia University, Viterbo, Italy

³ Research Centre for Engineering and Agro-Food Processing, Council for Agricultural Research and Economics – Via Milano, 43 – 24047 Treviglio (BG), Italy

Parallel transformation tests on pineapple slices, using a drying (with active fan at the top whose ventilation rate depended on the internal temperature: MIRO' 1) micro-plant and a dehydration (with continuously working fan at the bottom: MIRO' 2) micro-plant (45x45x45 cm) operating with solar energy, were carried out.

The performance of the two micro-plants was compared by collecting samples' spectra with a microNIR1700 spectrometer (VIAVI Srl, Italy) in reflectance mode, over the range 900–1600 nm (50 scans; 125 reading points), at three different times from the beginning of the drying process: 0) process start; 1) during the process [48 hrs]; 2) process end [56 hrs]. Spectra collection took place in triplicates directly on sample slices. The spectral data, converted in absorbance, were pretreated using an MS Excel® spreadsheet (Office 365, Microsoft Italia, Milan, Italy) to verify the suitability of the aquaphotomics approach in evaluating process efficiency. Afterwards, spectral data in the wavelength region from 1300 to 1550 nm underwent statistical processing to build the aquagrams and apply the PCA (95% of confidence level). Data processing was carried out according to Tsenkova R. et al. The dry matter, titratable acidity (SH°), pH and a_w (water activity) were measured in parallel.

Aquagrams, built up at 0, 48, and 56 hours, highlighted differences among fresh, half-dried, and dried slices. Furthermore, different profiles emerged from different dehydration treatments (MIRO'1; MIRO'2).

PCA could explain about 90% of the total variance in the PC1-PC2 score plot. PC1 (75% variance) resulted in the full separation between fresh and dried products while PC2 pointed out the differences between the two different drying processes.

These preliminary results suggest the applicability of aquaphotomics for continuous monitoring of the fruit drying processes using an adequate NIR probe. Further experiments are already in progress.

Keywords: aquaphotomics, food process, chemometrics, food quality

Acknowledgements: Authors gratefully acknowledge receiving partial funding from the Italian Ministry of Agriculture, Agridigit project, sub-project Agrofilieri (D.M. 36503/7305/2018, 20/12/2018).

REFERENCES

Tsenkova, R., Muncan, J., Pollner, B., Kovacs, Z., 2018. Essentials of Aquaphotomics and Its Chemometrics Approaches. *Front. Chem.* 6:363; doi: 10.3389/fchem.2018.00363

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550805>

NIRS e Aquaphotomics per la Valutazione dell'Efficienza di Processi di Disidratazione Solare

T.M.P. Cattaneo^{1,2*}, M. Cutini³, A. Stellari³, L. Marinoni¹, C. Bisaglia³, M. Brambilla³

¹ Centro di ricerca Ingegneria e Trasformazioni agroalimentari, Consiglio per la ricerca in agricoltura e l'analisi dell'economia agraria - Via G. Venezian, 26 - 20133 Milano, ITALIA. tiziana.cattaneo@crea.gov.it

² PhD student, DAFNE, Università della Tuscia, Viterbo, ITALIA.

³ Centro di ricerca Ingegneria e Trasformazioni agroalimentari, Consiglio per la ricerca in agricoltura e l'analisi dell'economia agraria - Via Milano, 43 - 24047 Treviglio (BG), ITALIA

Sono stati effettuati test in parallelo su fette di ananas, utilizzando micro-impianti di essiccamento (con ventola attiva nella parte superiore e portate di ventilazione dipendenti dalla temperatura interna: MIRO'1) e di disidratazione (con ventola nella parte inferiore e sempre attiva: MIRO'2) (45x45x45 cm), funzionanti ad energia solare.

