



NIR Italia 2022

7-9 June 2022

beyond spectral range

Book of abstracts



Società Italiana di Spettroscopia NIR



9788894115338





Benvenuto

Gentili Soci, Colleghi ed Amici SISNIR,

è per me un grande piacere essere qui oggi: questo evento rappresenta oltre ad un importante appuntamento per la nostra Società, anche una nuova ripartenza in presenza dopo 2 anni difficili.

Come prima cosa vorrei ringraziare tutto il Comitato Organizzatore di 'NIRITALIA2022', in particolar modo la nostra collega Anna Sandak per il lavoro svolto. Vorrei ringraziare tutti Voi per essere presenti e ringraziare i relatori che interverranno in queste due giornate, in particolare gli invited speaker Jean-Michel Roger, Krzysztof B Bec e Justyna Grabska.

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

Sono molto felice di porgerVi, a nome di tutto il Direttivo e mio personale, un caloroso benvenuto, Vi auguriamo di trascorrere giornate ricche sotto tanti punti di vista.

In particolare, 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.

Ci auguriamo inoltre di poter trascorre giornate piacevoli assieme in questa magnifica cornice di Isola e di ritrovare i momenti di socialità che tanto ci sono mancati.

Vi auguro un Buon NIRITALIA2022!

Monica Casale
(Presidente SISNIR)



9th National Symposium host welcome

We are very pleased to welcome you to the 9th National Symposium of the Italian Society for Near Infrared Spectroscopy (SISNIR). Organising the conference has been a point of pride for us at the University of Primorska and InnoRenew CoE. We are particularly pleased to organise this event in our new building, which we hope you will have an opportunity to see and will inspire you to visit us again in the near future.

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

NIR spectroscopy is widely applicable in various disciplines. This sort of interdisciplinary science is exciting for us, and this is why the University of Primorska and InnoRenew CoE have invested in personnel and spectroscopic equipment to help shape the future of spectroscopy in science and industry.

On behalf of both the University of Primorska and InnoRenew CoE, we would like to thank the organising committee for their hard work, the participants for submitting their work, the sponsors for their support, and all attendees for their interest in this topic. We wish you a productive conference that will inspire you in your future research.

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



9th National Symposium organising committee welcome

Despite the pandemic that continues to affect Europe and the whole world, and the difficult political situation in Europe related to the ongoing war in Ukraine, we are very pleased to be able to organise the 9th National Symposium of SISNIR in Izola, Slovenia. We do believe it is a great opportunity to meet each other face to face, to present our work, as well as exchange ideas, opinions, and future research topics.

We are especially pleased to present our four distinguished keynote speakers and dear friends, Dr. Jean-Michel Roger, Dr. Justyna Granska, and Dr. Krzysztof Bec who will share with us their years of experience in NIR spectroscopy and present cutting-edge research in this field. We are also thankful to our sponsors Bruker, Buchi, Hellma, itphotonic, QuantumDesign and VIAVI Solutions for their generous support.

Wishing you a fruitful and inspirational time,

Anna Sandak
on behalf of the 9th National Symposium
organising committee



Conference chairpersons

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

Scientific committee

- 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

- Albert Kravos, InnoRenew CoE
- Amy Simmons, InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM
- Anna Sandak, InnoRenew CoE, University of Primorska, FAMNIT
- Benjamin Božič, InnoRenew CoE
- Faksawat Poohphajai, InnoRenew CoE
- Gertrud Fábíán, InnoRenew CoE
- Jakub Sandak, InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM
- Lea Primožič, InnoRenew CoE
- Liz Dickinson, InnoRenew CoE
- Nežka Sajinčič, InnoRenew CoE
- Oihana Gordobil, InnoRenew CoE
- René Herrera, InnoRenew CoE, University of the Basque Country
- Richard Acquah, InnoRenew CoE
- Sasikala Perumal, InnoRenew CoE
- Tine Šukljan, InnoRenew CoE, University of Primorska, IAM
- Veerapandian Ponnuchamy, InnoRenew CoE


Editors: Anna Sandak, Nežka Sajinčič, Monica Casale

ISBN: 9788894115338







Program / Programma

Tuesday, 07.06.2022

10:00 12:00		Training 1: Practical exercise with NIR instruments Sponsors
12:00 14:00		Lunch break
14:00 16:00		Training 2: Theoretical course – data pre-treatment Jean Michel Roger
16:15 18:00		Ice breaker – welcome reception

Wednesday, 08.06.2022


09:00		Registration
09:40		Welcome
10:00	Keynote #1: Krzysztof Beć & Justyna Grabska	In silico simulation of NIR spectra: fundamental insights, new discoveries and emerging possibilities for analytical applications
11:00		Coffee break sponsored by Bruker
 Session #1: Environment & Agriculture <i>Session chair: Jakub Sandak</i>		
11:20	Elena Leoni	Performance evaluation of NIR prediction models of moisture content on industrial woodchip
11:40	Gasparini Andrea	Evaluation of the antioxidant capacity of the hydrophilic and lipophilic extract of hemp seed cake of different varieties
12:00	Myriam Catalá	Metabolomic analysis of the global molecular fingerprint and aquaphotomic analysis of the dehydration-rehydration cycle of the symbiotic aeroterrestrial microalga <i>Asterochloris erici</i>
12:20		Sponsor presentation Bruker
12:40 13:40		Lunch break



13:40 14:00		Poster session
Session #2: Imaging <i>Session chair: Silvia Grassi</i>		
14:00	Danial Fatchurrahman	Prediction of nutritional quality and the astringency of Black chokeberry (<i>Aronia melanocarpa</i> L.) using a Hyperspectral Imaging System in the Visible-NIR and Near-Infrared regions
14:20	Rosalba Calvini	NIR Hyperspectral imaging for on-field detection of <i>Halyomorpha halys</i>
14:40	Cristina Malegori	Near infrared hyperspectral imaging and multivariate image analysis for microplastics identification and characterisation in aquatic samples
15:00	Maria Luisa Amodio	Potential application of hyperspectral imaging and FT-NIR spectroscopy for discrimination of soilless tomato according to cultivation practices with different level of sustainability
15:20		Sponsor presentation Buchi
15:40		Coffee break sponsored by Buchi
16:00 17:40		SISNIR general assembly
17:40- 19:00		Free time

Thursday, 09.06.2022

09:00	Registration	
10:00	Keynote #2: Jean-Michel Roger	Increasing the robustness of chemometric models by calibration transfer, orthogonal projections, domain adaptation
Session #3: Pharmaceutical <i>Session chair: Federico Marini</i>		
10:20	Remo Simonetti	The central role of NIR spectroscopy in the oral solid dosage Real Time Release testing
10:40	Monica Casale	A moving-block-PCA based approach for real time monitoring of a powder blending process using a miniaturized near infrared sensor

11:00	Coffee break	
 Session #4: PAT & chemometrics <i>Session chair: Alessandro Ulrici</i>		
11:20	Eleonora Mustorgi	Multivariate qualitative approaches for on-line monitoring of a mixing process using a miniaturized NIR probe
11:40	Lorenzo Strani	On-line prediction of ABS quality parameters fusing NIR and process sensors data using different multiblock approaches
12:00	Federico Marini	Strategies for non-linear modelling of NIR data
12:20 13:40	 Lunch break	
13:40 14:00	 Poster session	
 Session #5: Food part 1 <i>Session chair: Cristina Malegori</i>		
14:00	Alessandro Girauda	3-2-1: Three NIR instruments, two fish species, one chemometric approach
14:20	Marco Bragolusi	Combination of NIR spectroscopy and LASSO modelling for black pepper authentication: development of the method, exploration of validation strategies and build-up of a user-friendly online application for large-scale screening
14:40	Silvia Grassi	FT-NIR spectroscopy for vinegar adulteration assessment
15:00	Sponsor presentation Hellma	
15:20	 Coffee break sponsored by Helma	
 Session #6: Food part 2 <i>Session chair: Monica Casale</i>		
15:40	Giuseppina Marellò	Validation and accreditation of automatic method in NIR Near Infrared Spectroscopy on butter matrix
16:00	Alessia Pampuri	Grape polyphenol content prediction through vis/NIR spectroscopy in a view of real time application at winery consignment
16:20	Nicola Cavallini	Measure your bratwurst: quantifying the content of mechanically separated meat by means of NIR spectroscopy and chemometrics



16:40
17:40



Best oral and poster presentation award
& closing of the conference

Friday, 10.06.2022

11:15
15:00



Post-conference tour

Sponsor Gold



Sponsor Silver



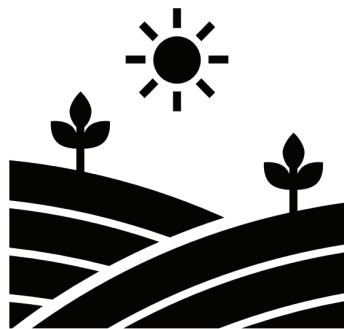
Quantum Design
ITALY





Session #1: Environment & Agriculture

Sessione #1: Ambiente e Agricoltura





Keynote #1: Krzysztof Beć & Justyna Grabska

In silico simulation of NIR spectra: fundamental insights, new discoveries and emerging possibilities for analytical applications

Krzysztof is a senior research fellow and project leader in Prof. Christian W Huck's research team at University of Innsbruck in Austria. Before that he was a member of Prof. Yukihiro Ozaki's lab. Krzysztof's background is in physical and theoretical chemistry (PhD in 2014) and his experience in developing new methods gives him a unique perspective on NIR spectroscopy. He is an author of 75 articles, 1 book and 13 chapters, with most of those devoted to NIR spectroscopy. In addition to advancing NIR spectroscopy, he contributed into development of ATR-FUV-DUV spectroscopy and its applications. Krzysztof has received multiple fellowships including prestigious Postdoctoral Fellowship from JSPS (Japan), Postdoctoral Fellowship of the Government of Ireland, and Lise Meitner project leadership from FWF funding agency in Austria.

Justyna received her PhD in chemistry in 2015, where she focused on developing new methods of spectral analysis for NIR/MIR spectroscopy. She joined Professor Yukihiro Ozaki group (2016) where she pursued new research horizons in NIR spectroscopy. Justyna is currently working in Prof. Christian W. Huck (2019) laboratory, at University of Innsbruck in Austria. She applies cross-disciplinary methods of experimental spectroscopy, theoretical simulations, artificial intelligence and chemometrics for innovation of analytical spectroscopy and development of new applications. Justyna published over 50 scientific articles and 11 book chapters, with prime research interest in advancing NIR spectroscopy.

Lecture: In silico simulation of NIR spectra: fundamental insights, new discoveries and emerging possibilities for analytical applications

Quantum mechanical calculations are routinely used as a major support in mid-infrared (MIR) and Raman spectroscopy. In contrast, practical limitations for long time formed a barrier to developing a similar synergy between NIR spectroscopy and computational chemistry. Recent advances in theoretical methods enabled accurate simulations of NIR spectra of molecules reaching the size of long-chain fatty acids. In silico NIR spectroscopy, where the spectra are calculated ab initio, provide substantial improvement in our understanding of the overtones and combination bands that overlap in staggering numbers and create complex lineshape typical for NIR spectra. This improves the comprehension of the spectral information enabling access to rich and detail molecular footprint, essential for fundamental research and very useful in routine analysis by NIR spectroscopy and chemometrics.

In addition to detailed NIR band assignments, simulated spectra enable innovative support in applications. Examples include interpretation of the difference in the performance observed between different miniaturized NIR spectrometers when analyzing the constituents featuring particular molecular structure. Selectivity of a given sensor to specific chemical structures may be assessed in detail. Further, chemical interpretation of the chemometric models is permitted, associating vibrational bands with meaningful variables. On the other hand, matrix effects in NIR spectra may be better understood. These new elements integrated into NIR spectroscopy framework enable a knowledge-based design of the analysis with comprehension of the processed chemical information.



Elena Leoni

Performance evaluation of NIR prediction models of moisture content on industrial woodchip

Elena Leoni^{1*}, Manuela Mancini¹, Giuseppe Toscano¹, Michele Naspi¹, Gianni Picchi²

¹Department of Agriculture, Food and Environment Sciences, Marche Polytechnic University,
Via Breccie Bianche 2-8, I-60131, Ancona, Italy

² CNR-IBE, Via Madonna del Piano 10, I-50019, Sesto Fiorentino, Italy

*e.leoni@pm.univpm.it

According to the current European climate actions, woodchip is considered a valuable renewable resource to energy production. Its qualitative assessment is required by the bioenergy sector to promote a high energy efficiency in the whole supply chain [1]. Moisture content (MC) represents the main discriminative parameter related to the energy conversion system. Thus, its steady control and management are deemed a viable and cost-effective approach to reduce economic and environment impacts. Besides, residual woodchip presents a very high heterogeneity, highlighting the need of a continuous quality characterization [2]. Near Infrared (NIR) spectroscopy represents an affordable and rapid method to assess qualitative features.

The aim of this study is to investigate the possibility to use a portable NIR spectrophotometer for assessing the MC of industrial woodchip. Three regression models have been developed and tested using an external test set of around 800 industrial woodchip samples. A total of ten NIR replicates scans have been performed for each sample and the MC has been assessed according to ISO 18134. Statistical analysis has been used to compare the models and evaluate their prediction performance. The results demonstrated that it is possible to predict MC in real time and the errors are mainly associated to woodchip samples with extreme MC values. Tukey's test has been used to investigate outliers in the 10 replicates scans. The results proved that, considering the high heterogeneity of the material, it could be necessary to perform a higher number of scans to describe the material variability and ensure reliable prediction models. As a consequence, a handheld NIR spectrophotometer for in-line system has been used to collect new samples increasing the number of scans. The results demonstrated the importance of deepening variability investigation when dealing with high heterogeneous material, in order to get reliable predictions.

Keywords: biofuel, energy content, handheld, PLS, spectroscopy, Tukey's Test

REFERENCES

1. Duca, D.; Pizzi, A.; Mancini, M.; Rossini, G.; Mengarelli, C.; Ilari, A.; Lucesoli, G.; Toscano, G.; Foppa Pedretti, E. Fast measurement by infrared spectroscopy as support to woody biofuels quality determination. *J. Agric. Eng.* 2016, 47, 17–21, doi:10.4081/jae.2016.499.
2. Leoni, E.; Mancini, M.; Aminti, G.; Picchi, G. Wood fuel procurement to bioenergy facilities: Analysis of moisture content variability and optimal sampling strategy. *Processes* 2021, 9, 1–14, doi:10.3390/pr9020359.
3. Leoni, E.; Mancini, M.; Aminti, G.; Picchi, G. Wood fuel procurement to bioenergy facilities: Analysis of moisture content variability and optimal sampling strategy. *Processes* 2021, 9, 1–14, doi:10.3390/pr9020359.



Elena Leoni

Valutazione delle performance di modelli NIR per la predizione del contenuto d'umidità di cippato industriale

Elena Leoni^{*}, Manuela Mancini¹, Giuseppe Toscano¹, Michele Naspi¹, Gianni Picchi²

¹Department of Agriculture, Food and Environment Sciences, Marche Polytechnic University,
Via Breccie Bianche 2-8, I-60131, Ancona, Italy

² CNR-IBE, Via Madonna del Piano 10, I-50019, Sesto Fiorentino, Italy

*e.leoni@pm.univpm.it

In base alle attuali strategie Europee di lotta al cambiamento climatico, il cippato è considerato una valida fonte di energia rinnovabile. La sua caratterizzazione qualitativa è richiesta dal settore energetico per favorire un'elevata efficienza energetica lungo tutta la filiera [1]. Il contenuto d'umidità (MC) rappresenta il principale parametro discriminante nella fase di conversione energetica, quindi il suo monitoraggio è indispensabile per ridurre gli impatti economici ed ambientali. Inoltre, il cippato residuale è un biocombustibile molto eterogeneo, condizione che richiede una necessaria e costante caratterizzazione qualitativa [2]. Pertanto, la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) rappresenta un metodo di analisi affidabile e rapido per valutare le proprietà qualitative. Lo scopo di questo studio è di valutare la possibilità di utilizzare uno spettrofotometro NIR portatile per predire MC del cippato industriale. Sono stati sviluppati e testati tre modelli di predizione usando un test set esterno di circa 800 campioni di cippato industriale. Sono state eseguite 10 repliche NIR per ogni campione e il valore di MC è stato misurato secondo il metodo ISO 18134. Sono state condotte analisi statistiche per confrontare i modelli e valutare le loro performance predittive. I risultati hanno dimostrato la possibilità di predire MC in tempo reale e che gli errori sono prevalentemente associati a campioni di cippato con valori di MC estremi. Il Tukey Test è stato eseguito per indagare la presenza di outlier nelle 10 repliche delle scansioni NIR. Considerando l'eterogeneità del materiale, i risultati hanno dimostrato che potrebbe essere necessario effettuare un maggiore numero di scansioni per descrivere la sua variabilità e garantire modelli predittivi affidabili. Di conseguenza, è stato utilizzato uno spettrofotometro NIR portatile applicato su un sistema in linea per acquisire un elevato numero di scansioni su nuovi campioni. I risultati hanno dimostrato l'importanza di una più approfondita indagine sulla variabilità quando si tratta con del materiale molto eterogeneo, così da ottenere predizioni affidabili.

Parole chiave: biofuel, energy content, handheld, PLS, spectroscopy, Tukey's Test

Riferimenti bibliografici:

1. Duca, D.; Pizzi, A.; Mancini, M.; Rossini, G.; Mengarelli, C.; Ilari, A.; Lucesoli, G.; Toscano, G.; Foppa Pedretti, E. Fast measurement by infrared spectroscopy as support to woody biofuels quality determination. *J. Agric. Eng.* 2016, 47, 17–21, doi:10.4081/jae.2016.499.
2. Leoni, E.; Mancini, M.; Aminti, G.; Picchi, G. Wood fuel procurement to bioenergy facilities: Analysis of moisture content variability and optimal sampling strategy. *Processes* 2021, 9, 1–14, doi:10.3390/pr9020359.
3. Leoni, E.; Mancini, M.; Aminti, G.; Picchi, G. Wood fuel procurement to bioenergy facilities: Analysis of moisture content variability and optimal sampling strategy. *Processes* 2021, 9, 1–14, doi:10.3390/pr9020359.



Gasparini Andrea

Evaluation of the antioxidant capacity of the hydrophilic and lipophilic extract of hemp seed cake of different varieties

Gasparini Andrea¹, Nicolò Pricca^{1*}, Lucia Monti¹, Francesca Bonazza¹, Giovanni Cabassi¹

¹Council for agricultural Research and analysis of Agrarian Economy - Animal Production and Aquaculture

*Corresponding author

In 2021 10 varieties of *Cannabis sativa* (Carmagnola, Carmagnola CS, Jubileo, Fedora, Felina 32, Finola, Futura 75, Santhica 27, Uso 31 and Zenit) were tested in the field for the production of seed to be used for the extraction of edible oil and for the production of cake for livestock use. Seed samples from the trial and commercial seeds were subjected to a cold pressing process using an auger press that yielded oil and cake with a residual fat content ranging from 4% to 10% (w/w).

61 samples of cake were ground to an average diameter of 2 mm and subjected to extraction in a ratio of 1:9 with an extracting solution (EtOH 50%/HCl 0.05 N for hydrophilic molecules, ethanol and acetone in a ratio of 1:1 for lipophilic molecules). The antioxidant activity of the extracts was tested on the free radical DPPH by recording its absorbance at 517 nm after 180". The activity of the hydrophilic extract is probably related to the high concentration of lignans in the cake (from 4466 ppm to 11692 ppm) while the activity of the lipophilic extract is mainly due to tocopherols (from 0.91 ppm to 1.47 ppm).

Spectra were acquired in diffuse reflectance with a NIRFLEX 500 Buchi spectrometer.

The predictive models developed showed a good predictive ability of the antioxidant power of the hydrophilic fraction ($r^2_{cv} = 0.91$, RPD= 3.42 and RER=10.83). The results showed that the variety characterized by higher antioxidant power is Fedora, while those with lower antioxidant power are Finola and Carmagnola CS, characterized by higher oil yield (from 26% to 29%). Predictive models for the antioxidant power of the lipophilic fraction showed lower performance ($r^2_{cv} = 0.50$, RPD= 1.41 and RER= 5.44) perhaps due to the reduced range of variation of concentrations in tocopherols because of the reduced content of residual oil.