Le prestazioni impiantistiche sono state confrontate raccogliendo spettri con spettrometro microNIR1700 (VIAVI Srl, Italia) in riflettanza, nell'intervallo 900-1600 nm (50 scansioni; 125 punti di lettura), in tre tempi diversi dall'inizio del processo di essiccamento: 0) inizio del processo, 1) durante il processo [48 ore]; 2) alla fine del processo [56 ore]. Gli spettri sono stati raccolti in triplicato direttamente su fette di ananas. I dati spettrali, convertiti in assorbanza, sono stati pretrattati utilizzando MS Excel® (Office 365, Microsoft Italia, Milano, Italia) per verificare l'idoneità dell'approccio Aquaphotomics nella valutazione dell'efficienza del processo. Successivamente, i dati spettrali nella regione di lunghezze d'onda da 1300 a 1550 nm sono stati sottoposti ad elaborazione statistica per costruire gli Aquagrammi e applicare la PCA (95% del livello di confidenza). L'elaborazione dei dati è stata effettuata secondo Tsenkova R. *et al.*. La sostanza secca, l'acidità titolabile ($^{\circ}\text{SH}$), il pH e l' a_w (attività dell'acqua) sono stati misurati in parallelo.

Gli Aquagrammi, costruiti a 0, 48 e 56 ore, hanno evidenziato differenze tra fette fresche, semi secche e secche. Inoltre, profili diversi sono stati associati ai diversi trattamenti di disidratazione (MIRO'1; MIRO'2).

La PCA ha permesso di spiegare circa il 90% della varianza totale nel diagramma PC1-PC2. La PC1 (75% della varianza totale) ha portato alla completa separazione tra prodotti freschi ed essiccati, mentre la PC2 ha evidenziato le differenze tra i due diversi processi di essiccazione.

Questi risultati preliminari suggeriscono l'applicabilità di Aquaphotomics per il monitoraggio anche in continuo dei processi di essiccamento della frutta mediante un'adeguata sonda NIR. Ulteriori esperimenti sono già in corso.

Parole chiave: aquaphotomica, processo di trasformazione, chemometria, qualità

Ringraziamenti: Il lavoro è stato realizzato grazie al contributo parziale del MiPAAF, progetto Agridigit, sottoprogetto Agrofiliere (D.M. 36503/7305/2018, 20/12/2018).

RIFERIMENTI

Tsenkova, R., Muncan, J., Pollner, B., Kovacs, Z., 2018. Essentials of Aquaphotomics and Its Chemometrics Approaches. *Front. Chem.* 6:363; doi: 10.3389/fchem.2018.00363

Bee pollen pyrrolizidine alkaloids detection by NIR spectroscopy

I. Lanza^{1*}, L.J. Inacio², R. Merlanti², B. Contiero¹, L. Lucatello², V. Bisutti¹, L. Serva¹,
M. Mirisola¹, S. Tenti¹, S. Segato¹, F. Capolongo²

¹ Dept. of Animal Medicine, Production and Health, University of Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italy; ilaria.lanza@phd.unipd.it

² Dept. of Comparative Biomedicine and Food Science, University of Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italy

Bee pollen is a natural product rich in many nutritional compounds, but it could be contaminated with pyrrolizidine alkaloids (PAs) that can cause acute and chronic toxicity in humans. These toxins have been detected by time-consuming and expensive analytical chemistry techniques. Therefore, NIRS could be used as an alternative for the detection of PAs contamination. For this purpose, NIR spectral data were collected in 60 dehydrated ground bee pollen samples by using a Foss DS2500 scanning monochromator (Foss NIR-System, Hillerød, DK) and a portable NIR system (PoliSPEC^{NIR}, ITPhotonics, Breganze, IT). PAs were analyzed by LC-MS/MS. Based on EFSA suggestions, samples were grouped as PAs amount ($\mu\text{g kg}^{-1}$ bee pollen): absence (N-class), < 84 (L-class), > 84 (H-class). For both spectrometers, a canonical discriminant analysis (CDA) was carried out following a feature selection of the significant NIR spectral variables based on ANOVA procedure. The D²-Mahalanobis sorted by the CDA were used to build a confusion matrix to test the reliability of the models. To determine the confusion matrix, each sample was reassigned to a PA-class according to the shortest D²-Mahalanobis distance; and the discriminative performance was evaluated by using the Matthews correlation coefficient (MCC). The CDA showed very similar high discriminative capacity (Wilks' $\lambda < 0.22$; $p < 0.001$) for both NIR systems, especially in the identification of samples of the N-class (MCC = 0.78) even if 14.3% of samples were recognized as a false negative. A lower discriminant performance was observed for L- and H-class with a lower value of MCC for the portable compared to the Foss system (0.58 vs. 0.70). Moreover, 7.1% of H-samples were misclassified as N-class both in Foss and PoliSPEC^{NIR}. Findings suggest that the absence (N-class) of PAs could be reliably detected by NIR spectroscopy, but discriminative models should be implemented analyzing additional contaminated bee pollens.