Keywords: Hemp, DPPH, antioxidant capacity, lignans, tocopherols



Gasparini Andrea

Valutazione del potere antiossidante dell'estratto idrofilo e lipofilo del pannello di seme di canapa di differenti varietà

Gasparini Andrea¹, Nicolò Pricca^{1*}, Lucia Monti¹, Francesca Bonazza¹, Giovanni Cabassi¹

¹Council for agricultural Research and analysis of Agrarian Economy – Animal Production and Aquaculture

*Corresponding author

Nel 2021 sono state testate in campo 10 varietà di Cannabis sativa (Carmagnola, Carmagnola CS, Jubileo, Fedora, Felina 32, Finola, Futura 75, Santhica 27, Uso 31 e Zenit) per la produzione di seme da destinare all'estrazione di olio alimentare ed alla produzione di pannello ad uso zootecnico.

I campioni di seme provenienti dalla prova e semi commerciali sono stati sottoposti ad un processo di spremitura a freddo utilizzando una pressa a coclea che ha permesso di ottenere olio e pannello con un contenuto grasso residuo variabile dal 4% al 10% (p/p).

61 campioni di pannello sono stati macinati ad un diametro medio di 2mm e sottoposti a estrazione in rapporto 1:9 con una soluzione estraente (EtOH 50%/HCl 0.05 N per le molecole idrofile, etanolo e acetone in rapporto 1:1 per le molecole lipofile). L'attività antiossidante degli estratti è stata testata sul radicale libero DPPH registrandone l'assorbanza a 517 nm dopo 180". L'attività dell'estratto idrofilo è probabilmente correlata all'alta concentrazione di lignani del pannello (da 4466 ppm a 11692 ppm) mentre l'attività dell'estratto lipofilo è principalmente ascrivibile ai tocoferoli (da 0.91 ppm a 1.47 ppm).

Gli spettri sono stati acquisiti in riflettanza diffusa con uno spettrometro NIRFLEX 500 Buchi.

I modelli predittivi sviluppati hanno evidenziato una buona capacità predittiva del potere antiossidante della frazione idrofila ($r^2_{cv} = 0.91$, RPD= 3.42 e RER=10.83). I risultati hanno mostrato che la varietà caratterizzata da un maggior potere antiossidante è la Fedora, mentre quelle a minor potere antiossidante sono Finola e Carmagnola CS, caratterizzate da una maggior resa in olio (da 26% a 29%). I modelli predittivi per il potere antiossidante della frazione lipofila hanno evidenziato performance inferiori ($r^2_{cv} = 0.50$, RPD= 1.41 e RER= 5.44) forse per il ridotto range di variazione delle concentrazioni in tocoferoli a causa del ridotto contenuto di olio residuo.

Parole chiave: Canapa, DPPH, potere antiossidante, lignani, tocoferoli



Myriam Catalá

Metabolomic analysis of the global molecular fingerprint and aquaphotomic analysis of the dehydration-rehydration cycle of the symbiotic aeroterrestrial microalga *Asterochloris erici*

M. Rosa de las Heras¹, Enrique Pérez-Martínez¹, Pedro Carrasco², Eva Barreno³ and Myriam Catalá^{*1}

¹ Departamento de Biología y Geología, Física y Química Inorgánica, ESCET.
Universidad Rey Juan Carlos, 28933 Móstoles, Madrid, Spain

² Instituto de Biotecnología y Biomedicina (BIOTECHMED), Universitat de València, 46100
Burjassot, Valencia, Spain

³ Instituto Cavanilles de Biodiversidad y Biología Evolutiva (ICBIBE), Universitat de València,
46100 Burjassot, Valencia, Spain

*Corresponding author

Aeroterrestrial microalgae can survive in a state of dehydration (anhydrobiosis), with very low levels of metabolic activity. Very little progress has been made in understanding their molecular mechanisms of tolerance to dehydration. Near-infrared spectroscopy allows the analysis of the metabolomic profile of cells, providing a unique molecular fingerprint that allows the association of metabolomic changes to stress situations. Recently, together with aquaphotomics, it has allowed in-depth analysis of molecular and water structure differences between common and “resurrection” plants. However, the molecular structure of water during dehydration of aeroterrestrial algae is unknown. To assess these changes, spectra of cultured *Asterochloris erici*, a green microalga isolated from lichens, were obtained throughout the dehydration process and after rehydration. When analyzing the water loss, a relative water content of 16% is reached after 180 min under silica gel atmosphere, remaining stable up to 48 h. As dehydration progresses, free water molecules decrease, and hydrogen bonded molecules increase. The sharp decrease of free water at 100 min and the increase of molecules with one and four hydrogen bonds seems to indicate the preparation for anhydrobiosis in agreement with a previous “resurrection” plant study. The spectra of microalgae dehydrated for 24 h show increased absorbance of polyols, saturated lipids and proteins, which are important for maintaining the stability of cell structures. On the other hand, the spectra of microalgae rehydrated for 24 h show few differences with respect to fresh algae, while at 48 h the spectra appear indistinguishable. Modulation of polyols, proteins, lipids and the molecular structure of water seem critical in anhydrobiosis.

Keywords: Anhydrobiosis, NIRS, phycobiont, metabolome, poikilohydry.

Acknowledgements: Thanks to Ms. Patricia Alonso and Nutrilab (RedLabu URJC), for technical support and use of the Perkin Elmer FT-NIR spectrophotometer of the 100N series. This research was funded by the Generalitat Valenciana (PROMETEO/2021/005), Spain.



Myriam Catalá

Analisi metabolomica dell'impronta molecolare globale e analisi aquaphotomic del ciclo di disidratazione-idratazione della microalga simbiotica aeroterrestriale *Asterochloris erici*

M. Rosa de las Heras¹, Enrique Pérez-Martínez¹, Pedro Carrasco², Eva Barreno³ and Myriam Catalá*¹

¹ Departamento de Biología y Geología, Física y Química Inorgánica, ESCET.
Universidad Rey Juan Carlos, 28933 Móstoles, Madrid, Spain

² Instituto de Biotecnología y Biomedicina (BIOTECHMED), Universitat de València, 46100
Burjassot, Valencia, Spain

³ Instituto Cavanilles de Biodiversidad y Biología Evolutiva (ICBIBE), Universitat de València,
46100 Burjassot, Valencia, Spain

*Corresponding author

Le microalghe aeroterrestri possono sopravvivere in uno stato di disidratazione (anidrobiosi), con livelli molto bassi di attività metabolica. Pochi progressi sono stati fatti nella comprensione dei loro meccanismi molecolari di tolleranza alla disidratazione. La spettroscopia nel vicino infrarosso permette l'analisi del profilo metabolomico delle cellule, fornendo un'impronta digitale molecolare unica che permette l'associazione dei cambiamenti metabolomici alle situazioni di stress. Recentemente, insieme all'aquafotomica, ha permesso un'analisi approfondita delle differenze molecolari e di struttura dell'acqua tra piante comuni e "resurrezione". Tuttavia, la struttura molecolare dell'acqua durante la disidratazione delle alghe aeroterrestri è sconosciuta. Per valutare questi cambiamenti, gli spettri di *Asterochloris erici* coltivata, una microalga verde isolata dai licheni, sono stati ottenuti durante il processo di disidratazione e dopo la reidratazione. Quando si analizza la perdita di acqua, un contenuto relativo di acqua del 16% viene raggiunto dopo 180 min in atmosfera di gel di silice, rimanendo stabile fino a 48 h. Con il progredire della disidratazione, le molecole di acqua libera diminuiscono, e le molecole legate a idrogeno aumentano. La forte diminuzione dell'acqua libera a 100 min e l'aumento delle molecole con uno e quattro legami a idrogeno sembra indicare la preparazione per l'anidrobiosi, in accordo con un precedente studio sulla "resurrezione" delle piante. Gli spettri delle microalghe disidratate per 24 ore mostrano un aumento dell'assorbanza di polioli, lipidi saturi e proteine, che sono importanti per mantenere la stabilità delle strutture cellulari. D'altra parte, gli spettri delle microalghe reidratate per 24 h mostrano poche differenze rispetto alle alghe fresche, mentre a 48 h gli spettri appaiono indistinguibili. La modulazione dei polioli, delle proteine, dei lipidi e della struttura molecolare dell'acqua sembra critica nell'anidrobiosi.

Parole chiave: Anidrobiosi, NIRS, phycobiont, metaboloma, poikilohydry.

Ringraziamenti: Grazie alla signora Patricia Alonso e a Nutrilab (RedLabu URJC), per il supporto tecnico e l'uso dello spettrofotometro Perkin Elmer FT-NIR della serie 100N. Questa ricerca è stata finanziata dal Generalitat Valenciana (PROMETEO/2021/005), Spagna.



Session #2: Imaging

Sessione #2: Imaging





Danial Fatchurrahman

Prediction of nutritional quality and the astringency of Black chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) using a Hyperspectral Imaging System in the Visible-NIR and Near-Infrared regions

Danial Fatchurrahman^{1,*}, Mojtaba Nosrati¹, Maria Luisa Amodio¹, Giancarlo Colelli¹

¹Dipartimento di Scienze Agrarie, degli Alimenti e dell'Ambiente,
Universita di Foggia, Via Napoli 25, 71122 Foggia, Italy

*Corresponding author

In recent years, growing attention has been focused on the utilization of plants for the extraction of bioactive compounds for health purposes. Black chokeberry (*Aronia melanocarpa*) represents a less known fruit species that are rich in phytonutrients and is becoming popular for the dietary supplement ingredients in America and some European countries. The consumption of Chokeberry as fresh fruit is, however, limited also to its strong astringency due to the high content of condensed tannins. This study investigated the potential of using spectra obtained from a hyperspectral imaging system for the prediction of the internal composition of Aronia berries with the aim of selecting fruit for nutritional content and astringency level. Four different maturity stages of berries from green to black were used, in order to increase the concentration range of internal constituents. The prediction performances of models obtained in the Visible-Near Infrared (VIS-NIR) (400–1000 nm) and in the Near Infrared (NIR) (900–1700 nm) regions were compared. Analyzed constituents included Vitamin C, total antioxidant, phenols, anthocyanin, soluble solids content (SSC), and condensed tannins, responsible for the astringency. For vitamin C, partial least square regression (PLSR) combined with different data pretreatments resulted in a satisfactory prediction in the NIR region obtaining the R²pred value of 0.83 while total phenol could be predicted in the same region but with a lower performance with R²pred value of 0.64. As for total antioxidant, anthocyanin, SSC, and condensed tannin, Vis-NIR spectra contained higher information allowing R² values in the prediction of 0.82, 0.74, 0.67, and 0.82 respectively. Obtained results are encouraging for the development of an online optical system for the selection and classification of chokeberry fruit.

Keywords: Vitamin C, hyperspectral imaging, astringency, condensed tannin

**Danial Fatchurrahman****Predizione del contenuto nutrizionale e del livello di astringenza di frutti di Aronia (*Aronia melanocarpa* L.) usando un sistema iperspettrale nelle regioni Vis-NIR e NIR**Danial Fatchurrahman^{1,*}, Mojtaba Nosrati¹, Maria Luisa Amodio¹, Giancarlo Colelli¹¹Dipartimento di Scienze Agrarie, degli Alimenti e dell'Ambiente,
Universita di Foggia, Via Napoli 25, 71122 Foggia, Italy

*Corresponding author

L'aronia (*Aronia melanocarpa*) è tutt'oggi un frutto poco noto, ma che è ricco di composti bioattivi tanto da essere utilizzato come ingrediente per diversi integratori alimentari in America e in alcuni paesi europei. Il suo consumo come fresco, oltre che dalla sua scarsa diffusione, è limitato anche dall'alto valore di astringenza dovuto alla presenza di tannini condensati. Questo studio ha valutato la possibilità di usare spettri ottenuti da immagini iperspettrali nel Vis-NIR e NIR per la predizione della composizione interna delle bacche di Aronia al fine di classificare i frutti sia per valore nutrizionale che per livello di astringenza, e poter così supportare le scelte per la sua destinazione d'uso (consumo fresco, trasformazione, estrazione di fitonutrienti). Sono stati utilizzati frutti di quattro stadi di maturazione diversa, dal verde al nero, al fine di ampliare il range di concentrazione dei vari costituenti. Sono state confrontate le prestazioni di previsione dei modelli PLSR ottenuti nelle regioni del VIS-NIR (400-1000 nm) e nel NIR (900-1700 nm). I costituenti analizzati includevano vitamina C, attività antiossidante, fenoli totali, antociani, contenuto di solidi solubili (SSC) e tannini condensati per valutarne l'astringenza, che è stata misurata anche con analisi sensoriali. I modelli per la vitamina C e i fenoli totali sono stati sviluppati usando lo spettro NIR con R² in predizione rispettivamente di 0,83 e di 0,64. Per quanto riguarda l'attività antiossidante totale, gli antociani, i solidi solubili e i tannini condensati invece lo spettro VIS-NIR contiene maggiori informazioni, che hanno consentito di raggiungere livelli di R² rispettivamente di 0,82, 0,74, 0,67 e 0,82. Questi risultati sono molto incoraggianti al fine di poter sviluppare selezionatrici ottiche per la classificazione.

Parole chiave: vitamina C, imaging iperspettrale, astringenza, tannini condensati



Rosalba Calvini

NIR Hyperspectral imaging for on-field detection *Halyomorpha halys*

R. Calvini^{1*}, V. Ferrari¹, L. Maistrello¹, G. Foca¹, A. Ulrici¹

¹Department of Life Sciences, University of Modena and Reggio Emilia, Pad. Besta,
Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italy

*Corresponding author: rosalba.calvini@unimore.it

Field monitoring of insect pests is fundamental in crop management to gain information about their presence and abundance in order to timely adopt proper actions to face the infestation and avoid economical losses. However, for some high-invasive pests of global importance like *Halyomorpha halys*, classical management procedures are ineffective due to high reproductive potential, high mobility and polyphagy (Maistrello et al., 2018). As an improvement for crop field management, spectral cameras mounted on Unmanned Aerial Vehicles (UAVs) and other IoT devices are becoming a promising innovative technology allowing fast, efficient, and real-time monitoring of insect infestations.

The present study has been developed in the frame of the HALY.ID project, which aims at implementing a prototype of a digital platform for monitoring the presence of brown marmorated stink bugs in crop fields. In this case, NIR hyperspectral imaging was used to overcome mimicry of *H. halys* and to identify the spectral wavebands more relevant for bug detection on different vegetal backgrounds.

The hyperspectral images were acquired in the 980-1660 nm range and then subjected to a masking procedure, performed by applying PCA, which permitted to effectively identify the pixel spectra of the bugs and those related to the different backgrounds. Based on these results, a library of reference spectra of *H. halys* bugs and of vegetal backgrounds was selected by Kennard-Stone algorithm and used for classification purposes using Soft Partial Least Squares-Discriminant Analysis (Soft PLS-DA) coupled with sparse based methods for spectral variable selection (Calvini et al., 2018). The classification models allowed to obtain satisfactory results in the detection of *H. halys* on different vegetal backgrounds. The selected spectral regions will be implemented in a multispectral imaging system, which is more suitable for automated on-field monitoring of the presence of *H. halys*.

Keywords: pest management, field monitoring, bug detection, spectral imaging, variable selection, multivariate classification

Acknowledgements: HALY.ID is part of ERA-NET Cofund ICT-AGRI-FOOD, with funding provided by national sources (Ministero delle politiche agricole e forestali, MIPAAF) and co-funding by the European Union's Horizon 2020 research and innovation program, Grant Agreement number 862671.

REFERENCES

- Calvini, R., Orlandi, G., Foca, G., Ulrici, A., 2018. Development of a classification algorithm for efficient handling of multiple classes in sorting systems based on hyperspectral imaging. *Journal of Spectral Imaging*. <https://doi.org/10.1255/jsi.2018.a13>
- Maistrello, L., Dioli, P., Dutto, M., Volani, S., Pasquali, S., Gilioli, G., 2018. Tracking the spread of sneaking aliens by integrating crowdsourcing and spatial modeling: The Italian invasion of *halyomorpha halys*. *BioScience* 68, 979–989. <https://doi.org/10.1093/biosci/biy112>



Rosalba Calvini

Utilizzo dell'imaging iperspettrale nel vicino infrarosso per la rilevazione in campo di *Halyomorpha halys*

R. Calvini^{1*}, V. Ferrari¹, L. Maistrello¹, G. Foca¹, A. Ulrici¹

¹Department of Life Sciences, University of Modena and Reggio Emilia, Pad. Besta,
Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italy

*Corresponding author: rosalba.calvini@unimore.it

Il monitoraggio in campo è fondamentale per la gestione integrata delle avversità, poiché consente di reperire informazioni riguardo la presenza di specie infestanti al fine di adottare azioni tempestive, contenendo danni alle coltivazioni e perdite economiche. Tuttavia, per gli infestanti invasivi come *Halyomorpha halys* (c.d. cimice asiatica), il monitoraggio con le tecniche tradizionali risulta poco efficace a causa dell'alto potenziale riproduttivo, dell'elevata mobilità e della polifagia (Maistrello et al., 2018). Per migliorare la gestione in campo è possibile utilizzare sistemi automatizzati provvisti di camere spettrali, che consentono un monitoraggio rapido, efficiente ed in tempo reale.

Il presente lavoro è stato sviluppato nell'ambito del progetto HALYID (*Halyomorpha hALYs* Identification: Innovative ICT tools for targeted monitoring and sustainable management of the brown marmorated stink bug), volto all'implementazione di una piattaforma digitale per il monitoraggio della cimice asiatica in campo. In questo caso, l'utilizzo dell'imaging iperspettrale nel vicino infrarosso si è reso necessario a causa del mimetismo di *H. halys*.

Sono state acquisite immagini iperspettrali nel range 980-1660 nm di esemplari di *H. halys* su diverse tipologie di sfondi vegetali, e le immagini così acquisite sono state inizialmente elaborate mediante PCA per identificare i pixel relativi ad *H. halys* e ai diversi sfondi. Sulla base di questi risultati è stato selezionato mediante l'algoritmo di Kennard-Stone un dataset di spettri rappresentativi di entrambe le classi, che è stato utilizzato per lo sviluppo di modelli di classificazione atti a discriminare la cimice asiatica dai diversi sfondi. Per la classificazione è stata utilizzata una variante dell'algoritmo Partial Least Squares Discriminant Analysis, Soft PLS-DA, accoppiata a metodi sparse di selezione di variabili per identificare le regioni spettrali maggiormente informative (Calvini et al., 2018). Le lunghezze d'onda così selezionate potranno essere implementate in un sistema di imaging multispettrale, che risulta più veloce ed economico per il monitoraggio automatizzato in campo degli infestanti.

Parole chiave: pest management, monitoraggio in campo, cimice asiatica, imaging iperspettrale, selezione di variabili, classificazione multivariata

Ringraziamenti: Studio elaborato nell'ambito del progetto HALY.ID, ERA-NET Cofund ICT-AGRI-FOOD, finanziato dal Ministero delle politiche agricole e forestali, MIPAAF e co-finanziato dal programma di ricerca e innovazione dell'Unione Europea Horizon 2020, Grant Agreement number 862671.

Riferimenti bibliografici:

Calvini, R., Orlandi, G., Foca, G., Ulrici, A., 2018. Development of a classification algorithm for efficient handling of multiple classes in sorting systems based on hyperspectral imaging. *Journal of Spectral Imaging*. <https://doi.org/10.1255/jsi.2018.a13>

Maistrello, L., Dioli, P., Dutto, M., Volani, S., Pasquali, S., Gilioli, G., 2018. Tracking the spread of sneaking aliens by integrating crowdsourcing and spatial modeling: The Italian invasion of *halyomorpha halys*. *BioScience* 68, 979-989. <https://doi.org/10.1093/biosci/biy112>



Cristina Malegori

Near infrared hyperspectral imaging and multivariate image analysis for microplastics identification and characterisation in aquatic samples

Cristina Malegori^{1*}, Stefania Piarulli^{2,3}, Ferrante Grasselli², Laura Airoidi^{2,4}, Silvia Prati⁵, Rocco Mazzeo⁵, Giorgia Sciutto⁵, Paolo Oliveri¹

¹ DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 - Genova, malegori@difar.unige.it, oliveri@difar.unige.it.

² UO CoNISMa - Department of Biological, Geological and Environmental Sciences and Interdepartmental Research Centre for Environmental Sciences, University of Bologna, Via S. Alberto 163, 48123 - Ravenna, stefania.piarulli2@unibo.it, laura.airoidi@unibo.it.