Keywords: bee pollen, pyrrolizidine alkaloids (PAs), NIR spectroscopy, canonical discriminant analysis

Acknowledgements: This research was financially supported by Padova University (Project CPTA158894/15).

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550753>

Rilevo di alcaloidi pirrolizidinici in polline d'api mediante spettroscopia NIR

I. Lanza^{1*}, L.J. Inacio², R. Merlanti², B. Contiero¹, L. Lucatello², V. Bisutti¹, L. Serva¹,
M. Mirisola¹, S. Tenti¹, S. Segato¹, F. Capolongo²

¹ Dip. di Medicina Animale, Produzioni e Salute, Università di Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italia; ilaria.lanza@phd.unipd.it

² Dip. di Biomedicina Comparata e Alimentazione, Università di Padova, V.le dell'Università, 16, 35020, Legnaro (PD), Italia

Il polline d'api è ricco in composti nutrizionali ma può contenere alcaloidi pirrolizidinici (AP), tossine responsabili di tossicità acuta e cronica nell'uomo. Tali tossine sono analizzate con dispendiose tecniche analitiche chimiche. In proposito, il NIRS potrebbe essere una alternativa per indentificare polline d'api contaminato da AP. Allo scopo, i dati spettrali sono stati raccolti in 60 campioni disidratati e macinati con un monocromatore Foss DS2500 (Foss NIR-System, Hillerød, DK) e un sistema portatile NIR (poliSPEC^{NIR}, ITPhotonics, Breganze, IT) e gli AP analizzati con una LC-MS/MS. Da indicazioni EFSA, i campioni sono stati raggruppati ($\mu\text{g kg}^{-1}$ di PA in polline d'api) per: assenza (classe N), < 84 (classe L), > 84 (classe H). Per testare l'affidabilità degli strumenti NIR, previa selezione delle variabili spettrali significative (ANOVA), si è eseguita una *canonical discriminant analysis* (CDA), le cui D^2 -Mahalanobis distanze sono state usate per il calcolo delle matrici di confusione. Per la definizione delle stesse, la riassegnazione dei campioni entro gruppo AP è avvenuta in base al criterio di minimizzazione D^2 -Mahalanobis e la capacità discriminante è stata misurata in base ai Matthews correlation coefficient (MCC). Le CDA hanno evidenziato simili rilevanti capacità discriminanti ($\text{Wilks}'\lambda < 0.22$; $p < 0.001$) per entrambi i sistemi NIR soprattutto nell'identificare i campioni della classe N ($\text{MCC} = 0.78$), sebbene il 14.3% dei campioni siano risultati falsi negativi. I livelli di discriminazione per le classi L e H sono risultati inferiori, evidenziando minori valori di MCC per il sistema portatile rispetto al Foss (0.58 vs 0.70). Per entrambi i sistemi NIR, il 7.1% dei campioni H è confuso in classe N. In sintesi, l'assenza (N) di AP potrebbe essere rilevata dalla spettroscopia NIR, sebbene i modelli discriminanti debbano essere potenziati con ulteriori analisi di campioni contaminati.

Parole chiave: polline d'api, alcaloidi pirrolizidinici (PA), spettroscopia NIR, *canonical discriminant analysis*

Ringraziamenti: La ricerca è stata finanziata dall'Università degli Studi di Padova (Progetto CPTA158894/15).