³ SINTEF Ocean - Department of Klima and Environment, Brattørkaia 17 C, 7010 - Trondheim, Norway, stefania.piarulli2@unibo.it

⁴ Department of Biology, Chioggia Hydrobiological Station Umberto D'Ancona, University of Padova, 30015 - Chioggia, laura.airoidi@unibo.it.

⁵ Department of Chemistry "G. Ciamician", University of Bologna, Via Guaccimanni 42, 48121 - Ravenna, s.prati@unibo.it, rocco.mazzeo@unibo.it, giorgia.sciutto@unibo.it.

*Corresponding author

Microplastic (MP) contamination is a critical environmental challenge with potential consequences on the ecosystems and for human health. For this reason, there is an urgent need for developing reliable methods enabling to monitor the presence of these particles in different environmental compartments and biota, especially in aquatic samples, because the marine environment is demonstrated to be the final sink for MP contamination.

In light of this consideration, the present work proposes near infrared hyperspectral imaging (NIR-HSI) as an analytical method for the identification and characterisation of small MP, down to 50 μm , in aquatic samples.

For testing the proposed strategy, 54 cellulose filters were analysed: 27 samples were prepared by the filtration of the digested soft tissue of individual mussels, while 27 samples were prepared by filtering sea water samples (1 L each). Before filtration, all the 54 samples were artificially contaminated with different MP (polypropylene, polystyrene and polyamide) at 3 levels of addition - high ($\cong 1.5$ mg), medium ($\cong 1$ mg) and low ($\cong 0.5$ mg).

Moreover, 6 samples of sea water and digested soft tissue of mussels without any artificial contaminations were analysed, independently, for validating the analytical strategy.

NIR-HSI images were acquired by a SWIR-3 camera equipped with a 40x20 cm Lab Scanner (Specim Ltd, Finland), recording a short-wave infrared (SWIR) spectrum, in the region between 1000 nm up to 2500 nm, for each pixel of the image.

On the acquired data-cubes, chemical maps of the filters were obtained by calculating the normalised difference image (NDI), a data processing strategy able to enhance spectral differences between the cellulose background of the filter and the polymer of the MP. The combination of NDI with the evaluation of the spectral signature allows the analyst to differentiate between the 3 MP polymers investigated; the outcomes of the present study demonstrated the reliability of NIR-HSI coupled with the NDI, as an automatable and cost and time- effective method, for the identification of MP down to 50 μm on heterogenous sample matrices.

Keywords: Near infrared hyperspectral imaging, microplastics, aquatic samples.



Cristina Malegori

Near infrared hyperspectral imaging and multivariate image analysis for microplastics identification and characterisation in aquatic samples

Cristina Malegori^{1*}, Stefania Piarulli^{2,3}, Ferrante Grasselli², Laura Airoidi^{2,4}, Silvia Prati⁵, Rocco Mazzeo⁵, Giorgia Sciutto⁵, Paolo Oliveri¹

¹ DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 – Genova, malegori@difar.unige.it, oliveri@difar.unige.it.

² UO CoNISMa - Department of Biological, Geological and Environmental Sciences and Interdepartmental Research Centre for Environmental Sciences, University of Bologna, Via S. Alberto 163, 48123 – Ravenna, stefania.piarulli2@unibo.it, laura.airoidi@unibo.it.

³ SINTEF Ocean - Department of Klima and Environment, Brattørkaia 17 C, 7010 - Trondheim, Norway, stefania.piarulli2@unibo.it

⁴ Department of Biology, Chioggia Hydrobiological Station Umberto D'Ancona, University of Padova, 30015 – Chioggia, laura.airoidi@unibo.it.

⁵ Department of Chemistry “G. Ciamician”, University of Bologna, Via Guaccimanni 42, 48121 – Ravenna, s.prati@unibo.it, rocco.mazzeo@unibo.it, giorgia.sciutto@unibo.it.

*Corresponding author

La contaminazione da microplastiche (MP) è una sfida ambientale critica con potenziali conseguenze sugli ecosistemi e per la salute umana. Per questo motivo, è fondamentale sviluppare metodi affidabili che consentano di monitorare la presenza di queste particelle nei diversi comparti ambientali e nel biota, in particolare nei campioni acquatici, perché l'ambiente marino si è dimostrato essere il collettore finale per la contaminazione da MP.

Alla luce di questa considerazione, il presente lavoro propone l'imaging iperspettrale nel vicino infrarosso (NIR-HSI) come metodo analitico per l'identificazione e la caratterizzazione di piccole MP, fino a 50 µm, in campioni acquatici.

Per testare la strategia proposta, sono stati analizzati 54 filtri di cellulosa: 27 campioni sono stati preparati filtrando i tessuti molli digeriti di singoli mitili, mentre 27 campioni sono stati preparati filtrando campioni di acqua di mare (1 L ciascuno). Prima della filtrazione, tutti i 54 campioni sono stati contaminati artificialmente con diverse MP (polipropilene, polistirene e polistirolo) a 3 livelli di contaminazione - alto (1,5 mg), medio (1 mg) e basso (0,5 mg).

Inoltre, sono stati analizzati in modo indipendente 6 campioni di acqua di mare e di tessuti molli digeriti di mitili senza contaminazioni artificiali per convalidare la strategia analitica.

Le immagini NIR-HSI sono state acquisite da una telecamera SWIR-3 dotata di un Lab Scanner da 40x20 cm (Specim Ltd, Finlandia), che registra uno spettro infrarosso (SWIR), nella regione compresa tra 1000 nm e 2500 nm, per ogni pixel dell'immagine.

Sui cubi di dati acquisiti, le mappe chimiche dei filtri sono state ottenute calcolando la normalised difference image (NDI), una strategia di elaborazione dati in grado di migliorare le differenze spettrali tra lo sfondo del filtro e il polimero. La combinazione di NDI con la valutazione della firma spettrale permette all'analista di differenziare tra i 3 polimeri studiati; i risultati del presente studio hanno dimostrato l'affidabilità di NIR-HSI accoppiato con NDI, come un metodo automatizzabile e conveniente in termini di costi e tempo, per l'identificazione di MP fino a 50 µm in matrici eterogenee.

Parole chiave: Imaging iperspettrale nel vicino infrarosso, microplastiche, campioni acquatici.



Maria Luisa Amodi

Potential application of hyperspectral imaging and FT-NIR spectroscopy for discrimination of soilless tomato according to cultivation practices with different level of sustainability

Hassan, Fazayeli, Danial Fatchurrahman, Maria Luisa Amodio*, Giancarlo Colelli

¹Dipartimento di Scienze Agrarie, Alimenti; Risorse Naturali e Ingegneria, Università di Foggia,
Via Napoli 25, 71122 Foggia, Italy

*Corresponding author

This study was aimed to evaluate the suitability of hyperspectral imaging (HSI) and Fourier Transform (FT)-NIR spectroscopy for classifying sustainable-produced tomatoes according to applied cultural practices. Three different cultivation management strategies for water and fertilizer use were applied: i) free drain open cycle cultivation (OPEN); ii) open cycle cultivation with on-demand sensor-based fertigation (SMART); iii) closed cycle cultivation (CLOSED), across two cultivation cycles for two varieties (cv Carminio, for the autumn-winter cycle and cv Mose for the spring-summer cycle). Reflectance spectra were acquired using two HSI spectrographs in Visible-Near Infrared (Vis-NIR) and NIR ranges, and a FT-NIR spectrometer, for about 300 fully ripe tomatoes per variety. For each cycle and variety, a partial least squares discriminant analysis (PLS-DA) was first aimed to discriminate for the management cultivation system and then for water and fertilizers use efficiency (WUE and FUE), having only 2 levels for cycle. The final objective was to propose a general model for discrimination of 3 levels of WUE and FUE, merging the data of the 2 varieties, which was further optimized for the number of variables. Model performance were higher when using FT-NIR and HIS in the Vis-NIR range, but the last one was preferred in term of number of latent variable used. Good performance on external prediction sets were obtained for discriminating tomatoes from three cultural practices (Accuracy = 81%; Specificity = 86%) for each variety. In addition, an excellent performance was reached by classifying tomatoes in two different levels of WUE and FUE with accuracy, specificity and sensitivity higher than 95%. Finally for the general models, based on 3 WUE and FUE levels, over the 2 experiments, only 20 significant wavelengths were selected using Vis-NIR spectra using IPLS variable selection method and a repeated double cross validation (rDCV) technique (50 runs) yielding accuracy and specificity of 89.8% and 91.7%, respectively. Results of this study indicate promising potential of these techniques for the authentication of agricultural crop grown with low inputs, which need further validation across different production environments and years.

Keywords: cultivation practices, water use efficiency, VIS-NIR, fertilizer

This studied has been funded by the Italian Ministry for Education and Research, PRIN 2017, Project SUS&LOW - Sustaining low-impact practices in horticulture through non-destructive approach to provide more information on fresh produce history & quality” 2019. Duration: 3 years.



Maria Luisa Amodo

Potenziale applicazione dell'imaging iperspettrale e della spettroscopia FT-NIR per la discriminazione del pomodoro fuori suolo in base alle pratiche colturali con diverso livello di sostenibilità

Hassan, Fazayeli, Danial Fatchurrahman, Maria Luisa Amodio*, Giancarlo Colelli

¹ Dipartimento di Scienze Agrarie, Alimenti, Risorse Naturali e Ingegneria, Università di Foggia,
Via Napoli 25, 71122 Foggia, Italy

*Corresponding author

Obiettivo di questo lavoro è stato valutare le potenzialità di due tecniche ottiche quali l'imaging iperspettrale (HSI) e la spettroscopia NIR a trasformata di Fourier (FT)-NIR per classificare pomodori prodotti con diverse pratiche colturali aventi il fine di ottimizzare l'uso di acqua e fertilizzanti. Sono state applicate tre diverse strategie di gestione colturale: i) coltivazione a ciclo aperto a drenaggio libero (OPEN); ii) coltivazione a ciclo aperto con fertirrigazione a sensore (SMART); iii) coltivazione a ciclo chiuso (CLOSED), su due cicli colturali per due varietà (cv Carminio, per il ciclo autunno-inverno e cv Mose per il ciclo primavera-estate). Gli spettri di riflettanza sono stati acquisiti utilizzando due spettrografi HSI nelle gamme Vis-NIR e NIR e uno spettrometro FT-NIR, per circa 300 pomodori completamente maturi per varietà. Per ogni ciclo e varietà, è stata effettuata prima una analisi discriminante (PLS-DA) per il sistema di gestione della coltivazione e poi per l'efficienza di utilizzo di acqua e fertilizzanti (WUE e FUE), avendo solo 2 livelli per ciclo. L'obiettivo finale è stato invece quello di proporre un modello generale con ridotto numero di variabili, per la discriminazione di 3 livelli di WUE e FUE, unendo i dati delle 2 prove. I migliori risultati sono stati ottenuti con gli spettri FT-NIR e con l'iperspettrale nel range Vis-NIR, che sono da preferirsi per il ridotto uso di latenti variabili. I risultati hanno mostrato buona capacità di discriminare i 3 sistemi colturali (Sensibilità= 81%; Specificità = 86%) per ciascuna varietà, mentre è stata raggiunta un'ottima performance classificando i pomodori in due diversi livelli di WUE e FUE con accuratezza, specificità e sensibilità superiori al 95%. Infine, per i modelli generali basati su 3 livelli WUE e FUE nei 2 esperimenti, sono state selezionate solo 20 lunghezze d'onda a partire dagli spettri Vis-NIR, utilizzando il metodo di selezione delle variabili IPLS e una tecnica di cross validation ripetuta (rDCV) (50 prove), ottenendo un'accuratezza e una specificità dell'89,8% e 91,7%, rispettivamente. I risultati di questo studio indicano il promettente potenziale di queste tecniche per l'autenticazione di colture agricole coltivate con basso livello di input, stimolando future ricerche per la validazione dei modelli in diversi ambienti di produzione e anni.

Parole chiave: Sistema di coltivazione, efficienza di utilizzo acqua, azoto, VIS-NIR

Finanziato a valere sui fondi PRIN 2017, del Ministero Università e Ricerca. Progetto: SUS&LOW - Sustaining low-impact practices in horticulture through non-destructive approach to provide more information on fresh produce history & quality” 2019. Durata: 3 anni.



Session #3: Pharmaceutical

Sessione #3: Farmaceutico





Keynote #2: Jean-Michel Roger

Increasing the robustness of chemometric models by calibration transfer, orthogonal projections, domain adaptations

Jean-Michel Roger obtained a PhD in Automatic and AI in 1995. He then specialized in chemometrics and focused his research on the problem of robustness of NIR calibration. To this end, he participated in many research projects dedicated to online NIR sensors. In the 2000s, he participated in the development of a family of methods, based on orthogonal projections, to make calibration models insensitive to spectral perturbations. He is still working on these problems and is interested, among other things, in domain adaptation methods. In 2016, he received the Tomas Hirschfeld Award from ICNIRS, for his work in chemometrics devoted to NIRS. Also in 2016, he received the French Applied Research Award, for his involvement in the development of waste sorting machines. In 2017, he created ChemHouse, a research group in chemometrics, forge of the ChemFlow software and source of many international collaborations.

Lecture: Increasing the robustness of chemometric models by calibration transfer, orthogonal projections, domain adaptation

Because they rely on indirect measurements, spectrometry-based sensors require the use of a calibration model. Typically, this model is performed on a sample basis that is representative of variations in the variable of interest. However, the use of these sensors can subject this model to robustness problems. These robustness problems are due to the variation of external factors, such as temperature, chemical composition or changes on the spectrometer. A strategy for dealing with robustness problems will be presented, depending on the availability of knowledge about the influencing factors. An overview of correction methods will be presented. A focus will then be made on robust modeling methods, in particular on methods using orthogonal projections and domain adaptation.



Remo Simonetti

The central role of NIR spectroscopy in the oral solid dosage Real Time Release testing

Remo Simonetti^{1*}, George Oze², Sarah Nielsen³

¹ Advanced Technology Center of Excellence, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, Via C. Janssen 1, 04100 Latina (Italy), rsimonet@its.jnj.com

² Advanced Technology Center of Excellence, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, 1125 Trenton-Harbourton Road Titusville NJ 08560 United States, goze@its.jnj.com

³ Global Technical Operations, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, 1125 Trenton-Harbourton Road Titusville NJ 08560 United States, snielse1@its.jnj.com

Over the past few years, the role of the NIR spectroscopy into drug product release testing has become crucial. The NIRs analysis performed on core and coated tablets to evaluate assay and API content uniformity substituted the classical chromatographic technique. Furthermore, NIR spectroscopy outcomes are used also as input for the development of surrogate models predicting tablet dissolution profile.

These applications in addition with the “sunsetting” of some specific tests lead into a significant testing time reduction allowing faster and in quality product release on the market.

This presentation will elucidate the main steps of the first Janssen Real Time Release testing application on batch manufacturing production. Starting from the multivariate evaluations behind the eligibility of the application of this alternative release strategy, a specific focus on the use of the NIR spectroscopy will be provided including model maintenance strategy.

Keywords: Real Time Release testing, Dissolution surrogate model, Health Check



Remo Simonetti

Il ruolo centrale della spettroscopia NIR nel test di Real Time Release di dosaggio solido orale

Remo Simonetti^{1*}, George Oze², Sarah Nielsen³

¹ Advanced Technology Center of Excellence, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, Via C. Janssen 1, 04100 Latina (Italy), rsimonet@its.jnj.com

² Advanced Technology Center of Excellence, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, 1125 Trenton-Harbourton Road Titusville NJ 08560 United States, goze@its.jnj.com

³ Global Technical Operations, The Janssen Pharmaceutical Companies of Johnson & Johnson, 1125 Trenton-Harbourton Road Titusville NJ 08560 United States, snielse1@its.jnj.com

Over the past few years, the role of the NIR spectroscopy into drug product release testing has become crucial. The NIRs analysis performed on core and coated tablets to evaluate assay and API content uniformity substituted the classical chromatographic technique. Furthermore, NIR spectroscopy outcomes are used also as input for the development of surrogate models predicting tablet dissolution profile.

These applications in addition with the “sunsetting” of some specific tests lead into a significant testing time reduction allowing faster and in quality product release on the market.

This presentation will elucidate the main steps of the first Janssen Real Time Release testing application on batch manufacturing production. Starting from the multivariate evaluations behind the eligibility of the application of this alternative release strategy, a specific focus on the use of the NIR spectroscopy will be provided including model maintenance strategy.

Parole chiave: Real Time Release testing, Dissolution surrogate model, Health Check



Monica Casale

A moving-block-PCA based approach for real time monitoring of a powder blending process using a miniaturized near infrared sensor

Cristina Malegori¹, Paolo Oliveri¹, Vanina Borghi², Diana Carolina Angel², Paola Melli²,
Eleonora Mustorgi¹, Monica Casale^{1*},³

¹ DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 – Genova, malegori@difar.unige.it, oliveri@difar.unige.it, mustorgi@difar.unige.it, casale@difar.unige.it

² Medi Nova s.a.s., Via Beethoven 2/A - 42122 Reggio Emilia, vaninaborghi@medi-nova.it, dianaangel@medi-nova.it, paolamelli@medi-nova.it.

*Corresponding author

Semen extenders (SE) are zootechnical products added to animal semen as diluent and preservative before artificial insemination procedures. A key-step of SE production is the blending phase; the definition of the process endpoint is, usually, done according to a specific blending duration, decided on experience bases.

Aim of the present work is the development of a strategy for the monitoring of the blending phase in a continuous and non-destructive way, determining a specific process endpoint for every single batch, in a quality by design (QbD) view.

In order to reach the aim, a MicroNIR PAT-U sensor (Viavi Solutions), working in the spectral range between 900 and 1700 nm, was directly clamped on the blender, enabling the acquisition of a spectrum every 4 s, through a sapphire window during the whole process. Before the implementation of the NIR sensor, the endpoint of SE blending was set at 20 min. Spectra were acquired for 20 batches of SE, used as calibration set, and the strategy was validated on other 6 independent batches.

On the collected signals, a proper data pretreatment was performed and then, standard deviation spectra were calculated applying a moving-block strategy. After a proper mean-centering, principal component analysis (PCA) was applied on the calibration batches, and the validation batches were projected into the space defined by the two lowest-order principal components. The influence plot (Hotelling's T² vs. Q residuals) and its statistical boundaries at a 95% confidence level were implemented as a multivariate control chart, for the monitoring of the behavior of new batches in the orthogonal space defined by PCA. The endpoint criterion was defined after acceptance of 15 consecutive spectra accepted by the multivariate control chart. Thanks to the present approach, the average time of the process was reduced to 5 min.

The whole strategy was implemented in a dedicated software, called NIRNova, developed in house with Matlab App Designer. Thanks to NIRNova, the production of SE is now monitored continuously in a non-destructive way, with a definition of the process endpoint for every single batch. Uniformity tests demonstrated that, despite the significantly time reduction, the final product is properly mixed.

Keywords: miniaturized NIR, blending phase, process endpoint, moving-block-PCA.



Monica Casale

Un approccio basato su moving-block-PCA per il monitoraggio real time della miscelazione di polveri utilizzando la spettroscopia NIR miniaturizzata

Cristina Malegori¹, Paolo Oliveri¹, Vanina Borghi², Diana Carolina Angel², Paola Melli², Eleonora Mustorgi¹, Monica Casale^{1*}

¹ DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 - Genova, malegori@difar.unige.it, oliveri@difar.unige.it, mustorgi@difar.unige.it, casale@difar.unige.it

² Medi Nova s.a.s., Via Beethoven 2/A - 42122 Reggio Emilia, vaninaborghi@medi-nova.it, dianaangel@medi-nova.it, paolamelli@medi-nova.it.

*Corresponding author

Gli estensori dello sperma (SE) sono prodotti zootecnici aggiunti allo sperma animale come diluente e conservante prima delle procedure di inseminazione artificiale. Una fase chiave della produzione di SE è la fase di miscelazione; la definizione dell'endpoint del processo è, di solito, fatta sulla base della durata della miscelazione specifica, decisa in base all'esperienza.

Scopo del presente lavoro è lo sviluppo di una strategia per il monitoraggio della fase di miscelazione in modo continuo e non distruttivo, determinando un endpoint di processo specifico per ogni singolo lotto, in una prospettiva di quality by design (QbD).