Portable instruments, PAT & Industry / Strumentazione portatile, PAT e industria

Chair: Alessandro Ulrici

Experimentation of an optical prototype for monitoring the ripening of table tomatoes (*Solanum lycopersicum* L., Marinda F1) and oil olives (*Olea europaea* L.)

Alessio Tugnolo, Valentina Giovenzana*, Andrea Casson, Riccardo Guidetti,
Roberto Beghi

Department of Agricultural and Environmental Sciences – Production, Landscape, Agroenergy, Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133, Milano, Italy

The interest in new tools to follow the fruit and vegetable maturation process, recent need for simplified portable devices, and commercial availability of small-sized optical components give the opportunity to create an optical device based on light emitting diode (LED) technology, which will be tested in this work to monitor the ripening of table tomatoes (*Solanum lycopersicum* L., Marinda F1) and oil olives (*Olea europaea* L.). Optical analyses were carried out on 200 tomatoes and 200 oil olives. The main quality parameters (soluble solids content, moisture content, pH, and firmness) were measured as reference analyses for the tomato samples, while four arbitrary ripening classes for oil olives were created according to skin color: totally green (class 1), less than 50% purple/black surface (class 2), more than 50% purple/black surface (class 3), totally purple/black (class 4). Optical measurements were acquired by using an optical prototype developed by the Department of Agricultural and Environmental Sciences at the Università degli Studi di Milano, equipped with 12 LED at specific wavelengths, between 450 and 860 nm, chosen thanks to previous research. To verify the performance of the prototype, commercial portable spectrophotometers with a wavelength range from 350 nm to 2500 nm were used. In detail, partial least squares (PLS) and multi-linear regression (MLR) regression models were calculated for the estimation of tomato quality parameters, and partial least squares discriminant analysis (PLS-DA) classification models were calculated for olive ripening class identification. Overall, the prototype shows lower performance than commercial devices using the entire spectrum, even if outcomes should be considered promising for further development towards the final engineering phase of the device.

Keywords: LED, device, spectroscopy, visible/near-infrared, chemometrics, pre-harvest

Acknowledgements: The research part on oil olives work has been supported by the AGER 2 Project, grant n° 2016-0105. The authors thank Prof. Di Mattia and Dr. Federica Flamminii for their technical support.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550731>

Sperimentazione di un prototipo di sistema ottico per il monitoraggio della maturazione del pomodoro da mensa (*Solanum lycopersicum* L., Marinda F1) e dell'oliva da olio (*Olea europaea* L.)

Alessio Tugnolo, Valentina Giovenzana*, Andrea Casson, Riccardo Guidetti, Roberto Beghi

Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali - Produzione, Territorio, Agroenergia, Università degli Studi di Milano, via Celoria 2, 20133, Milano, Italia

L'interesse verso nuovi dispositivi per il monitoraggio di maturazione dei prodotti ortofrutticoli, la recente necessità di dispositivi portatili semplificati e la disponibilità commerciale di componentistica ottica di dimensioni ridotte, ha consentito di creare un prototipo di sistema ottico basato su tecnologia LED (*light emitting diode*), sperimentato in questo lavoro per monitorare la maturazione di pomodoro da mensa (*Solanum lycopersicum* L., Marinda F1) e di olive da olio (*Olea europaea* L.). Sono state eseguite analisi ottiche su 200 campioni di pomodoro e 200 campioni di olive. Come analisi di riferimento della maturazione di pomodoro sono stati misurati i principali parametri qualitativi (contenuto in solidi solubili, l'umidità, il pH e la durezza), mentre sono state create 4 classi di maturazione per le olive da olio, in accordo con il colore dell'epicarpo, completamente verdi (classe 1), con superficie invaiata inferiore al 50% (classe 2), con superficie invaiata superiore al 50% (classe 3), completamente invaiate (classe 4). Le misure ottiche sono state acquisite con il prototipo di device ottico messo a punto dal Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali dell'Università degli Studi di Milano, per il quale sono state scelte, grazie a ricerche precedenti, 12 lunghezze d'onda specifiche, tra 450 e 860 nm. Per verificare le performance del prototipo sono stati utilizzati spettrofotometri portatili commerciali con un intervallo di lunghezze d'onda da 350 nm fino a 2500 nm. In dettaglio sono stati creati modelli di regressione PLS (Partial Least Squares) e MLR (Multi Linear Regression) per la stima dei parametri qualitativi del pomodoro e modelli di classificazione PLS-DA (Partial Least Squares-Discriminant Analysis) per l'identificazione delle classi di maturazione delle olive.