Per raggiungere l'obiettivo, un sensore MicroNIR PAT-U (Viavi Solutions), operante nel range spettrale compreso tra 900 e 1700 nm, è stato direttamente fissato al miscelatore, consentendo l'acquisizione di uno spettro ogni 4 s, attraverso una finestra di zaffiro durante l'intero processo. Prima dell'implementazione del sensore NIR, l'endpoint della miscelazione era fissato a 20 min. Gli spettri sono stati acquisiti per 20 lotti di SE, utilizzati come set di calibrazione, e la strategia è stata convalidata su altri 6 lotti indipendenti.

Sui segnali raccolti, è stato eseguito un corretto pretrattamento dei dati e quindi, sono stati calcolati gli spettri di deviazione standard applicando una strategia moving-block. Dopo centraggio dei dati, l'analisi delle componenti principali (PCA) è stata applicata sui lotti di calibrazione e i lotti di convalida sono stati proiettati nello spazio definito dai due componenti principali di più basso ordine. L'influence plot (T2 di Hotelling vs. Q residuals) e i suoi confini statistici a un livello di confidenza del 95% sono stati implementati come una carta di controllo multivariata, per il monitoraggio del comportamento dei nuovi lotti nello spazio ortogonale definito dalla PCA. Il criterio dell'endpoint è stato definito dopo l'accettazione di 15 spettri consecutivi accettati dalla carta di controllo multivariata. Grazie all'approccio attuale, il tempo medio del processo è stato ridotto a 5 min.

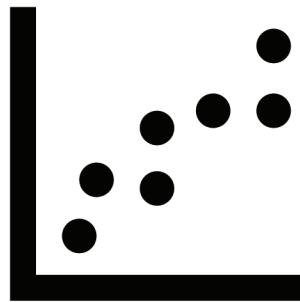
L'intera strategia è stata implementata in un software dedicato, chiamato NIRNova, sviluppato internamente con Matlab App Designer. Grazie a NIRNova, la produzione di SE viene ora monitorata in modo non distruttivo, con una definizione dell'endpoint di processo per ogni singolo lotto. I test di uniformità hanno dimostrato che, nonostante la notevole riduzione dei tempi, il prodotto finale è correttamente miscelato.

Parole chiave: NIR miniaturizzato, fase di miscelazione, endpoint di processo, moving-block-PCA.



Session #4: PAT & chemiometrics

Sessione #4: PAT & chemiometria





Eleonora Mustorgi

Multivariate qualitative approaches for on-line monitoring of a mixing process using a miniaturized NIR probe

Eleonora Mustorgi^{1,*}, Emiliano Genorini¹

¹AViavi Solutions, Via Enrico Cernuschi 8, 20900, Monza, Italy

² DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 - Genova

*Eleonora Mustorgi

In the present work, the blending process of the solid fraction of a commercial energy drink has been monitored thorough the implementation of a miniaturized near infrared (NIR) device coupled with multivariate process monitoring. A critical step in energy drink production is the blending phase, in which the ingredients are mixed together until the endpoint of the process is reached, so when the product can be considered as homogeneous as possible. The definition of the process endpoint is, usually, done according to a specific blending duration, decided on experience bases – an approach that doesn't take into account any modification occurring during the process itself. The main goal of the present work was the development of a multivariate strategy for the real-time monitoring and verification of the blending phase in a continuous and non-destructive way, determining a specific process endpoint for every single batch, in a quality by design (QbD) view.

In order to reach the aim, a MicroNIR PAT-W sensor (Viavi Solutions), working in the spectral range between 900 and 1700 nm, has been directly setup on a laboratory-scale blender, enabling the acquisition of a spectrum every 4 s, through a sapphire window during the whole process. The spectral information provided by a portable device has been modelled with three different chemometric strategies for the qualitative blend endpoint determination: Principal Component Analysis (PCA), Moving Block Methods (MBM) and Multivariate Curve Resolution (MCR). The outcomes obtained for seven independent batches have been critically commented highlighting the pros and cons of each strategy.

Keywords: Process monitoring, PAT tool, NIR portable device, Chemometrics

REFERENCES

Blanco, M., Cueva-Mestanza, R., & Cruz, J. (2012). Critical evaluation of methods for end-point determination in pharmaceutical blending processes. *Analytical Methods*, 4(9), 2694-2703.

Igne, B., de Juan, A., Jaumot, J., Lallemand, J., Preys, S., Drennen, J. K., & Anderson, C. A. (2014). Modeling strategies for pharmaceutical blend monitoring and end-point determination by near-infrared spectroscopy. *International journal of pharmaceutics*, 473(1-2), 219-231.



Eleonora Mustorgi

Approcci multivariati esplorativi per il monitoraggio on-line del processo di miscelazione utilizzando una sonda NIR miniaturizzata

Eleonora Mustorgi^{1,*}, Emiliano Genorini¹

¹ AViavi Solutions, Via Enrico Cernuschi 8, 20900, Monza, Italy

² DIFAR - Department of Pharmacy, University of Genova, Viale Cembrano 4, 16148 - Genova

*Eleonora Mustorgi

In questo lavoro si propone una strategia per il monitoraggio online del processo di miscelazione della frazione solida di una bevanda energetica commerciale attraverso l'implementazione di una sonda NIR miniaturizzata (MicroNIR) e dell'applicazione di tecniche di analisi multivariata. Un passaggio critico nella produzione di bevande energetiche è la fase di blending, in cui gli ingredienti vengono miscelati tra loro fino al raggiungimento dell'endpoint, ossia il momento in cui il sistema diventa stabile e la formulazione risulta essere omogenea. Per definire il punto finale della miscelazione si fa tradizionalmente riferimento all'esperienza preimpostando la durata del processo senza operare un vero e proprio controllo in tempo reale. L'obiettivo principale del presente lavoro è stato quindi, lo sviluppo di una strategia multivariata per il monitoraggio e la verifica in tempo reale della fase di miscelazione in modo continuo e non distruttivo, determinando un endpoint di processo specifico per ogni singolo lotto, in un'ottica di quality by design (QbD).

In questa applicazione, un sensore MicroNIR PAT-W (Soluzioni Viavi), operante nell'intervallo spettrale compreso tra 900 e 1700 nm, è stato implementato direttamente su un blender pilota, consentendo l'acquisizione di uno spettro ogni 4 s, attraverso una finestra di zaffiro durante l'intero processo. Le informazioni spettrali fornite dalla sonda NIR sono state modellate con tre diverse strategie chemiometriche per la determinazione qualitativa dell'endpoint della miscela: analisi delle componenti principali (PCA), metodi Moving Block (MBM) e Multivariate Curve Resolution (MCR). I risultati ottenuti per i sette lotti indipendenti considerati sono stati commentati in modo critico evidenziando i pro e i contro di ciascuna strategia chemiometrica.

Parole chiave: Monitoraggio di Processo, PAT (Tecnologie analitiche di processo), NIR portatile, Chemiometria

Riferimenti bibliografici:

Blanco, M., Cueva-Mestanza, R., & Cruz, J. (2012). Critical evaluation of methods for end-point determination in pharmaceutical blending processes. *Analytical Methods*, 4(9), 2694-2703.

Igne, B., de Juan, A., Jaumot, J., Lallemand, J., Preys, S., Drennen, J. K., & Anderson, C. A. (2014). Modeling strategies for pharmaceutical blend monitoring and end-point determination by near-infrared spectroscopy. *International journal of pharmaceutics*, 473(1-2), 219-231.



Lorenzo Strani

On-line prediction of ABS quality parameters fusing NIR and process sensors data using different multiblock approaches

Lorenzo Strani¹, Raffaele Vitale², Daniele Tanzilli¹, Francesco Bonacini³, Andrea Perolo³, Angelo Ferrando³, Erik Mantovani³ and Marina Cocchi¹

¹ Department of Chemical and Geological Sciences, University of Modena and Reggio Emilia, Modena, Italy

² Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), Laboratoire de Spectroscopie pour les Interactions, la Réactivité et l'Environnement (LASIRE), University of Lille, Lille, France

³ Versalis S. p. A., Mantova, Italy

*Corresponding author

One of the key issues in petrochemical industry is the high amount of time-consuming laboratory (off-line) analyses performed every day. However, these analyses are crucial for the control of the final product quality over time and for the detection of possible plant faults. In this context, to reduce operators' effort and chemical wastes and to perform a quick detection of deviations from normal operation conditions, models able to predict in real time the quality parameters of the final products are needed. The main objective of the current study was to apply different multiblock regression approaches, fusing NIR and process sensors data, to compute real time monitoring models for the prediction of two Acrylonitrile-Butadiene-Styrene (ABS) properties. Along the ABS production plant, operating in continuous, four NIR probes were installed on-line in the key areas of the process, in addition to standard process sensors. The data coming from these two types of sensors were arranged in different blocks, one for each area of the process, and fused in a single dataset. Both Multiblock-PLS (MB-PLS) and Response-Oriented Sequential Alternation (ROSA) (Liland et al., 2016) methods were explored to evaluate which were the most important sensors and plant areas for the prediction of the two quality parameters. Multiple prediction models were computed considering data acquired by sensors present in different process areas. Good prediction performance was obtained by means of both multiblock methods that allowed to identifying the most relevant blocks of data for the prediction of ABS quality. Furthermore, prediction yielded by errors models constructed without involving data blocks belonging to the final stage of the process were comparable to those obtained considering all the available data blocks. Hence, a good real time estimation of the ABS quality can be achieved before the product is completed, drastically reducing the off-line laboratory analysis.

Keywords: polymer quality prediction; low-level data fusion; multiblock-partial least squares, (MB-PLS); response-oriented sequential alternation (ROSA); multivariate statistical process control; real-time monitoring.

REFERENCES

Liland, K.H., Næs, T., Indahl, U.G., 2016. ROSA—A fast extension of partial least squares regression for multiblock data analysis. *J. Chemom.*, 30, 651–662.



Lorenzo Strani

Predizione on-line di parametri di qualità dell'ABS tramite fusione di spettri NIR e dati di processo mediante differenti approcci multiblocco

Lorenzo Strani¹, Raffaele Vitale², Daniele Tanzilli¹, Francesco Bonacini³, Andrea Perolo³, Angelo Ferrando³, Erik Mantovani³ and Marina Cocchi¹

¹Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche, Università degli studi di Modena e Reggio Emilia, Modena, Italia

² Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), Laboratoire de Spectroscopie pour les Interactions, la Réactivité et l'Environnement (LASIRE), Université de Lille, Lille, Francia

³ Versalis S. p. A., Mantova, Italia

*Corresponding author

Uno dei maggiori problemi nell'industria petrolchimica è l'elevata quantità di analisi di laboratorio eseguite ogni giorno. Tuttavia, queste analisi sono fondamentali per il controllo della qualità del prodotto finito e per la rilevazione di eventuali guasti dell'impianto. Per ridurre gli sprechi ed il carico di lavoro degli operatori, e per effettuare una rapida rilevazione degli scostamenti dalle condizioni operative standard, sono necessari modelli in grado di prevedere in tempo reale la qualità dei prodotti. L'obiettivo del presente lavoro è l'applicazione di diversi approcci di regressione multiblocco a spettri NIR e dati di sensori di processo per calcolare modelli di monitoraggio per la predizione in tempo reale di due proprietà del polimero acrilonitrile-butadiene-stirene (ABS). Lungo l'impianto produttivo dell'ABS, che opera in continuo, sono state installate on-line quattro sonde NIR nelle aree chiave del processo, oltre ai sensori di processo standard. Queste due tipologie di dati sono state organizzate in blocchi diversi, uno per ciascuna area del processo, e fusi in un unico set di dati. I metodi Multiblock-PLS (MB-PLS) e Response-Oriented Sequential Alternation (ROSA) (Liland et al., 2016) sono stati esplorati per valutare quali fossero i sensori e le aree d'impianto più importanti per la predizione dei parametri di qualità. Sono stati calcolati diversi modelli predittivi considerando i dati acquisiti dai sensori presenti in diverse aree di processo. Sono state ottenute buone prestazioni in predizione mediante entrambi i metodi che hanno consentito di identificare i blocchi di dati più rilevanti per la predizione della qualità dell'ABS. Inoltre, gli errori di predizione ottenuti da modelli costruiti senza considerare i blocchi appartenenti alla fase finale del processo sono paragonabili a quelli ottenuti considerando tutti i blocchi disponibili. È quindi possibile ottenere una buona stima in tempo reale della qualità dell'ABS prima del completamento del prodotto, riducendo drasticamente il numero di analisi di laboratorio.

Parole chiave: predizione della qualità dei polimeri; low-level data fusion; multiblock-partial least squares, (MB-PLS); response-oriented sequential alternation (ROSA); controllo statistico multivariato di processo; monitoraggio in tempo reale.

Riferimenti bibliografici:

Liland, K.H., Næs, T., Indahl, U.G., 2016. ROSA—A fast extension of partial least squares regression for multiblock data analysis. *J. Chemom.*, 30, 651–662.

**Federico Marini****Strategies for non-linear modelling of NIR data**Ruggero Guerrini¹, Alessandra Biancolillo², Federico Marini¹¹Dept. Chemistry, University of Rome La Sapienza, Rome, Italy² Dept. of Physical and Chemical Sciences, University of L'Aquila, Coppito, Italy

*Corresponding author (federico.marini@uniroma1.it)

The growth of modern high-throughput instrumentation, which makes available the relatively rapid characterization of samples by often multiplatform and/or multidimensional approaches, results in data that, if not always “big”, anyway have a high extent of granularity, with different degrees of similarity and a general inhomogeneity due to many sources of variation, other than those of interest. As a consequence, linear approaches often result inadequate both for regression and classification problems. A possible and obvious solution is to resort to non-linear modelling strategies, possibly where the degree of non-linearity can be tuned depending on the specific characteristics of the data set and kernel-based models, such as SVM or kernel-PLS(-DA) (Rosipal, 2003) are often used for such purpose. On the other hand, local approaches (Centner and Massart, 1998), which build opportunistic models based only of a subset of instances being most similar to the sample(s) to be predicted, represent a valid tool to achieve high accuracy and to take into account the stratification of the data set. However, traditional approaches to local modeling, although having been already used successfully in various domains, have some drawbacks, such a not always clear validation strategy, the lack of specific interpretation tools, their suboptimal performances in the presence of highly irregular distributions and their being almost always limited to single data matrices.

In the present communication, different strategies for dealing with non-linearities or different degrees of heterogeneities for modelling spectroscopic data will be discussed. In particular, new approaches to local modeling will be presented, which try to address some of the limitations mentioned above, and that can be generalized to the cases when the collected data have a multiway or multi-block structures.

Keywords: non-linear modeling, local regression, kernel partial least squares regression (KPLS), kernel partial least squares discriminant analysis (KPLS-DA), dissimilarity PLS

REFERENCES

Centner, V, Massart D.L., 1998. Optimization in locally weighted regression. *Anal. Chem.* 70, 4206-11. Rosipal, R. 2003. Kernel Partial Least Squares for Nonlinear Regression and Discrimination. *Neural Network World*, 13, 291-300.

**Federico Marini****Strategies for il modellazione non-lineare di dati NIR**Ruggero Guerrini¹, Alessandra Biancolillo², Federico Marini¹¹Dept. Chemistry, University of Rome La Sapienza, Rome, Italy² Dept. of Physical and Chemical Sciences, University of L'Aquila, Coppito, Italy

*Corresponding author (federico.marini@uniroma1.it)

Lo sviluppo della moderna strumentazione high-throughput, che rende possibile la caratterizzazione relativamente rapida dei campioni mediante approcci spesso multiplatforma e/o multidimensionali, si traduce in dati che, se non sempre “big”, hanno comunque un’elevata granularità, con gradi differenti di somiglianza e una generale disomogeneità dovuta a molte fonti di variazione, oltre a quelle di interesse. Di conseguenza, gli approcci lineari risultano spesso inadeguati sia per problemi di regressione che di classificazione. Una possibile e ovvia soluzione è ricorrere a strategie di modellazione non lineare, possibilmente in cui il grado di non linearità possa essere regolato a seconda delle caratteristiche specifiche del set di dati e dei modelli basati sul kernel, come SVM o kernel-PLS(-DA) (Rosipal, 2003) sono spesso utilizzati per tale scopo. D’altra parte, gli approcci locali (Centner e Massart, 1998), che costruiscono modelli opportunistici basati solo su un sottoinsieme di istanze più simili al/ai campione/i da prevedere, rappresentano un valido strumento per ottenere un’elevata accuratezza e per tenere conto della stratificazione del set di dati. Tuttavia, gli approcci tradizionali alla modellazione locale, pur essendo già stati utilizzati con successo in vari domini, presentano alcuni inconvenienti, come una strategia di validazione non sempre chiara, la mancanza di strumenti interpretativi specifici, le loro prestazioni subottimali in presenza di distribuzioni altamente irregolari e il loro essere quasi sempre limitato a singole matrici di dati.

Nella presente comunicazione verranno discusse diverse strategie per trattare le non linearità o diversi gradi di eterogeneità per la modellazione dei dati spettroscopici. In particolare verranno presentati nuovi approcci alla modellazione locale, che cercano di affrontare alcune delle limitazioni sopra menzionate, e che possono essere generalizzati ai casi in cui i dati raccolti hanno una struttura multi-way o multi-block.

Parole chiave: modellazione non-lineare, regression locale, kernel partial least squares regression (KPLS), kernel partial least squares discriminant analysis (KPLS-DA), dissimilarity PLS

Riferimenti bibliografici:

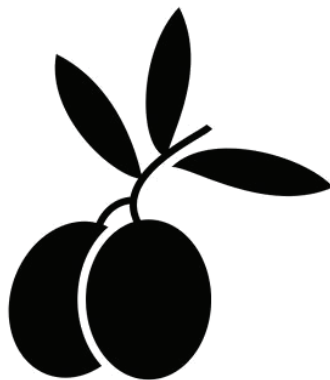
Centner, V, Massart D.L., 1998. Optimization in locally weighted regression. *Anal. Chem.* 70, 4206-11.

Rosipal, R. 2003. Kernel Partial Least Squares for Nonlinear Regression and Discrimination. *Neural Network World*, 13, 291-300.



Session #5: Food part 1

Sessione #5: Alimenti - prima parte





Alessandro Giraudo

3-2-1: Three NIR instruments, two fish species, one chemometric approach

A. Giraudo^{1*}, N. Cavallini¹, F. Pennisi², G. Esposito², M. Pezzolato², F. Geobaldo¹, F. Sa-vorani¹, E. Bozzetta²

¹Department of Applied Science and Technology, Polytechnic of Turin, Corso Duca degli Abruzzi, 24, 10129, Turin, Italy

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

*Corresponding author (alessandro.giraudo@polito.it)

Fish identification on the market can be very challenging for both consumers and experienced inspectors in the cases of fish sold as fillets (Acutis et al., 2019). In this field, reference, and gold standard analyses to identify animal species generally require rather long processing times, but quick decision-making is fundamental in preventing and counteracting frauds (Grassi et al., 2018).

This study investigated the performance of NIR spectroscopy as a fast and non-destructive method to distinguish between two very similar flatfish species, namely the Guinean sole (*Synaptura cadenati*) and European plaice (*Pleuronectes platessa*). Fifty fillets of each species were analysed using three near-infrared (NIR) instruments: the handheld SCiO (by Consumer Physics) and MicroNIR (by VIAVI), and the benchtop MPA (by Bruker). All the collected spectra were processed by applying the same chemometric approach, i.e., pre-processed and used to build PLS-DA classification models, whose performances were evaluated and compared. All the three instruments provided very good results, showing high accuracy: both SCiO and MicroNIR reached 94.1 % accuracy, while MPA spectrometer reached 90.1 %. Moreover, a thorough interpretation of actual chemical signals, as recorded by the three NIR instruments, was provided. The good results in classification obtained by combining NIR spectroscopy and simple chemometric modelling techniques suggest a direct applicability of the method, also using cheap portable instruments, both in the context of real-world marketplaces and in official control plans.