In generale il prototipo mostra prestazioni inferiori rispetto ai prototipi commerciali che utilizzano l'intero spettro, ma con risultati promettenti che ne incoraggiano l'ulteriore sviluppo per arrivare alla fase finale di ingegnerizzazione del dispositivo.

Parole chiave: LED, device, spettroscopia, visibile/vicino infrarosso, chemiometria, pre-raccolta

Ringraziamenti: La parte di ricerca relativa al lavoro sulle olive da olio è stata supportata dal Progetto AGER 2, finanziamento n°2016-0105. Gli autori ringraziano la prof.ssa Di Mattia e la dott.ssa Federica Flamminii per il supporto tecnico.

Forage calibration transfer between near infrared laboratory and handheld instruments

Paolo Berzaghi^{1*}, Francesco Benozzo², Yang Xueping³

¹ Dipartimento MAPS, Università di Padova, paolo.berzaghi@unipd.it

² GraiNit s.r.l. Padova, francesco.benozzo@grainit.it

³ College of Grassland Science and Technology, China Agricultural University, Beijing, 1163844299@qq.com

The objective of this trial was to transfer calibration from a laboratory instrument to be used by two different handheld spectrometers. One hundred twenty samples of dried ground (1mm) corn plant or corn ear were scanned with spectrometers, two handheld and one laboratory: 1) a diode array (DA) with 256 diodes, 950–1650 every 2nm (AuroraNir, GraiNit s.r.l.); 2) a digital light processing (DLP) also scanning between 950 and 1650 every 2nm (Texas Instrument, USA); 3) Foss NIRSystem 5000 (LAB) scanning between 1100 and 1498 every 2nm (Foss, DK). Each instrument had a different sample presentation and scanning mode. For the DA, samples were scanned at two spots, 5 spots for the DLP and 24 scans in a rotating ring cup for the LAB. All repeated scans were averaged by sample before any computation. Samples were analysed for crude protein (CP), neutral detergent fibre (NDF), and starch. The data set was divided in 20 samples for validation and 100 for calibration. Within the calibration set, a subset of 20 samples was selected to evaluate instrument-to-instrument differences and calculate transfer functions (standardization). All the calculations were performed using UCAL 4.0 (Unity Scientific, USA). Standardization algorithms tested were: spectral bias, Shenk and Westerhaus (1991) method, and piece-wise direct standardization (Bouveresse and Massart, 1996). Predicting the DA validation samples, the SEP for CP was 0.52 vs. 0.72, for NDF was 2.09 vs. 2.19, and for starch was 2.74 vs. 2.47, for DA and LAB transferred, respectively. The LAB calibration transferred to DLP had very large biases of prediction for NDF (3.83 %DM) and starch (-4.25 %DM), but a small bias for CP (-0.136 %DM). Compared to the prediction performances with the original handheld, the error of the LAB-transferred prediction was similar for the DA but much higher for the DLP.