Keywords: food frauds, Guinean sole, European plaice, NIR spectroscopy, chemometrics

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

REFERENCES

- Acutis, P.L., Cambiotti, V., Riina, M.V., Meistro, S., Maurella, C., Massaro, M., Stacchini, P., Gili, S., Malandra, R., Pezzolato, M., Caramelli, M., Bozzetta, E., 2019. Detection of fish species substitution frauds in Italy: A targeted National Monitoring Plan. *Food Control* 101, 151-155. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2019.02.020>
- Grassi, S., Casiraghi, E., Alamprese, C., 2018. Handheld NIR device: A non-targeted approach to assess authenticity of fish fillets and patties. *Food Chem.* 243, 382-388. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.09.145>



Alessandro Giraudo

3-2-1: Tre strumenti NIR, due specie di pesce, un approccio chemiometrico

A. Giraudo^{1*}, N. Cavallini¹, F. Pennisi², G. Esposito², M. Pezzolato², F. Geobaldo¹, F. Sa-vorani¹, E. Bozzetta²

¹Dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia, Politecnico di Torino,
Corso Duca degli Abruzzi, 24, 10129, Torino, Italia

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

*Corresponding author (alessandro.giraud@polito.it)

L'identificazione del pesce presente sul mercato può risultare molto complessa, sia per il consumatore sia per valutatori esperti, nel caso in cui il pesce venga venduto a filetti (Acutis et al., 2019). In questo contesto, le analisi di riferimento e gli standard volti all'identificazione delle specie solitamente richiedono tempistiche piuttosto lunghe, ma la rapidità di intervento decisionale è fondamentale nella prevenzione e nel contrasto delle frodi (Grassi et al., 2018). Questo studio ha indagato le prestazioni della spettroscopia NIR come metodo rapido e non distruttivo per differenziare tra due specie di filetti di pesce molto simili, ossia la sogliola della Guinea (*Synaptura cadenati*) e la platessa europea (*Pleuronectes platessa*). Cinquanta filetti di ciascuna specie sono stati analizzati utilizzando tre strumenti nel vicino infrarosso (NIR): il palmare SCiO (Consumer Physics), il portatile MicroNIR (VIAMI) e quello da banco MPA (Bruker). Tutti gli spettri acquisiti sono stati elaborati utilizzando il medesimo approccio chemiometrico, ossia pretrattati ed impiegati per l'implementazione di modelli di classificazione PLS-DA, le cui prestazioni sono state valutate e confrontate. Tutti e tre gli strumenti hanno fornito risultati molto buoni, mostrando un'elevata accuratezza: sia lo SCiO sia il MicroNIR hanno raggiunto il 94,1% di accuratezza, mentre lo spettrometro MPA ha raggiunto il 90,1%. Inoltre, è stata fornita un'interpretazione approfondita dei segnali chimici effettivi ottenuti dai tre strumenti NIR. I buoni risultati in classificazione ottenuti combinando la spettroscopia NIR e semplici tecniche di modellazione chemiometrica suggeriscono un'applicabilità diretta del metodo, anche tramite dispositivi portatili economici, sia in ambito commerciale, sia nei piani di controllo ufficiali.

Parole chiave: frodi alimentari, sogliola della Guinea, platessa europea, spettroscopia NIR, chemiometria

Ringraziamenti: lo studio è stato condotto col supporto del Ministero Italiano della Salute, borsa nr. IZSPLV 02-18 - RC.

Riferimenti bibliografici:

Acutis, P.L., Cambiotti, V., Riina, M.V., Meistro, S., Maurella, C., Massaro, M., Stacchini, P., Gili, S., Malandra, R., Pezzolato, M., Caramelli, M., Bozzetta, E., 2019. Detection of fish species substitution frauds in Italy: A targeted National Monitoring Plan. *Food Control* 101, 151-155. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2019.02.020>

Grassi, S., Casiraghi, E., Alamprese, C., 2018. Handheld NIR device: A non-targeted approach to assess authenticity of fish fillets and patties. *Food Chem.* 243, 382-388. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.09.145>



Marco Bragolusi

Combination of NIR spectroscopy and LASSO modelling for black pep-per authentication: development of the method, exploration of validation strategies and build-up of a user-friendly online application for large-scale screening

Marco Bragolusi^{1*}, Andrea Massaro¹, Alessandra Tata¹, Stephane Lefevre², Jean-Louis Lafeuille³, Aline Fregiere Salomon², Carmela Zacometti¹, Giuseppe Sammarco⁴, Ingrid Fiordaliso Candalino⁵, Michele Suman⁴, Roberto Piro¹

¹Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Venezie, Laboratorio di Chimica Sperimentale Viale Fiume, 78, Vicenza Italy

² Food Integrity Laboratory, Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., 999 avenue des Marchés, 84200 Carpentras, France

³ Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., 999 avenue des Marchés, 84200 Carpentras, France

⁴ Advanced Laboratory Research, Barilla G. e R. Fratelli S.p.A., Via Mantova, 166, 43122, Parma, Italy

⁵ Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., Viale Iotti Nilde, 50038 San Piero (FI), Italy

*Corresponding author

Black pepper is a valuable commodity susceptible to economically motivated adulterations. This contribution describes a non-targeted method for authentication of black pepper by near infrared spectroscopy (NIR) coupled to least absolute shrinkage and selection operator (LASSO). An amount of 116 samples were collected and analyzed. The dataset included authentic black pepper samples (from different Asian and South American regions and four harvesting seasons) and samples spiked with different adulterants, including both endogenous sub-products (pinhead and spent) and exogenous materials (papaya seeds, coriander, plaster, green anise, olive kernel, talc, rice flour, black mustard, green lentil, red beans, chili, garlic and corn flour). The percentage of adulteration ranged between 1.5% and 35%.

The spectra were split in training and test set and then normalized by multiplicative scatter correction (MSC). While the test set was withheld for further testing of the model, the training set was submitted to LASSO with the aim to classify the samples as authentic, exogenously-adulterated and endogenously-adulterated group. LASSO model is used for selection and shrinkage of parameters. The resulting model was cross-validated achieving high overall accuracy. The model was tested on the test set achieving an overall accuracy of 94% and very high sensitivity and specificity rates. The model was then validated with a batch of 34 independent samples and it classified correctly 33/34 samples. The model was also challenged with samples from an inter-laboratory proficiency test. Multiple laboratory verifications of the proposed methodology are ongoing.

Finally, a Shiny web application was set up for direct statistical analysis of the raw data. The NIR user simply uploads the raw data to the app and MSC normalization and interrogation of the LASSO model is performed. The online application facilitates the model testing and enables clear results visualization. This is the first application of LASSO to spectroscopy data.

Keywords: Adulteration, machine learning, fraud



Marco Bragolusi

Autenticazione del pepe nero mediante l' utilizzo di spettroscopia NIR, classificatore LASSO ed elaborazione di un'applicazione web per un faci-le screening su larga scala

Marco Bragolusi^{*}, Andrea Massaro¹, Alessandra Tata¹, Stephane Lefevre², Jean-Louis Lafeuille³, Aline Fregiere Salomon², Carmela Zacometti¹, Giuseppe Sammarco⁴, Ingrid Fiordaliso Candalino⁵, Michele Suman⁴, Roberto Piro¹

¹ Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Venezie, Laboratorio di Chimica Sperimentale Viale Fiume, 78, Vicenza Italy

² Food Integrity Laboratory, Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., 999 avenue des Marchés, 84200 Carpentras, France

³ Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., 999 avenue des Marchés, 84200 Carpentras, France

⁴ Advanced Laboratory Research, Barilla G. e R. Fratelli S.p.A., Via Mantova, 166, 43122, Parma, Italy

⁵ Global Quality and Food Safety Center of Excellence, McCormick & Co., Inc., Viale Iotti Nilde, 50038 San Piero (FI), Italy

*Corresponding author

Il pepe nero è una spezia soggetta ad adulterazioni per scopi economici (EMA). Questo contributo descrive un metodo non-targeted per l'autenticazione del pepe nero mediante spettroscopia del vicino infrarosso (NIR) unita ad un modello statistico basato su un least absolute shrinkage and selection operator (LASSO). Inizialmente sono stati analizzati 116 campioni tra cui pepe nero autentico (proveniente da diverse regioni asiatiche, africane e sudamericane e diverse stagioni di raccolta) e pepe addizionato con diversi adulteranti, inclusi scarti della pianta e 16 diversi materiali esogeni (semi di papaia, coriandolo, gesso, anice, nocciolo d'oliva, talco, riso, mais, senape, lenticchie, fagioli, peperoncino, aglio). La percentuale di adulterazione variava tra l'1,5% e il 35%.

Gli spettri sono stati suddivisi in training e test set e normalizzati mediante correzione moltiplicativa della dispersione (MSC). Mentre il test set è stato accantonato per successivo test del modello, il training set è stato sottoposto a LASSO con l'obiettivo di classificare i campioni autentici, adulterati con materiale esogeno ed prodotti di scarto (materiale endogeno). Il modello LASSO ha permesso la selezione e il restringimento delle variabili significative. Il modello risultante è stato validato mediante cross-validation ottenendo un'elevata accuratezza. Il modello è stato testato sul test set ottenendo un'accuratezza complessiva del 94% e tassi di sensibilità e specificità molto elevati. Il modello è stato poi validato con 34 campioni indipendenti e ne ha classificato correttamente 33/34. Il modello è stato testato con un proficiency test. Sono in corso ulteriori verifiche interlaboratorio.

È stata realizzata un'applicazione di web Shiny per la classificazione direttamente dai dati grezzi. L'operatore NIR carica i dati grezzi nell'app che esegue la normalizzazione e l'interrogazione del modello LASSO. L'applicazione online facilita la fase di classificazione e restituisce una chiara visualizzazione dei risultati. Questa è la prima applicazione di LASSO ai dati di spettroscopia NIR.

Parole chiave: Adulterazione, machine learning, frode.



Silvia Grassi

FT-NIR spectroscopy for vinegar adulteration assessment

Silvia Grassi^{1*}, Cristina Alamprese¹

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

*Corresponding author

Vinegar is one of the food products most subjected to different types of frauds (Callejon et al., 2018). The most common fraud has a commercial character and it consists in the addition of a less economically valuable product, such as spirit vinegar, to authentic grape or apple vinegar. It is undoubtful that the detection of commercial frauds calls for non-destructive, rapid, and reliable fingerprint techniques such as NIR spectroscopy.

In this framework, the work aims at determining the adulteration of grape vinegars with spirit vinegar by NIR spectroscopy. For this purpose, 4 white grape vinegars were adulterated with 2 different spirit vinegars from 5% to 25% (v/v), at 5% interval. Further 16 grape vinegars were considered to enlarge the authentic product dataset. Spectra (12500-4500 cm⁻¹) of two aliquots of each samples were collected in duplicate by a Fourier-transform Near-Infrared (FT-NIR) spectrometer (MPA, Bruker) equipped with a 2 mm glass cuvette.

Replicated spectra of each sample were averaged, pre-treated and explored by Principal Component Analysis (PCA). After variable selection (n=15) by SELECT algorithm, Linear Discriminant Analysis (LDA) was performed by V-PARVUS. The two-class model, to classify samples into authentic and adulterated, was validated both in cross validation (5CV) and in prediction by an external test set randomly created.

The LDA model gave 100% of correct classification rate in calibration (70 samples), cross-validation and prediction (40 samples), thus overcoming the classification rates obtained by other spectroscopic methods (i.e., UV-Vis and FT-IR) (Cavdaroglu and Ozen, 2022).

The proposed approach demonstrated to be a valid tool in vinegar authentication, suitable to assess the fraudulent behaviors, thus guaranteeing stakeholders' rights.

Keywords: vinegar, authentication, Linear Discriminant Analysis

REFERENCES

- Callejon, R. M., Rios-Reina, R. Morales, M. L., Troncoso, A. M. Thomas, F., & Camin, F. (2018). Vinegar. In J. F. Morin, & M. Lees (Eds.), *Food Integrity Handbook. A Guide to Food Authenticity Issues and Analytical Solutions* (pp. 273–293). Eurofins Analytics France: Nantes, France.
- Cavdaroglu, C., & Ozen, B. (2022). Detection of vinegar adulteration with spirit vinegar and acetic acid using UV-visible and Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 132150.

**Silvia Grassi****Spettroscopia FT-NIR per l'autenticazione dell'aceto**Silvia Grassi*, Cristina Alamprese¹¹DeFENS Department of Food, Environmental and Nutritional Sciences,
Università degli Studi di Milano – Italy, silvia.grassi@unimi.it, cristina.alamprese@unimi.it

*Corresponding author

L'aceto è uno dei prodotti alimentari più soggetti a frode (Callejon et al., 2018), soprattutto di natura commerciale. La frode più comune consiste infatti nell'aggiungere ad aceti di mela o vino prodotti di minor valore, come l'aceto di alcol. Va da sé che l'individuazione di frodi commerciali richiama l'utilizzo di tecniche non distruttive, rapide e affidabili come la spettroscopia NIR.

In questo contesto, il lavoro si prefigge di sviluppare un metodo di spettroscopia NIR per individuare l'adulterazione di aceto di vino. A questo scopo, 4 aceti di vino bianco sono stati miscelati con 2 differenti aceti bianchi di alcol considerando percentuali di adulterazione dal 5 al 25% (v/v), ad intervalli del 5%. Inoltre, il dataset degli aceti di vino bianco è stato incrementato considerando altri 16 campioni commerciali. Gli spettri (12500-4500 cm⁻¹) di due aliquote per ciascun campione sono stati raccolti in doppio mediante uno spettrometro FT-NIR (MPA, Bruker) utilizzando una cuvetta in vetro da 2 mm.

Gli spettri replicati sono stati mediati, pretrattati ed esplorati mediante Analisi delle Componenti Principali (PCA). Dopo un'opportuna selezione di variabili (n=15) utilizzando l'algoritmo SELECT, si è sviluppato un modello di classificazione LDA (Analisi Discriminante Lineare) per discriminare i campioni autentici da quelli adulterati. I modelli di classificazione a due classi sono stati validati internamente (cross-validazione con 5 gruppi di cancellazione) ed esternamente. L'analisi dei dati è stata effettuata grazie all'utilizzo del software V-PARVUS.

I modelli LDA hanno permesso di classificare correttamente il 100% dei campioni in calibrazione (n=70), cross-validazione e predizione (n=40), migliorando quanto già ottenuto dall'applicazione di altre tecniche spettroscopiche (UV-Vis e FT-IR) (Cavdaroglu and Ozen, 2022).

In conclusione, l'approccio proposto si è dimostrato un valido strumento per la rapida autenticazione di aceto di vino, fondamentale per individuare comportamenti fraudolenti al fine di garantire i diritti di tutti gli attori della filiera.

Parole chiave: aceto, autenticazione, Analisi Discriminante Lineare**Riferimenti bibliografici:**

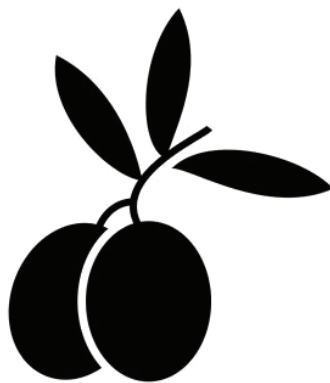
Callejon, R. M., Rios-Reina, R. Morales, M. L., Troncoso, A. M. Thomas, F., & Camin, F. (2018). Vinegar. In J. F. Morin, & M. Lees (Eds.), *Food Integrity Handbook. A Guide to Food Authenticity Issues and Analytical Solutions* (pp. 273–293). Eurofins Analytics France: Nantes, France.

Cavdaroglu, C., & Ozen, B. (2022). Detection of vinegar adulteration with spirit vinegar and acetic acid using UV-visible and Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 132150



Session #6: Food part 2

Sessione #6: Alimenti - seconda parte





Giuseppina Marello

Validation and accreditation of automatic method in NIR Near Infrared Spectroscopy on butter matrix

G. Marello¹, E. Bejko¹, D.M. Bianchi¹, S. Lupi¹, E. Barcucci¹, S. Fragassi¹,
M. Gili, L. Decastelli¹

¹Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta,
Via Bologna 148, 10154 Torino, izsto@legalmail.it

Under Regulation EU No. 1169/2011 on the provision of food information to consumers, the mandatory nutrition declaration gives the energy value and the amount of fats, saturated fatty acids, carbohydrates, sugars, proteins, and salt in prepackaged food (Article 30).

Here we describe the validation process of near infrared reflectance (NIR) spectroscopy for determining nutritional parameters in a butter matrix. All 145 samples were analyzed in duplicate using the NIR method on an NIRFlex 500 spectrometer and accredited instrumental analytical techniques. Samples were measured in a Petri dish, in which the entire surface was covered. A quantitative-predictive model was created by comparing the results of the reference analytical method with those obtained with NIR spectroscopy. The carbohydrate and energy values were calculated.

Calibration was performed using 85 samples on average. The R² (regression coefficient) ranged between 0.72 (protein) and 0.92 (moisture) and error (SEC) between 0.030 (salt) and 1.22 (saturated fatty acids). 25 samples were used on average for method validation. The R² ranged between 0.59 (salt) and 0.91 (fat) and error (SEP) between 0.037 (salt) and 1.29 (saturated fatty acids).

This effective and quick method has been positively validated and our laboratory has obtained accreditation from Accredia. Prepackaged food product labels carrying a correct nutritional declaration ensures that consumers can make informed choices about their food purchases.

Keywords: NIR Spectroscopy, butter, nutritional parameters, validation

REFERENCES

BUCHI NIR-FLEX 500 User Manual EU Reg. No. 1169/2011 and subsequent amendments Guideline of the Ministry of Health on analytical tolerances applicable in the official control phase, June 16, 2016.

ISO 21543:2020 Milk and milk products — Guidelines for the application of near infrared spectrometry



Giuseppina Marelo

Validazione e accreditamento di un metodo automatico in spettroscopia NIR in matrice burro

G. Marelo¹, E. Bejko¹, D.M. Bianchi¹, S. Lupi¹, E. Barcucci¹, S. Fragassi¹,
M. Gili, L. Decastelli¹

¹Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta,
Via Bologna 148, 10154 Torino, izsto@legalmail.it

La dichiarazione nutrizionale rientra tra le informazioni obbligatorie ai sensi del Reg. (UE) n°1169/2011 per la tutela dei consumatori. Essa deve riportare il valore energetico e la quantità di grassi, acidi grassi saturi, carboidrati, zuccheri, proteine e sale (Articolo 30). In questo lavoro viene descritto il processo di validazione della spettroscopia di riflettanza nel vicino infrarosso (NIR) per determinare i parametri nutrizionali nella matrice burro.

Tutti i 145 campioni sono stati analizzati in duplicato utilizzando il metodo NIR su uno spettrometro NIRFlex 500 e tecniche analitiche strumentali accreditate. I campioni sono stati analizzati in una capsula di Petri, di cui è stata ricoperta l'intera superficie. È stato creato un modello quantitativo-predittivo confrontando i risultati del metodo analitico di riferimento con quelli ottenuti con la spettroscopia NIR. Sono stati inoltre calcolati i valori di carboidrati ed energia.

La calibrazione è stata eseguita utilizzando in media 85 campioni. L'R² (coefficiente di regressione) varia tra 0.72 (proteine) e 0.92 (umidità) e l'errore (SEC) tra 0.030 (sale) e 1.22 (acidi grassi saturi). Per la validazione del metodo sono stati utilizzati in media 25 campioni. L'R² varia tra 0.59 (sale) e 0.91 (grasso) e l'errore (SEP) tra 0.037 (sale) e 1.29 (acidi grassi saturi).

Questo metodo, efficace e veloce, è stato validato positivamente e il nostro laboratorio ha ottenuto l'accreditamento da parte di Accredia. Le etichette dei prodotti alimentari confezionati recanti una corretta dichiarazione nutrizionale assicurano che i consumatori possano fare scelte informate sui loro acquisti alimentari.

Parole chiave: Spettroscopia NIR, burro, parametri nutrizionali, validazione

Riferimenti bibliografici:

BUCHI NIR-FLEX 500 User Manual EU Reg. No. 1169/2011 and subsequent amendments Guideline of the Ministry of Health on analytical tolerances applicable in the official control phase, June 16, 2016.

ISO 21543:2020 Milk and milk products — Guidelines for the application of near infrared spectrometry



Alessia Pampuri

Grape polyphenol content prediction through vis/NIR spectroscopy in a view of real time application at winery consignment

Alessia Pampuri ^{1*}, Alessio Tugnolo¹, Valentina Giovenzana¹, Sara Vignati¹, Andrea Casson¹, Martina Zambelli¹, Roberto Beghi¹, Riccardo Guidetti¹

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

*Corresponding author: alessia.pampuri@unimi.it

The evaluation of grapes at consignment is a crucial phase to obtain a qualitatively valid product, especially for large companies such as cooperatives, where the number of members is high, the vineyards are characterized by different pedological properties, growing techniques and cultivation methods. All these factors can lead to the production of grapes of the same variety with different qualitative characteristics and phytosanitary status. It is therefore very important to develop methods for an objective and punctual evaluation of grape's qualitative characteristics in order to optimize the initial selection phase for different vinifications.

The aim of the present study was to investigate the applicability of vis/NIR spectroscopy for rapid assessment of grape's polyphenol content direct at the winery. A process spectrometer (spectral range 400-1650 nm) was employed for non-contact analysis at a distance of 150 mm between sensor and sample. The acquisitions were performed in controlled lab-scale condition on bunches of *Vitis vinifera* L. (Ancellotta variety) which have been mechanically collected. To cover maturation period, sampling consisted of 10 weekly sampling times: 9 samples for each sampling date for a total of 90 samples.

Partial Least Square (PLS) regression method was performed to predict polyphenol content using spectra acquired. The results obtained from the models demonstrated that the system is capable to provide useful information about phenolic parameters (determination coefficients and root mean square errors of 0.86 and 0.73, and 227 (mg/l) and 315 (mg/l) for calibration and cross validation, respectively).

Overall, the application of this technology could contribute to a better management of vinification process providing reliable, sustainable and rapid results.

Keywords: vis/NIR, chemometrics, viticulture 4.0, polyphenol content, ripeness.



Alessia Pampuri

Predizione del contenuto di polifenoli dell'uva mediante spettroscopia vis/NIR in ottica di un'applicazione in tempo reale al conferimento in cantina

Alessia Pampuri ^{1*}, Alessio Tugnolo¹, Valentina Giovenzana¹, Sara Vignati¹, Andrea Casson¹, Martina Zambelli¹, Roberto Beghi¹, Riccardo Guidetti¹

¹Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali – Produzione, Territorio, Agroenergia,
Università degli Studi di Milano, Via Celoria 2, 20133, Milano, Italia

*Corresponding author: alessia.pampuri@unimi.it

La valutazione delle uve al momento del conferimento è una fase cruciale per ottenere un prodotto valido qualitativamente, specialmente per aziende grandi come le cooperative, dove il numero dei soci è elevato, i vigneti sono caratterizzati da differenti proprietà pedologiche, tecniche colturali e metodi di coltivazione. Tutti questi fattori possono portare alla produzione di uve della stessa varietà con caratteristiche qualitative e stato fitosanitario differenti. È quindi molto importante sviluppare metodi per una valutazione obiettiva e puntuale delle caratteristiche qualitative dell'uva al fine di ottimizzare la fase di selezione iniziale per le diverse vinificazioni.

Lo scopo del presente studio era di indagare l'applicabilità della spettroscopia vis/NIR per una rapida valutazione del contenuto di polifenoli dell'uva direttamente in cantina. Uno spettrometro di processo (intervallo spettrale 400-1650 nm) è stato impiegato per l'analisi senza contatto a una distanza di 150 mm tra il sensore e il campione. Le acquisizioni sono state effettuate in condizioni controllate di laboratorio su grappoli di *Vitis vinifera* L. (varietà Ancellotta) che sono stati raccolti meccanicamente. Per coprire il periodo di maturazione, il campionamento consisteva in 10 tempi di campionamento, uno a settimana: 9 campioni per ogni data di raccolta per un totale di 90 campioni.

Il metodo di regressione dei minimi quadrati parziali è stato eseguito per predire il contenuto di polifenoli usando gli spettri acquisiti. I risultati ottenuti dai modelli hanno dimostrato che il sistema è in grado di fornire informazioni utili riguardanti i parametri fenolici (coefficienti di determinazione ed errori quadratici medi pari a 0,86 e 0,73, e 227 (mg/l) and 315 (mg/l) in calibrazione e in cross-validazione, rispettivamente).

Nel complesso, l'applicazione di questa tecnologia potrebbe contribuire a una migliore gestione del processo di vinificazione fornendo risultati affidabili, sostenibili e rapidi.

Parole chiave: vis/NIR, chemiometria, viticoltura 4.0, contenuto di polifenoli, maturazione.



Nicola Cavallini

Measure your bratwurst: quantifying the content of mechanically separated meat by means of NIR spectroscopy and chemometrics

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

¹Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24, 10129 Torino

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

*Corresponding author: Nicola Cavallini (nicola.cavallini@polito.it)

Any food chain can be affected by food frauds, from mislabelling to authentication counterfeiting. The meat chain is no exception: in the case of processed meat, especially when it is sold minced or in sausage form, it becomes very difficult to distinguish the different ingredients, therefore mislabelling and meat substitution can easily occur. This is especially true with the famous German bratwurst, a type of sausage produced from minced or mechanically separated meat (MSM). MSM is obtained through a high-pressure process aimed at separating the bone from the edible meat tissue: the resulting pureed material is then formed into sausages and cooked. MSM meat is less expensive and of lesser quality compared to selected meat cuts, thus providing an economic incentive for the substitution fraud.

The present study was developed with the aim of determining whether NIR spectroscopy could be used for identifying meat products containing MSM, by means of chemometrics modelling. Alongside the main classification aim, a parallel research line regarding the actual quantification of MSM was developed and is the subject of this study. Bratwursts containing different percentages of MSM were minced and mixed with meat from non-MSM products, with the aim of obtaining new samples with specific MSM percentages. A calibration set of 30 samples spanning the content range between 0 % and 91% (in steps of 10 %) was built, together with a set of 27 samples corresponding to the “5 %” percentages (also in steps of 10 %). All samples were measured using three NIR instruments: the benchtop MPA (Bruker), the portable MicroNIR (Viavi) and the handheld SCiO sensor (Consumer Physics).

One PLS regression (Wold et al., 2001) model for each NIR dataset was developed and validated, and all three analytical techniques yielded good performances in calibration and prediction, with R² values above 0.95.

Keywords: food fraud, mechanically separated meat, chemometrics, quantification

Acknowledgements: The Italian Ministry of Health is greatly acknowledged for funding this research project (Grant nr. IZSPLV 02-18-RC).

REFERENCES

Wold, S., Sjöström, M., Eriksson, L., 2001. PLS-regression: a basic tool of chemometrics. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 58, 109–130. [https://doi.org/10.1016/S0169-7439\(01\)00155-1](https://doi.org/10.1016/S0169-7439(01)00155-1)



Nicola Cavallini

Measure your bratwurst: quantifying the content of mechanically separated meat by means of NIR spectroscopy and chemometrics

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

¹Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24, 10129 Torino

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

*Corresponding author: Nicola Cavallini (nicola.cavallini@polito.it)

Qualsiasi filiera alimentare può essere soggetta a frodi, dalle etichettature errate alla contraffazione di autenticità. La filiera della carne non fa eccezione: nel caso della carne processata, specialmente quando viene venduta macinata o come salsiccia, diventa molto difficile distinguere i diversi ingredienti che la costituiscono, e pertanto risulta più facile sostituire parte della carne impiegata con varietà meno costose e di qualità più bassa. Ciò risulta particolarmente vero nel caso del famoso wurstel tedesco, generalmente prodotto da carne macinata o separata meccanicamente (CSM). La CSM viene prodotta mediante un processo ad alta pressione che separa le ossa dai tessuti edibili: il risultato è una purea che viene modellata nella forma di salsiccia e quindi cotta. La CSM è meno costosa e di qualità inferiore rispetto a tagli selezionati di carne, e ciò può fornire un incentivo economico per la frode della sostituzione. Questo studio è stato sviluppato con l'obiettivo di determinare se la spettroscopia NIR possa venire utilizzata per identificare la presenza di CSM in prodotti a base di carne, mediante modellazione chemiometrica. Parallelamente all'obiettivo principale di classificazione è stata sviluppata una seconda linea di ricerca riguardante la quantificazione della percentuale di CSM: tale linea è l'oggetto di questo studio. Sono stati analizzati due set di campioni preparati appositamente mescolando carne macinata di wurstel contenente CSM in varie percentuali e wurstel senza CSM aggiunta. Sono stati preparati e analizzati: un set di 30 campioni di calibrazione con percentuali nell'intervallo 0 % - 91 % (a passi del 10 %), un test set di 27 campioni con percentuali nel medesimo intervallo, ma corrispondenti agli intermedi fra le decine. Tutti i campioni sono stati misurati con tre strumenti NIR: lo spettrofotometro da banco MPA (Bruker), il portatile MicroNIR (VIAMI) e l'ultra-portatile SCiO (Consumer Physics).

È stato sviluppato e validato un modello di regressione PLS (Wold et al., 2001) per ogni dataset NIR acquisito, ottenendo in tutti e tre i casi buone performance in calibrazione e in predizione, con R² superiori a 0.95.

Parole chiave: food fraud, mechanically separated meat, chemometrics, quantification

Ringraziamenti: The Italian Ministry of Health is greatly acknowledged for funding this research project (Grant nr. IZSPLV 02-18-RC).

Riferimenti bibliografici:

Wold, S., Sjöström, M., Eriksson, L., 2001. PLS-regression: a basic tool of chemometrics. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 58, 109-130. [https://doi.org/10.1016/S0169-7439\(01\)00155-1](https://doi.org/10.1016/S0169-7439(01)00155-1)



Poster session

Stefania Barzaghi

Comparison of different strategies in calculating calibration models: example of milk analysis

Stefania Barzaghi^{1*}, Giusi Poerio¹

¹CREA- Centro di Zootecnia e Acquacoltura, Via A. Lombardo, 11, 26900 Lodi, Italia;
stefania.barzaghi@crea.gov.it; giusi.poerio@gmail.com

In 2009, Filtzmoser et al., proposed the “Repeated double cross validation” (rdCV), in calculating calibration models, to make a realistic estimate of the prediction errors of any future sample. The aim of the present study was to compare the performances of calibration models, from milk samples’ NIR spectra, calculated using different strategies: A) the optimal number of latent variables was obtained with the rdCV, using the “Chemometrics” package of R; B) the calibration model was calculated by sorting the samples into two sets, one for calibration and one for validation, chosen with the Kennard-Stone algorithm, using the PLS Toolbox software (Eigenvector Research, USA)

105 milk samples taken both from single cows and from bulk milk, were collected in the months of March and April 2021 to be used in the calculation of the calibration models. The performance of the models obtained, was evaluated on 35 bulk milk samples, from different farms, collected in a subsequent period, between May and September 2021. The milk samples were analyzed with Milkoscan (Foss Italia, Padua) to quantify the content in fat, protein, lactose and total solids, and scanned with a ProxiMate TM spectrometer (Büchi Labortechnik AG, Flawil (CH)) in the spectral range from 400 to 1700nm. NIR spectra were recorded in transreflectance mode, and the samples (1mm thick) were placed in rotating Petri dishes.

Applying both strategies, in quantifying the different components of milk, the optimal number of latent variables was the same, except for the lactose content. In the prediction of independent samples, the best performances were obtained for the models calculated with strategy B. For the fat content, the RMSEP of the model from A was 0.55 while for the model B was 0.13. For the protein content the RMSEPs were respectively equal to 0.39 for A and 0.29 for B.

Keywords: Repeated double cross validation, calibrations, milk, fat, proteins, lactose

Acknowledgements: This study was carried out within the Project AGRI HUB Sviluppo ed integrazione tecnologica di una piattaforma high-throughput per il miglioramento sostenibile dei processi produttivi delle filiere dell’agroalimentare – Sub-task 3.2 Influenza delle innovazioni sul benessere animale e sulla qualità del latte.

REFERENCES

P. Filtzmoser, B. Liebmann, K. Varmuza. 2009 Repeated double cross validation, J. Chemom. 23, 160-171. <https://doi.org/10.1002/cem.1225>



Stefania Barzaghi

Confronto tra diverse strategie per il calcolo di modelli di calibrazione: esempio di analisi del latte

Stefania Barzaghi^{1*}, Giusi Poerio¹

¹CREA- Centro di Zootecnia e Acquacoltura, Via A. Lombardo, 11, 26900 Lodi, Italia;
stefania.barzaghi@crea.gov.it; giusi.poerio@gmail.com

Nel 2009, Filtzmoser et al., hanno proposto la “Repeated double cross validation” (rdCV), per il calcolo di modelli di calibrazione, per fare una stima realistica degli errori di predizione di eventuali campioni futuri.

Scopo del presente studio è confrontare le performance di modelli di calibrazione, da spettri NIR di campioni di latte, calcolati mediante diverse strategie: A) il numero ottimale di variabili latenti è stato ottenuto con la rdCV, utilizzando il package “Chemometrics” di R; B) il modello di calibrazione è stato calcolato dividendo i campioni in due set, uno di calibrazione ed uno di validazione, scelti con l’algoritmo di Kennard-Stone, mediante il software PLS Toolbox (Eigenvector Research, USA)

105 campioni di latte prelevati sia da singoli animali che da latte di massa, sono stati raccolti nei mesi di Marzo e Aprile 2021 per essere utilizzati nel calcolo dei modelli di calibrazione.

Le performance dei modelli ottenuti sono state valutate su 35 campioni di latte di massa, provenienti da diverse stalle, raccolti in un periodo successivo, tra Maggio e Settembre 2021.

I campioni di latte sono stati analizzati con Milkoscan (Foss Italia, Padova) per quantificare il contenuto in grasso, proteine, lattosio e solidi totali, e scansiti con spettrometro ProxiMate TM (Büchi Labortechnik AG, Flawil (CH)) nel range spettrale da 400 a 1700nm. Per le letture in trasflettanza, i campioni (spessore di 1mm) sono stati posti in capsule Petri ruotanti.

Applicando entrambe le strategie, nel quantificare i diversi componenti del latte, il numero ottimale di variabili latenti è risultato lo stesso, tranne che nel caso del lattosio. Nella predizione di campioni indipendenti, le migliori performances sono state ottenute per i modelli calcolati con la strategia B. Per il contenuto in grasso l’RMSEP del modello da A è risultato 0.55 mentre per il modello da B 0.13. Per il contenuto in proteine gli RMSEP sono stati rispettivamente pari a 0.39 per A e 0.29 per B.

Parole chiave: Repeated double cross validation, calibrazioni, latte, proteine, lattosio

Ringraziamenti: Lo studio è stato svolto nell’ambito del progetto AGRI HUB Sviluppo ed integrazione tecnologica di una piattaforma high-throughput per il miglioramento sostenibile dei processi produttivi delle filiere dell’agroalimentare – Sub-task 3.2 Influenza delle innovazioni sul benessere animale e sulla qualità del latte.

Riferimenti bibliografici: P. Filtzmoser, B. Liebmann, K. Varmuza. 2009 Repeated double cross validation, J. Chemom. 23, 160-171. <https://doi.org/10.1002/cem.1225>



Severino Segato

Detection of poultry breast freezing method by NIR spectroscopy

S. Segato^{1*}, L. Serva¹, M. Mirisola¹, S. Tenti¹, G. Gerardi¹, L. Fasolato², I. Lanza¹, L. Magrin¹, E. Novelli²

¹Dept. Animal Medicine, Production and Health and ² Dept. of Comparative Biomedicine and Food Science, Padova University, v.le dell'Università, 16 I-35020 Legnaro (PD)

*Corresponding author: severino.segato@unipd.it

The development of low-cost and quick methods for the inspection of deceptive practice in chilling vs freezing is an appealing goal for poultry meat supply chain. The study evaluated the capability of NIR spectroscopy to discriminate among chilling refrigerated and frozen/thawed poultry breasts. After 4 days post mortem, a total of 48 poultry breasts were longitudinally split and frozen by a controlled experimental freezer without (slowly frozen, SF) or with (rapidly frozen, RF) an air blast forcing a flow of air (at -40 °C) at the velocity of 3 m/s by. Spectral data were acquired by a portable NIR instrument (ITPhotonics, Fara Vicentino, Italy) on the surface of fresh (4 days post mortem) and thawed (40 days at -30 °C) breasts; spectra were acquired on reflectance mode (900-1600 nm at 2 nm intervals) and submitted to a PLS-DA with no pre-treatments. The reliability of the PLS-DA model was assessed by a confusion matrix obtained by a venetian blind cross-validation criterion. The reliability of the discriminative model was assessed by a set of predictive statistics 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 highly accurate (MCC = 0.94) for the refrigerated storage method (fresh samples). With regard to the frozen/thawed samples, there was a noticeable level of misclassification between SF (MCC = 0.50) and RF (MCC = 0.49), highlighting a moderate capacity of the portable NIR to correctly recognize between the two freezing methods. Despite the reduction of the freezing time (8.75 vs 5.8 hours to reach -18 °C for SF and RF, respectively) could have influenced the water crystal timing and size process inside the muscle tissues, there was no difference in physicochemical traits (i.e., water holding capacity, chemical bonds) due to the freezing method that can be significantly detected by the tested portable NIR apparatus.

Keywords: fresh meat, freezing method, thawed meat, portable NIR, poultry

Acknowledgements: Research financial supported by FONDAZIONE CARIVERONA (SAFIL project).

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.

**Severino Segato****Rilevazione del metodo di congelamento di petto di pollo mediante spettroscopia NIR**S. Segato^{1*}, L. Serva¹, M. Mirisola¹, S. Tenti¹, G. Gerardi¹, L. Fasolato², I. Lanza¹, L. Magrin¹, E. Novelli²¹Dip. di Medicina Animale, Produzioni e Salute e ²Dip. di Biomedicina Comparata e Alimentazione, Università di Padova, viale dell'Università, 16 I-35020 Legnaro (PD)

*Autore di riferimento: severino.segato@unipd.it

Lo sviluppo di metodi rapidi e a basso costo per l'ispezione di pratiche ingannevoli tra refrigerazione e congelamento è un obiettivo precipuo per la filiera della carne di pollame. Lo studio ha valutato la capacità della spettroscopia NIR nel discriminare petti di pollo refrigerati da quelli congelati/decongelati. Dopo 4 giorni post mortem, un totale di 48 petti di pollame sono stati divisi longitudinalmente e congelati in un congelatore sperimentale senza (congelato lentamente, CL) o con (congelato rapidamente, CR) un dispositivo di forzatura di un flusso d'aria ($\alpha -40\text{ }^{\circ}\text{C}$) alla velocità di 3 m/s. Con uno strumento portatile NIR (ITPhotonics, Fara Vicentino, Italia), i dati spettrali sono stati acquisiti sulla superficie dei petti freschi (4 giorni post mortem) e decongelati (40 giorni a $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$); gli spettri sono stati acquisiti in riflettanza (900-1600 nm; intervalli di 2 nm) e sottoposti a una PLS-DA senza pretrattamenti. L'affidabilità della PLS-DA è stata testata su una matrice di confusione ottenuta da una validazione incrociata (venetian blind cross-validation). L'affidabilità del modello discriminante è stata valutata mediante statistiche predittive tra cui il coefficiente di correlazione di Matthews (MCC) come riportato in Bisutti et al. (2019). Sulla base dei risultati della matrice di confusione, la capacità discriminante dei dati spettrali NIR è risultata molto accurata (MCC = 0,94) per la conservazione refrigerata (campioni freschi). Per i campioni congelati/decongelati, si è riscontrata una considerevole errata classificazione tra CL (MCC = 0,50) e CR (MCC = 0,49), evidenziando una moderata capacità del NIR portatile di distinguere correttamente i due metodi di congelamento. Sebbene la riduzione del tempo di congelamento (8,75 vs 5,8 ore per raggiungere $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ rispettivamente per CL e CR) potrebbe aver influito sulle modalità di formazione dei cristalli d'acqua nei tessuti muscolari, l'apparecchio NIR testato nello studio non è stato in grado di rilevare differenze significative nelle caratteristiche fisico-chimiche (es. capacità di ritenzione idrica, legami chimici) indotte dal metodo di congelamento.

Parole chiave: carne fresca, metodo congelamento, carne decongelata, NIR portatile, pollame**Ringraziamenti:** Ricerca finanziata da FONDAZIONE CARIVERONA (Progetto SAFIL).**Riferimenti bibliografici:**

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.