Keywords: calibration transfer

REFERENCES

- Bouveresse, E. Massart, D.L. 1996. Improvement of the piecewise direct standardisation procedure for the transfer of NIR spectra for multivariate calibration. *Chemometrics & Intelligent Laboratory Systems*, 32, 201– 213.
- Shenk, J.S. Westerhaus, M.O. 1991. Population structuring of near infrared spectra and modified partial least squares regression. *Crop Science*, 31: 1548-1555.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550710>

NIR spectroscopy-based determination of carotenoids content in ice cream supplemented with carrot lyophilized extract

Daniela Summa^{1*}, Stefania Costa¹, Elena Tamburini¹

¹ Department of Biotechnology and Life Sciences, University of Ferrara, Via Luigi Borsari, 46, 44121, Ferrara, stefania.costa@unife.it, daniela.summa@unife.it, tme@unife.it

The interest of the food industry in the development of new products is constantly increasing and becoming more challenging due to consumers' awareness about healthier foods. Dairy products, such as ice creams and yogurts, are considered nutritious foods and present a great potential to incorporate bioactives (Rizk et al., 2014). The use of natural compounds as carotenoids in ice creams would be advantageous for the possible benefits to health due to their antioxidant characteristics and pro-vitamin A activity. Moreover, it could become an innovative superfood (Rajarajan et al., 2019). The objective of the research work was aimed to develop a carotenoids supplemented ice cream through addition of carrots' lyophilized extract before creaming phase and test the shelf-life of the product, knowing the low stability of carotenoids exposed to light and air. Extraction of carotenoids from fat matrices for traditional wet chemical analysis involves time-consuming and laborious procedures, especially because in carrot extract some components are highly lipophilic while others are soluble in water. NIR spectroscopy can represent a fast and non-destructive alternative for measuring carotenoids content in supplemented vanilla ice cream. Calibration has been built, collecting spectra of samples added of known amounts of carrot extract in the range 0-6 mg/L of carotenoids ($R^2=0.8813$; $SEC=0.6944$). External validation has been carried out with ice cream samples added with 4 mg/L of carotenoids and left in the shop for 48 hours, sampling at 6-hour intervals. From NIR results, it was evident that carotenoids maintained the initial concentration up to 24 hours before showing a slight decrease, but above the recommended daily dose.

Keywords: supplemented ice cream, carotenoids, antioxidant activity

REFERENCES

- Rizk, E. M., El-Kady, A. T., El-Bialy, A. R., 2014. Characterization of carotenoids (lyco-red) extracted from tomato peels and its uses as natural colorants and antioxidants of ice cream. *Annals of Agricultural Sciences*, 59(1), 53-61.
- Rajarajan, G., 2019. Development of Carotene Enriched Functional Ice Cream. *Journal of Livestock Research*, 9(1), 226-230.

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550686>

Determinazione del contenuto di carotenoidi nel gelato addizionato con estratto di carota liofilizzato mediante spettroscopia NIR

Daniela Summa^{1*}, Stefania Costa¹, Elena Tamburini¹

¹ Dipartimento di Scienze della Vita e Biotecnologie, Università di Ferrara, Via Luigi Borsari, 46, 44121, Ferrara, daniela.summa@unife.it; stefania.costa@unife.it; tme@unife.it

L'interesse per lo sviluppo di nuovi prodotti da parte dell'industria alimentare è in costante aumento e diventa sempre più impegnativo grazie alla maggior consapevolezza dei consumatori riguardo agli healthy foods. I latticini, come gelati e yogurt, sono considerati alimenti nutrienti ed hanno un grande potenziale per la possibilità di incorporare bioattivi (Rizk et al., 2014). L'utilizzo di composti naturali, come i carotenoidi, nei gelati risulta vantaggioso grazie ai loro effetti benefici sulla salute, in quanto possiedono caratteristiche antiossidanti e grazie all'attività della pro-vitamina A. Ciò li renderebbe dei possibili candidati come superfoods innovativi (Rajarajan et al, 2019). L'obiettivo del lavoro di ricerca è quello di sviluppare un gelato addizionato con carotenoidi mediante aggiunta di estratto di carota liofilizzato prima della fase di mantecazione e testare la shelf-life del prodotto, essendo nota la scarsa stabilità dei carotenoidi esposti alla luce e all'aria. L'estrazione di carotenoidi da matrici di grasso per l'analisi chimica tradizionale comporta procedure lunghe e laboriose, soprattutto perché nell'estratto di carota alcuni componenti sono altamente lipofili mentre altri sono solubili in acqua. La spettroscopia NIR può rappresentare una valida alternativa per la quantificazione dei carotenoidi incorporati nel gelato alla vaniglia, in modo rapido e non distruttivo. La calibrazione è stata costruita analizzando gli spettri di campioni di gelato addizionati con estratto di carota a concentrazioni note, nell'intervallo 0-6 mg / L di carotenoidi ($R^2 = 0,8813$; $SEC = 0,6944$). La validazione esterna è stata eseguita con campioni di gelato addizionati di 4 mg / L di carotenoidi e lasciati in gelateria per 48 ore, campionando a intervalli di 6 ore. Dalle analisi NIR, risulta evidente come la concentrazione di carotenoidi rimane stabile fino a 24 ore dopo l'aggiunta, prima di mostrare una leggera diminuzione, ma sempre al di sopra della dose giornaliera consigliata.