Alessio Tugnolo

Development of a cost-effective IoT hyperspectral device for distributed and autonomous monitoring of vine crops

Alessio Tugnolo*, Valentina Giovenzana, Sara Vignati, Alessia Pampuri, Andrea Casson, Martina Zambelli, Riccardo Guidetti, Roberto Beghi

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

*Corresponding author: alessio.tugnolo@unimi.it

Viticulture 4.0 has a growing interest for the development of interconnected sensors (IoT) helping the wine-growers through the decision making. The presence of sensors is steadily increasing especially for the optical proximal sensing. However, the costs for such sensors are not so affordable. Therefore, a cost-effective hyperspectral prototype will be designed, built and tested to drastically reduce the cost of these instruments by comparing it with commercial ones. For farmers, the cost limitations for the use of these instruments are not strictly related to the device itself, but to the specific applications. Indeed, even though the hyperspectral imaging technique can collect a large amount of data, the application of only one device (in some cases) is not enough to cover all the critical points that the company has to handle. As the production process in a firm, the field monitoring requires distributed systems to collect data and provide information. In this scenario, considering the application of several hyperspectral devices, the costs become prohibitive for most of the wineries and, therefore, the research is moving toward the development of hyperspectral solutions taking into account a considerable cost reduction for distributed stand-alone applications. The project will focus on the application of the hyperspectral prototype (target TRL 5 at the end of the project) for the evaluation of grapevines water and phytosanitary status. Considering the application of this sensor in real operating conditions, the device will integrate predictive models and a graphical user interface to allow the end user to take decisions in real time.

Keywords: Non-destructive testing, multivariate analysis, hyperspectral imaging, viticulture, sensors, vine water status, phytosanitary status



Alessio Tugnolo

Sviluppo di un dispositivo ottico iperspettrale IoT ed economico per il monitoraggio diffuso e autonomo della vite

Alessio Tugnolo*, Valentina Giovenzana, Sara Vignati, Alessia Pampuri, Andrea Casson, Martina Zambelli, Riccardo Guidetti, Roberto Beghi

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

*Corresponding author: alessio.tugnolo@unimi.it

In un'ottica di viticoltura 4.0 c'è costante interesse per lo sviluppo di nuovi sensori interconnessi (IoT) che aiutano il viticoltore a prendere decisioni. La presenza di sensori è in costante aumento soprattutto per quanto riguarda il rilevamento ottico prossimale. Tuttavia, il costo di tale sensoristica spesso non è accessibile. Pertanto, un prototipo economico per l'analisi dell'immagine iperspettrale sarà progettato, costruito e testato per ridurre drasticamente il costo di questi strumenti rispetto a quelli presenti sul mercato. Per gli agricoltori, i limiti di spesa per l'uso di questi strumenti non sono strettamente legati al dispositivo stesso, ma alle applicazioni specifiche. Infatti, anche se la tecnica di imaging iperspettrale può raccogliere una grande quantità di dati, l'applicazione di un solo dispositivo (in alcuni casi) non è sufficiente a coprire tutti i punti critici che l'azienda deve gestire. Come il processo di produzione in linea in un'azienda, il monitoraggio di campo richiede sistemi distribuiti per raccogliere dati e fornire informazioni. In queste circostanze, considerando l'applicazione di diversi dispositivi iperspettrali, i costi diventano proibitivi per la maggior parte delle aziende vinicole e la ricerca si sta muovendo verso lo sviluppo di sensori autonomi e diffusi tenendo conto di una notevole riduzione dei costi. Il progetto si concentrerà sull'applicazione di questo prototipo iperspettrale (stimando un TRL di 5 alla fine del progetto) per la valutazione dello stato idrico e fitosanitario della vite. Considerando l'applicazione di tale sensoristica in condizioni operative reali, il dispositivo integrerà modelli predittivi e un'interfaccia grafica per consentire all'utente finale di prendere decisioni in tempo reale.

Parole chiave: analisi non distruttive, analisi multivariata, analisi dell'immagine iperspettrale, viticoltura, sensoristica, stress idrico, stato fitosanitario



Giovanna Esposito

Discrimination among different fish fillets with NIR spectroscopy

G. Esposito^{1*}, M. Pezzolato¹, F. Pennisi¹, A. Giraudo², N. Cavallini², F. Geobaldo, F. Savorani² E. Bozzetta¹

¹ Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, via Bologna 148 – 10154, Torino, Italy

² Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino,

Corso Duca degli Abruzzi, 24, Torino, TO 10129, Italy

*Corresponding author, email:giovanna.esposito@izsto.it

Fish and related products have become categories of food among the most vulnerable to frauds (FAO, 2018). Examples of fraudulent practices are species substitution or mislabelling. Until now several spectroscopic techniques in conjunction with chemometrics have been used to evaluate the quality or the authenticity of seafood products such as vibrational, fluorescence and ultraviolet/visible absorption. Based on this background, in this study a method to distinguish between different types of fish fillets was developed. Five species were selected: *Epinephelus costae*; *Gadus morhua*; *Pleuronectes platessa*; *Synaptura cadenati* and *Chelidonichthys lucerna*. The analyses were performed by using three different types of NIR instrument: a bench NIR, a portable micro-NIR and a handheld NIR (SCiO) on 50 samples for each category. Using a chemometric approach to analyse the NIR data, good identification performances were obtained, in fact each NIR instrument allowed to classify fish fillets with an overall accuracy ranging from 65% up to 93%. The proposed method can help in fighting commercial frauds in fish market throughout the entire commercial chain.

Keywords: fish fillets, food frauds, NIR, chemometrics

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

REFERENCES

Food and Agriculture Organization of the United Nations. 2018. OVERVIEW OF FOOD FRAUD IN THE FISHERIES SECTOR. FAO Fisheries and Aquaculture Circular No. 1165



Giovanna Esposito

Discriminazione tra diverse specie di filetti di pesce mediante spettroscopia

G. Esposito^{1*}, M. Pezzolato¹, F. Pennisi¹, A. Giraud², N. Cavallini², F. Geobaldo, F. Savorani² E. Bozzetta¹

¹ Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, via Bologna 148 - 10154, Torino, Italy

² Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino,
Corso Duca degli Abruzzi, 24, Torino, TO 10129, Italy

*Corresponding author, email:giovanna.esposito@izsto.it

Il pesce e i prodotti correlati sono diventati categorie di alimenti tra i più vulnerabili alle frodi (FAO, 2018). Esempi di pratiche fraudolente sono la sostituzione o l'errata etichettatura delle specie. Finora sono state utilizzate diverse tecniche spettroscopiche in combinazione con la chemiometria per valutare la qualità o l'autenticità dei prodotti ittici come la spettroscopia vibrazionale, della fluorescenza e dell'assorbimento nell'ultravioletto/visibile. Sulla base di queste conoscenze, in questo studio è stato sviluppato un metodo per distinguere tra diversi tipi di filetti di pesce. A tale scopo sono state selezionate cinque specie: *Epinephelus costae*; *Gadus morhua*; *Pleuronectes platessa*; *Synaptura cadenati* e *Chelidonichthys lucerna*. Le analisi sono state eseguite utilizzando tre diversi tipi di strumenti NIR: un NIR da banco, un micro-NIR portatile e un NIR portatile (SCiO), selezionando 50 campioni per ogni categoria. Attraverso un approccio chemiometrico dati NIR sono stati analizzati, ottenendo buone prestazioni di identificazione, infatti ogni strumento NIR ha permesso di classificare i filetti di pesce con un'accuratezza complessiva che va dal 65% al 93%. Il metodo proposto può quindi essere un valido strumento per aiutare a combattere le frodi commerciali nel mercato ittico lungo l'intera catena commerciale.

Parole chiave: filetti di pesce, frode alimentare, NIR, chemiometria

Ringraziamenti: Questo studio è stato supportato dal Ministero della Salute Italiano Grant nr. IZSPLV 02-18 - RC.

Riferimenti bibliografici:

Food and Agriculture Organization of the United Nations. 2018. OVERVIEW OF FOOD FRAUD IN THE FISHERIES SECTOR. FAO Fisheries and Aquaculture Circular No. 1165



Martina Zambelli

Environmental Performance Comparison Between Optical and Wet-chem Analyses to Assess Quality Parameters of Grape (*Vitis vinifera* L.)

Martina Zambelli, Roberto Beghi*, Andrea Casson, Alessia Pampuri, Alessio Tugnolo,
Riccardo Guidetti, Valentina Giovenzana

Department of Agricultural and Environmental Sciences - Production, Territory, Agroenergy,
Università degli Studi di Milano, Via Celoria 2, 20133, Milano, Italy

*Corresponding Author: roberto.beghi@unimi.it - tel. +39 02 50316843

Grape quality composition at harvest is one of the most important factors that determine the future quality of the wine (Dambergs et al., 2000; R.G. Xiao et al., 2019). Sugars content, total acidity and pH-value are some of the main grape quality parameters which are obtained through the wet-chem analyses implying the use of chemicals, the destruction of the samples and time-consuming procedures. To overcome these technical problems, optical methods can be suitable alternatives to monitor the technological maturation of grapes.

In this context, the work aimed to evaluate and compare the environmental impact of these three different analyses by considering three different approaches: the wet-chem method, the optical method using benchtop devices and the optical method using innovative, smart, and cost-effective devices. The methodology used to identify the most convenient solution in terms of environmental impact was the Life Cycle Assessment (LCA). The functional unit was identified by the execution of the analyses necessary to obtain the three technological parameters and a “from-cradle-to-grave” approach was used for the evaluation.

Results demonstrate the advantages of the benchtop and the innovative solutions to obtain the three quality parameters with only one single analysis. Among the alternatives, the innovative optical method seems to be the greenest solution resulting 3.2 times more sustainable respect to the wet-chem analyses. Nonetheless, the performance of the innovative optical solution may be not so reliable in obtaining precise and trustworthy results. For this reason, they were adjusted considering a performance factor confirming once again what obtained in the previous scenario. This work demonstrates how innovations in agriculture, like the development of smart optical solutions, could generate advantages in managing and monitoring agri-food products quality in an industry 4.0 approach.

Keywords: Optical technique, prototype, chemometrics, technological maturation, sustainability, LCA.

REFERENCES

- Xiao, H., Feng, L., Song, D., Tu, K., Peng, J., & Pan, L. (2019). Grading and sorting of grape berries using visible-near infrared spectroscopy on the basis of multiple inner quality parameters. *Sensors*, 19(11), 2600.
- Dambergs, B., Kambouris, B., Gishen, M., & Francis, L. (2000). Measuring fruit quality. In *Modern viticulture-meeting market specifications: proceedings ASVO viticulture seminar* (pp. 45-47). Australian Society of Viticulture and Oenology.



Martina Zambelli

Confronto dell'impatto ambientale tra analisi ottiche e analisi chimiche per valutare i parametri qualitativi dell'uva (*Vitis vinifera* L.)

Martina Zambelli, Roberto Beghi*, Andrea Casson, Alessia Pampuri, Alessio Tugnolo, Riccardo Guidetti, Valentina Giovenzana

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

*Corresponding Author: roberto.beghi@unimi.it - tel. +39 02 50316843

La composizione qualitative dell'uva al momento della vendemmia è uno dei fattori più importanti che determinano la futura qualità del vino (Dambergs et al., 2000; R.G. Xiao et al., 2019). Il contenuto in zuccheri, l'acidità totale e il pH sono alcuni dei principali parametri di qualità dell'uva che si ottengono attraverso le analisi chimiche che implicano l'uso di reagenti chimici, la distruzione dei campioni e procedure che richiedono tempo. Per superare questi problemi tecnici, le tecniche ottiche possono essere valide alternative per monitorare la maturazione tecnologica delle uve.

In questo contesto, questo lavoro mira a valutare e confrontare l'impatto ambientale di tre differenti analisi considerando tre diversi approcci: il metodo delle analisi chimiche, le tecniche ottiche utilizzando strumenti da banco e le tecniche ottiche utilizzando dispositivi innovativi, compatti ed economici. La metodologia utilizzata per individuare la soluzione più conveniente dal punto di vista dell'impatto ambientale è stata il Life Cycle Assessment (LCA) ovvero l'analisi del ciclo di vita. L'unità funzionale è stata individuata mediante l'esecuzione delle analisi necessarie per ottenere i tre parametri tecnologici ed è stato utilizzato un approccio "dalla culla alla tomba" per la valutazione.

I risultati dimostrano i vantaggi degli strumenti da banco e delle soluzioni innovative nell'ottenere i tre parametri qualitativi con una sola analisi. Tra le alternative, i dispositivi compatti di basso costo risultano essere la soluzione più green, 3,2 volte più sostenibile rispetto alle analisi chimiche. Tuttavia, la performance della soluzione ottica innovativa potrebbe non garantire risultati precisi e affidabili all'altezza delle aspettative. Per questo motivo i risultati sono stati adeguati considerando un fattore di performance, confermando ancora una volta quanto ottenuto nello scenario precedente. Questo lavoro dimostra come le innovazioni in agricoltura, come lo sviluppo di soluzioni smart, potrebbero generare vantaggi nella gestione e nel monitoraggio della qualità dei prodotti agroalimentari con un approccio di industria 4.0.

Parole chiave: Tecniche ottiche, prototipo, chemiometria, maturazione tecnologica, sostenibilità, LCA.

Riferimenti bibliografici:

Xiao, H., Feng, L., Song, D., Tu, K., Peng, J., & Pan, L. (2019). Grading and sorting of grape berries using visible-near infrared spectroscopy on the basis of multiple inner quality parameters. *Sensors*, 19(11), 2600.

Dambergs, B., Kambouris, B., Gishen, M., & Francis, L. (2000). Measuring fruit quality. In *Modern viticulture-meeting market specifications: proceedings ASVO viticulture seminar* (pp. 45-47). Australian Society of Viticulture and Oenology.



Cristina Alamprese

FT-NIR Analysis of Fatty Acid Ethyl Esters in Olive Oil

Cristina Alamprese^{1*}, Silvia Grassi¹

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

*Corresponding author

Guarantee of quality and commercial frauds are major concerns in the field of extra virgin olive oil. Among the chemical markers indicated by the European legislation (Reg. EU 2016/2095), the content of fatty acid ethyl esters (FAEE) can be useful to discriminate authentic products of high quality. However, the official method (Reg. EU 2011/61) is highly demanding in terms of time and reagents. Thus, the application of Fourier-transform near infrared (FT-NIR) spectroscopy to assess the concentration of FAEE can represent a rapid and valid alternative.

The work aims at evaluating the performance of FT-NIR spectroscopy in predicting the FAEE content of olive oil. Olive oil samples (170) with a FAEE content ranging from 2.44 to 109.9 mg/kg were analyzed in 8 mm-pathlength glass cuvettes by using a FT-NIR spectrometer (MPA, Bruker), in the spectral range 10000-4520 cm⁻¹, with 8 cm⁻¹ resolution, and 16 scans. Two aliquots of each sample were analyzed in duplicate. For the FAEE content prediction, Partial Least Squares (PLS) models were calculated, using raw and pre-treated average spectra. The models were calibrated and cross-validated using a dataset with 113 samples; the external validation was performed with the remaining 57 samples selected by Kennard Stone algorithm. Data elaborations were performed by using PLS toolbox and Matlab R2021b environment.

The best PLS model was obtained using 6 latent variables with spectra pre-treated with smoothing and standard normal variate. The determination coefficient and root mean square error in prediction resulted 0.86 and 8.69 mg/kg, respectively. The results are better than those reported by Cayuela (2017), who found a standard error of prediction ranging from 25.6 to 67.2 mg/kg. However, since the official method for the evaluation of FAEE content can give lower errors, depending on the level of FAEE, future data elaborations will consider the possibility of using selected spectral variables to reduce noise and improve the prediction ability of the FT-NIR method.

Keywords: olive oil, quality, prediction, ethyl esters.

Acknowledgements: The Authors wish to thank prof. Francesco Caponio and dr. Giacomo Squeo (University of Bari, Italy) for providing oil samples and contributing to the work.

REFERENCES

Cayuela, J. A. (2017). Rapid NIR determination of alkyl esters in virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 68, e195.

Reg. EU 2016/2095. Official Journal of the European Union 326/1-6.

Reg. EU 2011/61. Official Journal of the European Union 23/1-14.



Cristina Alamprese

Analisi FT-NIR degli Esteri Etilici degli Acidi Grassi nell'Olio di Oliva

Cristina Alamprese^{1*}, Silvia Grassi¹

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

*Corresponding author

Garantire la qualità e l'autenticità dell'olio extra vergine di oliva rappresenta una forte problematica del settore. Tra i parametri chimici di qualità indicati dalla legislazione europea (Reg. EU 2016/2095), il contenuto di etilesteri degli acidi grassi (FAEE) è utile per discriminare prodotti autentici e di alta qualità. Tuttavia, il metodo ufficiale di analisi (Reg. EU 2011/61) è dispendioso in termini di tempo e reagenti e l'applicazione della spettroscopia nel vicino infrarosso a trasformata di Fourier (FT-NIR) può rappresentare una valida e rapida alternativa. Lo scopo del lavoro è stato quello di valutare le prestazioni della spettroscopia FT-NIR nel predire il contenuto di FAEE nell'olio di oliva. Mediante spettrometro FT-NIR (MPA, Bruker) e cuvette in vetro da 8 mm sono stati analizzati 170 campioni con contenuto di FAEE compreso tra 2.44 e 109.9 mg/kg (intervallo spettrale: 10000 - 4520 cm⁻¹; risoluzione: 8 cm⁻¹; scansioni: 16). Per ogni campione sono state analizzate in doppio due aliquote. Per la predizione del contenuto di FAEE sono stati sviluppati modelli di regressione Partial Least Squares (PLS), calibrati e validati mediante cross-validation usando un dataset di 113 campioni; la validazione esterna è stata effettuata utilizzando i rimanenti 57 campioni selezionati con algoritmo Kennard Stone. Le elaborazioni sono state effettuate mediante PLS toolbox in ambiente Matlab R2021b. Il miglior modello PLS è stato ottenuto utilizzando sei variabili latenti e gli spettri trattati mediante smoothing e standard normal variate. Il coefficiente di determinazione e l'errore quadratico medio in predizione sono risultati pari a 0.86 e 8.69 mg/kg, rispettivamente e quindi migliori di quelli pubblicati da Cayuela (2017), che ha riportato valori di errore standard in predizione compresi tra 25.6 e 67.2 mg/kg. Tuttavia, poiché il metodo ufficiale per l'analisi dei FAEE può fornire anche errori inferiori, in futuro verranno valutate ulteriori strategie di elaborazione basate sulla selezione delle variabili spettrali al fine di ridurre il rumore e aumentare la capacità predittiva del metodo FT-NIR.

Parole chiave: olio di oliva, qualità, predizione, etilesteri.

Ringraziamenti: Si ringraziano il prof. Francesco Caponio e il dott. Giacomo Squeo (Università di Bari) per la fornitura dei campioni e la collaborazione al lavoro.

Riferimenti bibliografici:

Cayuela, J. A. (2017). Rapid NIR determination of alkyl esters in virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 68, e195.

Reg. EU 2016/2095. Official Journal of the European Union 326/1-6.

Reg. EU 2011/61. Official Journal of the European Union 23/1-14.

**Francesco Savorani****Lipids in a nutshell: quickly assess the lipidic content in hazelnuts using NIR spectroscopy**F. Savorani^{1*}, E. Cazzaniga¹, Nicola Cavallini¹, A. Giraudo¹¹ Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino,
Corso Duca degli Abruzzi 24 - 10129 Torino

*Corresponding author: francesco.savorani@polito.it

Hazelnuts (*Corylus avellana* L.) are one of the most consumed dry fruits all over the world (Oliveira, et al., 2008). Their success is correlated with their nutraceutical properties, which show a high content in lipids with high nutritional value (Köksal, Artik, Şimşek, & Güneş, 2006). In the present work, we investigate the possibility of using near infrared (NIR) spectroscopy, using both an expensive benchtop spectrometer and a cheap portable instrument, to obtain information concerning the lipids and polyphenols contents of 57 samples of hazelnuts, mainly differing by country of origin (Italy, South America, Turkey, Georgia and Azerbaijan). To this aim, two near-infrared (NIR) instruments were used: a benchtop FT-NIR spectrometer (Multi-Purpose Analyser-MPA, by Bruker) equipped with an integrating sphere and the handheld, battery powered SCiO Pocket molecular sensor (by Consumer Physics).

The collected NIR spectra were inspected through multivariate data analysis. Firstly, a Principal Component Analysis (PCA) model was built to explore the information contained in the samples. Then, a Partial Least Square (PLS) regression model was developed to predict the lipids and polyphenols contents. The MPA instrument showed the best results both for PCA and regression models. The PLS-regression results regarding the lipids content showed much better performances than the polyphenols. The robustness of the model was tested through cross-validation and the regression parameters were $R^2 = 0.807$ and $RMSE = 0.839$ (% of lipidic content) in calibration and $RMSEP = 0.609$ in prediction for the lipids, while the same parameters for the polyphenols were much lower, respectively $R^2 = 0.606$ and $RMSE = 0.621$ (mg GAE/g nut) in calibration and $RMSEP = 1.071$ in prediction. Due to its limited NIR spectral range, the results obtained through the SCiO portable instrument were not considered suitable for a reliable application to these purposes.