Parole chiave: gelato addizionato, carotenoidi, capacità antiossidante

RIFERIMENTI

- Rizk, E. M., El-Kady, A. T., El-Bialy, A. R., 2014. Characterization of carotenoids (lyco-red) extracted from tomato peels and its uses as natural colorants and antioxidants of ice cream. *Annals of Agricultural Sciences*, 59(1), 53-61.
- Rajarajan, G., 2019. Development of Carotene Enriched Functional Ice Cream. *Journal of Livestock Research*, 9(1), 226-230.

SUPERCHILL! Study of ice crystal formation in beef

Silvia Grassi^{1*}, Ernestina Casiraghi¹, Jorge Ruiz Carrascal²

¹DeFENS – Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences, Università degli Studi di Milano, Italy, silvia.grassi@unimi.it, ernestina.casiraghi@unimi.it

² Producción Animal y Ciencia De Los Alimentos, Department of Veterinary, Universidad de Extremadura, Plaza de Caldereros, s/n., 10003 Cáceres, Spain, jruiz@unex.es

Meat consumption is controversial due to the juxtaposition between its high nutritional value and high environmental impact. Such impact could be reduced through alternative approaches that can extend meat product shelf life while maintaining high quality levels. Superchilling technology represents a unique possibility to preserve fresh food as demonstrated in fishery products (Kaale and Eikevik, 2014). However, to fully exploit the advantages of superchilling, on-line, nondestructive approaches need to be developed for its monitoring. The potentiality of NIR capability in studying ice formation in superchilling relied on the difference in light absorption between liquid and solid water.

In these preliminary experiments, NIR spectroscopy has been applied to study ice formation and content in beef samples. In detail, five cubes of beef round steak (6 x 6 x 6 cm) were treated in a chamber with air at -18°C (speed of 1.3 m/s) and monitored by MicroNIR and thermal camera acquiring data every two minutes for up to 280 minutes.

The NIR spectra show a systematic shift in water peaks with increasing ice fraction, i.e., a displacement of the absorption bands from 980 to 1020 nm and from 1200 to 1250 nm. The data were explored by PCA, showing a PC1 trend following the theoretical curve of freezing (Rahman et al., 2009), and the temperature was recorded by thermal camera, revealing the capability to follow the crystallisation process in the superchilling of beef. Further studies will be carried out to implement NIR technology in tailored superchilling protocols for different meat cuts.

Keywords: superchilling, crystallisation process, MicroNIR, beef

Acknowledgements: First author gratefully acknowledges receiving funding from Progetto Professionalità “Ivano Becchi” – Fondazione Banca del Monte di Lombardia (2017).

REFERENCES

- Kaale L. D., Eikevik T. M., 2014. The development of ice crystals in food products during the superchilling process and following storage, a review. *Trends in Food Science & Technology*, 39(2), 91-103.
<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.07.004>
- Rahman, M. S., Machado-Velasco, K. M., Sosa-Morales, M. E., Velez-Ruiz, J. F., 2009. Freezing point: measurement, data, and prediction. In *Food Properties Handbook* (pp. 168-207). CRC Press. ISBN 9780849350054 – CAT# 005X

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.4550682>

SUPERCHILL! Studio della formazione di cristalli di ghiaccio in prodotti carnei

Silvia Grassi^{1*}, Ernestina Casiraghi¹, Jorge Ruiz Carrascal²

¹DeFENS - Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences, Università degli Studi di Milano, Italy, silvia.grassi@unimi.it, ernestina.casiraghi@unimi.it

² Producción Animal y Ciencia De Los Alimentos, Department of Veterinary, Universidad de Extremadura, Plaza de Caldereros, s/n., 10003 Cáceres, Spain, jruiz@unex.es

Il consumo di carne è controverso a causa del riconosciuto valore nutrizionale che, però, si lega anche ad un elevato impatto ambientale. Quest'ultimo può essere ridotto attraverso approcci alternativi in grado di estendere la shelf life dei prodotti carnei mantenendo alti standard qualitativi. La tecnologia del superchilling rappresenta un'importante possibilità per preservare la freschezza degli alimenti; la sua efficacia è stata dimostrata nel mercato ittico (Kaale and Eikevik, 2014), ma la sua ottimizzazione può avvenire solo con lo sviluppo di metodi non distruttivi per il monitoraggio on-line del processo. Il potenziale della spettroscopia NIR nello studio della formazione di ghiaccio si basa sulle differenze di assorbimento della radiazione tra l'acqua liquida e solida.

In questi esperimenti preliminari, la spettroscopia NIR è stata applicata per lo studio della formazione di cristalli di ghiaccio in campioni di manzo. Allo scopo, 5 cubi di girello di manzo (6 x 6 x 6 cm) sono stati trattati con aria a -18°C con una velocità di 1.3 m/s e monitorati mediante MicroNIR e camera termica acquisendo dati ad intervalli di 2 minuti fino a 280 minuti.

Gli spettri NIR hanno mostrato un cambiamento sistematico dei picchi all'aumentare della frazione ghiaccio con uno spostamento progressivo da 980 a 1020 nm e uno da 1200 nm a 1250 nm. Mediante PCA si è evidenziato come lungo la PC1 vi sia un trend riconducibile alla curva teorica di congelamento (Rahman et al., 2009) confermato dal decremento di temperatura registrato mediante termocamera. Ciò rivela la capacità dell'approccio nel seguire il processo di cristallizzazione durante il superchilling dei campioni di manzo. Come prospettiva futura si prevede di implementare la tecnologia NIR per lo sviluppo di protocolli di superchilling ottimizzati per diversi tagli di carne.

Parole chiave: superchilling, processo di formazione di cristalli di ghiaccio, MicroNIR, manzo

Ringraziamenti: Il primo autore ringrazia la Fondazione Banca del Monte di Lombardia per il finanziamento dell'attività mediante il Progetto Professionalità "Ivano Becchi" (2017).

RIFERIMENTI

- Kaale L. D., Eikevik T. M., 2014. The development of ice crystals in food products during the superchilling process and following storage, a review. *Trends in Food Science & Technology*, 39(2), 91-103.
<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.07.004>
- Rahman, M.S., Machado-Velasco, K.M., Sosa-Morales, M.E., Velez-Ruiz, J.F., 2009. Freezing point: measurement, data, and prediction. In *Food Properties Handbook* (pp. 168-207). CRC Press. ISBN 9780849350054 – CAT# 005X

NIRItalia online 2021 - Book of abstracts

Online conference, 24-25 February 2021

COBISS.SI-ID=
ISBN (pdf)

This work is available for free on the NIRItalia online website:

<https://niritalia2020.sisnir.org/en/book-of-abstract/>

Editors: Anna Sandak, Nežka Sajinčič, Hana Remešová, Elizabeth Dickinson

Publisher: InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia

First Published: 25 February 2021

InnoRenew CoE is funded by the European Commission under Horizon 2020, the EU Framework Programme for Research and Innovation (H2020 WIDESPREAD-2-Teaming #739574), and by investment funding from the Republic of Slovenia and the European Regional Development Fund.

This publication and the abstracts within are published under the Creative Commons Attribution 4.0 International License. Abstract copyrights belong to their authors.