Keywords: food, hazelnuts, chemometrics, NIR calibration**Acknowledgements:** Prof. Giuseppe Zeppa of the Dept. of Agricultural, Forestry and Food Sciences of the University of Turin, is acknowledged for providing all the hazelnuts' samples from different origins, ground to have the same granulometry.**REFERENCES**

- Köksal, A. I., Artik, N., Şimşek, A., & Güneş, N. (2006). Nutrient composition of hazelnut (*Corylus avellana* L.) varieties cultivated in Turkey. *Food Chemistry*, 99, 509-515.
- Oliveira, I., Sousa, A., Sa Morais, J., Ferreira, I. C., Bento, A., Estevinho, L., & Pereira, J. A. (2008). Chemical composition, and antioxidant and microbial activities of three hazelnut (*Corylus avellana* L.) cultivars. *Food and Chemical Toxicology*, 1801-1807.

**Francesco Savorani**

Lipidi “in a nutshell”: valutazione rapida del contenuto lipidico di nocciole attraverso spettroscopia NIR

F. Savorani^{1*}, E. Cazzaniga¹, Nicola Cavallini¹, A. Giraudo¹¹ Dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24 - 10129 Torino

*Corresponding author: francesco.savorani@polito.it

Le nocciole (*Corylus avellana* L.) rappresentano uno dei tipi di frutta secca più consumata in tutto il mondo (Oliveira, et al., 2008). Questo successo è dovuto alle loro proprietà nutraceutiche, dovute, tra l'altro, ad un elevato contenuto in lipidi ad alto valore nutrizionale (Köksal, Artik, Şimşek, & Güneş, 2006). In questo lavoro, è stata investigata la possibilità di usare la spettroscopia nel vicino infrarosso (Near Infra-Red spectroscopy), usando sia un costoso spettrometro da banco, sia un economico strumento portatile, per ottenere informazioni riguardanti il contenuto in lipidi e polifenoli su 57 campioni di nocciole, diversi tra loro principalmente in base all'origine (Italia, sud America, Turchia, Georgia e Azerbaijan). A tal fine, sono stati usati due strumenti NIR differenti: uno spettrometro FT-NIR da banco (Multi Purpose Analyser-MPA, Bruker), equipaggiato con una sfera d'integrazione, e uno spettrometro portatile e alimentato a batteria, SCiO Power Molecular Sensor (Consumer Physics).

Gli spettri infrarossi acquisiti sono stati ispezionati attraverso analisi multivariata. Inizialmente è stato costruito un modello esplorativo attraverso Principal Component Analysis (PCA), per evidenziare l'informazione contenuta nei campioni. Successivamente è stato sviluppato un modello di regressione attraverso Partial Least Square (PLS), per predire il contenuto in lipidi e polifenoli. Lo strumento MPA ha dato i risultati migliori sia per PCA che per i modelli di regressione. I risultati ottenuti con PLS in riferimento al contenuto lipidico sono migliori rispetto a quelli per il contenuto di polifenoli. La robustezza del modello è stata testata attraverso cross-validation e i parametri di regressione ottenuti sono $R^2 = 0.807$ e $RMSE = 0.839$ (% contenuto lipidi) in calibrazione e $RMSEP = 0.609$ in predizione per i lipidi, mentre gli stessi parametri per i polifenoli sono decisamente più bassi, rispettivamente $R^2 = 0.606$ e $RMSE = 0.621$ (mg GAE/g nocciola) in calibrazione e $RMSEP = 1.071$ in predizione. A causa del suo range spettrale limitato nella zona vicino infrarosso, i risultati ottenuti con lo strumento portatile SCiO non sono stati considerati idonei a un'applicazione affidabile per questi scopi.

Parole chiave: cibo, nocciole, chemiometria, calibrazione NIR**Ringraziamenti:** Prof. Giuseppe Zeppa del Dip. di Scienze Agricole, Forestali e Alimentari dell'Università di Torino, è ringraziato per aver fornito tutti i campioni di nocciole di diversa provenienza, tritati in modo da avere la stessa granulometria.**Riferimenti bibliografici:**

Köksal, A. I., Artik, N., Şimşek, A., & Güneş, N. (2006). Nutrient composition of hazelnut (*Corylus avellana* L.) varieties cultivated in Turkey. *Food Chemistry*, 99, 509-515.

Oliveira, I., Sousa, A., Sa Morais, J., Ferreira, I. C., Bento, A., Estevinho, L., & Pereira, J. A. (2008). Chemical composition, and antioxidant and microbial activities of three hazelnut (*Corylus avellana* L.) cultivars. *Food and Chemical Toxicology*, 1801-1807.



Myriam Catalá

NIRS global molecular fingerprint of biobank sera of Hepatitis C patients: a promising tool for rapid diagnosis and prognosis of viral human diseases

José Gómez*¹, Jennifer Gonzalo¹, Sergio Salguero³, Daniel Riado³,
Óscar Barquero-Pérez², María L. Casas³, María L. Gutiérrez³, Elena Jaime³, Enrique Pérez¹, Rafael García-
Carretero⁴, Javier Ramos², Conrado Fernández³ and Myriam Catalá¹

¹ Department of Biology and Geology, Physics and Inorganic Chemistry, ESCET,
University Rey Juan Carlos. Móstoles, Madrid, Spain

² Department of Signal Theory and Communications, ETSIT, University Rey Juan Carlos.
Fuenlabrada, Madrid, Spain

³ Hospital Universitario Fundación de Alcorcón, Alcorcón, Spain.

⁴ Hospital Universitario Móstoles, Móstoles, Spain.

*Corresponding author

The COVID pandemic has highlighted the need for rapid and non-destructive methods for diagnosis and prognosis of viral diseases. Hepatitis C virus (HCV) infection is an often asymptomatic disease in its early stages, where viremia persists and the infection becomes chronic. HCV can cause varying degrees of fibrosis, which even can lead to cirrhosis and hepatocellular carcinoma. In addition, advanced stages of HCV infection can alter some serum parameters such as circulating proteins and glucemia. However, there is no rapid and inexpensive technique available for the accurate detection of these types of viremias. NIRS is an accurate technique, easy to use, with a low-cost analysis, it performs a fast measurement, does not destroy the sample and does not generate polluting residues. Therefore, the development of methods for rapid diagnosis of viremias by NIRS would be a major breakthrough in clinical medicine. Our general goal is to develop a diagnostic and prognostic tool of HCV-infected patients based on the NIR spectrum of human skin. For this purpose, we obtained biobank serum samples from HCV patients (N=151), collected between 2000 and 2010. Then, we obtained serum NIRS global molecular fingerprint (GMF) and related each peak to a functional group using NIRS absorption band tables of different functional groups. The HCV serum GMF representative peaks correspond to water (several molecular species), glucose, proteins and saturated/unsaturated lipids. The Principal Components Analysis shows clear differences between sera with detectable HCV levels and those negative. This study establishes the basis for future lines of research that will allow the identification of biomarkers for the diagnosis, prognosis and follow-up of HCV-infected patients based on serum NIRS spectra.

Keywords: PLS, NIRS, biomolecules, human serum, HCV, water.

Acknowledgements: First Author gratefully acknowledges to biobank of the Hospital Universitario Fundación Alcorcón for providing us with the serum samples and to the Nutrilab laboratory, which is part of the RedLabu (URJC), which has allowed the use of the facilities and the Perkin Elmer FT-NIR spectrophotometer of the 100N series to perform the experimental part of the project.



Myriam Catalá

Impronta molecolare globale NIRS dei sieri della biobanca di pazienti con epatite C: uno strumento promettente per la diagnosi rapida e la prognosi delle malattie umane virali

José Gómez*¹, Jennifer Gonzalo¹, Sergio Salguero³, Daniel Riado³, Óscar Barquero-Pérez², María L. Casas³, María L. Gutiérrez³, Elena Jaime³, Enrique Pérez¹, Rafael García-Carretero⁴, Javier Ramos², Conrado Fernández³ and Myriam Catalá¹

¹ Departamento de Biología y Geología, Física y Química Inorgánica, ESCET, Universidad Rey Juan Carlos. Móstoles, Madrid, Spagna

² Departamento de Teoría de la Señal y Comunicaciones, ETSIT, Universidad Rey Juan Carlos. Fuenlabrada, Madrid, Spagna

³ Hospital Universitario Fundación de Alcorcón, Alcorcón, Spagna.

⁴ Hospital Universitario Móstoles, Móstoles, Spagna.

*Corresponding author

La pandemia di COVID ha evidenziato la necessità di metodi rapidi e non distruttivi per la diagnosi e la prognosi delle malattie virali. L'infezione da virus dell'epatite C (HCV) è una malattia spesso asintomatica nelle sue fasi iniziali, dove la viremia persiste e l'infezione diventa cronica. L'HCV può causare vari gradi di fibrosi, che possono anche portare alla cirrosi e al carcinoma epatocellulare. Inoltre, le fasi avanzate dell'infezione da HCV possono alterare alcuni parametri sierici come le proteine circolanti e la glucemia. Tuttavia, non esiste una tecnica rapida e poco costosa per il rilevamento accurato di questi tipi di viremie. La NIRS è una tecnica accurata, facile da usare, con un'analisi a basso costo, esegue una misurazione rapida, non distrugge il campione e non genera residui inquinanti. Pertanto, lo sviluppo di metodi per la diagnosi rapida delle viremie tramite NIRS sarebbe un importante passo avanti nella medicina clinica. Il nostro obiettivo generale è quello di sviluppare uno strumento diagnostico e prognostico dei pazienti infetti da HCV basato sullo spettro NIR della pelle umana. A questo scopo, abbiamo ottenuto campioni di siero della biobanca di pazienti con HCV (N=151), raccolti tra il 2000 e il 2010. Poi, abbiamo ottenuto l'impronta digitale molecolare globale NIRS del siero (GMF) e collegato ogni picco a un gruppo funzionale usando le tabelle delle bande di assorbimento NIRS di diversi gruppi funzionali. I picchi rappresentativi del GMF del siero HCV corrispondono all'acqua (diverse specie molecolari), al glucosio, alle proteine e ai lipidi saturi/insaturi. L'analisi delle componenti principali mostra chiare differenze tra i sieri con livelli di HCV rilevabili e quelli negativi. Questo studio stabilisce le basi per future linee di ricerca che permetteranno l'identificazione di biomarcatori per la diagnosi, la prognosi e il follow-up dei pazienti con infezione da HCV sulla base degli spettri NIRS del siero.

Parole chiave: PLS, NIRS, biomolecole, siero umano, HCV, acqua.

Riconoscimenti:

Il primo autore riconosce con gratitudine alla biobanca dell'Hospital Universitario Fundación Alcorcón per averci fornito i campioni di siero e al laboratorio Nutrilab, che fa parte del RedLabu (URJC), che ha permesso l'uso delle strutture e lo spettrofotometro Perkin Elmer FT-NIR della serie 100N per eseguire la parte sperimentale del progetto.



José Gómez

Comparative sex study of the near-infrared spectrum of human skin

José Gómez^{*1}, Patricia Píneros¹, Enrique Pérez¹, Óscar Barquero-Pérez², Myriam Catalá¹

¹ Department of Biology and Geology, Physics and Inorganic Chemistry, ESCET, University Rey Juan Carlos. Móstoles, Madrid, Spain

² Department of Signal Theory and Communications, ETSIT, University Rey Juan Carlos. Fuenlabrada, Madrid, Spain

*Corresponding author

Skin is one of the largest organs of the body, acting as a barrier to numerous perturbations, whose composition vary according to different systemic physiological variables. NIRS is a fast, accurate, safe and low-cost technique. NIRS is also an easy to use technique that does not destroy the sample and does not generate polluting residues. The association of NIR spectra of human skin with physiological variables would allow the development of methods capable of detecting alterations and pathologies. General objective of this work is to study the differences in the NIR spectrum of human skin according to sexual dimorphism. For this purpose, we obtained spectres of the 10 fingers of the hands of 106 volunteers, together with sex and age. The mean spectrum shows 15 characteristic peaks associated with important biomolecules such as different molecular species of water, urea, proteins, glucides, saturated/insaturated lipids and nucleic acids. In the comparison between the mean spectra of men and women skin we observed differences mainly in water, lipids, glucides and urea. Other compounds show also small differences. This indicates that there are differences between the interaction of the same compounds according to sex that can be detected by spectroscopy. We also perform a PLS that is able to find sex differences in the training data set, but it is not able to predict sex in the test data set. Future experiments with more complex machine learning techniques will be necessary to develop a model capable of distinguishing sex from NIRS spectra of the skin.

Keywords: NIRS, skin, biomolecules, sex, sexual dimorphism, PLS.

Acknowledgements: First Author gratefully acknowledges to the Nutrilab laboratory, which is part of the RedLabu (URJC), which has allowed the use of the facilities and the Perkin Elmer FT-NIR spectrophotometer of the 100N series to perform the experimental part of the project.



José Gómez

Studio comparativo sul sesso dello spettro nel vicino infrarosso della pelle umana

José Gómez^{*1}, Patricia Píneros¹, Enrique Pérez¹, Óscar Barquero-Pérez², Myriam Catalá¹

¹ Departamento de Biología y Geología, Física y Química Inorgánica, ESCET, Universidad Rey Juan Carlos. Móstoles, Madrid, Spagna

² Departamento de Teoría de la Señal y Comunicaciones, ETSIT, Universidad Rey Juan Carlos. Fuenlabrada, Madrid, Spain

*Corresponding author

La pelle è uno dei più grandi organi del corpo, agendo come una barriera a numerose perturbazioni, la cui composizione varia a seconda delle diverse variabili fisiologiche sistemiche. La NIRS è una tecnica veloce, accurata, sicura e a basso costo. NIRS è anche una tecnica facile da usare che non distrugge il campione e non genera residui inquinanti. L'associazione degli spettri NIR della pelle umana con variabili fisiologiche permetterebbe lo sviluppo di metodi in grado di rilevare alterazioni e patologie. L'obiettivo generale di questo lavoro è studiare le differenze nello spettro NIR della pelle umana secondo il dimorfismo sessuale. A tal fine, abbiamo ottenuto gli spettri delle 10 dita delle mani di 106 volontari, insieme al sesso e all'età. Lo spettro medio mostra 15 picchi caratteristici associati a importanti biomolecole come diverse specie molecolari di acqua, urea, proteine, glucidi, lipidi saturi/insaturi e acidi nucleici. Nel confronto tra gli spettri medi della pelle di uomini e donne abbiamo osservato differenze principalmente in acqua, lipidi, glucidi e urea. Altri composti mostrano anche piccole differenze. Questo indica che ci sono differenze tra l'interazione degli stessi composti secondo il sesso che possono essere rilevate dalla spettroscopia. Eseguiamo anche un PLS che è in grado di trovare le differenze di sesso nel set di dati di allenamento, ma non è in grado di prevedere il sesso nel set di dati di test. Saranno necessari futuri esperimenti con tecniche di apprendimento automatico più complesse per sviluppare un modello in grado di distinguere il sesso dagli spettri NIRS della pelle.

Parole chiave: NIRS, pelle, biomolecole, sesso, dimorfismo sessuale, PLS.

Riconoscimenti: Il primo autore ringrazia il laboratorio Nutrilab, che fa parte del RedLabu (URJC), che ha permesso l'uso delle strutture e dello spettrofotometro Perkin Elmer FT-NIR della serie 100N per eseguire la parte sperimentale del progetto.



Tiziana Cattaneo

Moisture content and water activity monitoring during solar drying processes with a portable NIR

L. Marinoni^{1*}, T.M.P. Cattaneo^{1,3}, M. Fibiani¹, M. Vanoli¹, R. Lo Scalzo¹, S. Barzaghi²

¹ CREA Research Centre for Engineering and Agro-Food Processing, Via G. Venezian, 26, 20133 Milan, Italy, laura.marinoni@crea.gov.it; tiziana.cattaneo@crea.gov.it; marta.fibiani@crea.gov.it; roberto.loscalzo@crea.gov.it

² CREA Research Centre for Animal Production and Aquaculture, Via A. Lombardo, 11, 26900 Lodi, Italy; stefania.barzaghi@crea.gov.it

³ PhD student, DAFNE, Tuscia University, Viterbo, ITALY, tiziana.cattaneo@crea.gov.it

*laura.marinoni@crea.gov.it

Two innovative mild solar drying processes on slices of white onion and summer melon were carried out. During the whole process, NIR spectra were collected in reflectance mode, between 900 and 1700 nm, using the MicroNIR OnSite-W (VIAVI Solutions S.r.l., Italy) portable spectrometer. Spectra were acquired continuously throughout the process by placing the thermally insulated NIR probe over a sample slice. Samplings were performed every 90 minutes for the determination of: weight; moisture content (MC); water activity (a_w). The drying process was stopped when the samples reached a constant weight. During the process, data for the external and internal air temperature and relative humidity were recorded as well. MC and a_w of processed onion varied from 90.3 to 16.3% and from 0.9975 to 0.4552, respectively. Summer melon a_w varied from 0.9994 to 0.4666. Partial least square regressions showed good prediction ability for the determined parameters. Onion MC: $R^2CV = 0.94$; $RMSECV=6.4\%$; onion a_w : $R^2CV = 0.95$; $RMSECV=0.05$; summer melon a_w : $R^2CV = 0.97$; $RMSECV=0.04$. The PLS models were then used to predict the parameters profiles along the process. Generally, the predicted parameters resulting from the NIR spectra provided a good estimation of the data measured offline, describing the trend of these parameters during the whole process. These preliminary results were useful for monitoring the progress of the process. Furthermore, real-time prediction of a_w provided a useful tool for defining the end of the dehydration process and suggesting the potential safety of the final product. Given the $RMSECV$, the MC model should be improved by adding samples with $MC < 20\%$. The MC calibrations for the summer melon samples are in progress.

Keywords: portable NIR, onion, summer melon, continuous monitoring, moisture, a_w

Acknowledgements: This study was funded from the Italian Ministry of Agriculture, Agridigit project, subproject Agrofiliere (D.M. 36503/7305/2018, approved on 20 December 2018).



Tiziana Cattaneo

Monitoraggio di umidità e attività dell'acqua in processi di essiccazione solare mediante NIR portatile

L. Marinoni^{1*}, T.M.P. Cattaneo^{1,3}, M. Fibiani¹, M. Vanoli¹, R. Lo Scalzo¹, S. Barzaghi²

¹ CREA Centro di Ricerca Ingegneria e Trasformazioni agroalimentari, Via G. Venezian, 26, 20133 Milano, Italia, laura.marinoni@crea.gov.it; tiziana.cattaneo@crea.gov.it; marta.fibiani@crea.gov.it; roberto.loscalzo@crea.gov.it

² CREA Centro di Ricerca Zootecnia e Acquacoltura, Via A. Lombardo, 11, 26900 Lodi, Italia; stefania.barzaghi@crea.gov.it

³ PhD student, DAFNE, Tuscia University, Viterbo, ITALY, tiziana.cattaneo@crea.gov.it
[*laura.marinoni@crea.gov.it](mailto:laura.marinoni@crea.gov.it)

Due processi di essiccamento solare sono stati condotti su fette di cipolla bianca e melone estivo. Durante l'intero processo, gli spettri NIR sono stati raccolti in riflettanza, tra 900 e 1700 nm, utilizzando uno spettrometro portatile MicroNIR OnSite-W (VIAMI Solutions S.r.l., Italia). Gli spettri sono stati acquisiti in continuo durante tutto il processo posizionando la sonda NIR, isolata termicamente, a diretto contatto con il campione. Ogni 90 minuti sono stati effettuati campionamenti per la determinazione di: peso; contenuto di umidità (U); attività dell'acqua (aw). Il processo è stato considerato terminato al raggiungimento di un peso costante. Durante la trasformazione sono stati registrati anche i dati relativi alla temperatura dell'aria esterna e interna e all'umidità relativa. Per quanto riguarda la cipolla, U e aw variavano rispettivamente dal 90,3 al 16,3% e da 0,9975 a 0,4552. Per il melone estivo, aw variava da 0,9994 a 0,4666. I modelli PLS hanno mostrato una buona capacità di predizione per i parametri allo studio (U cipolla: R2CV = 0,94 e RMSECV=6,4%; aw cipolla: R2CV = 0,95 e RMSECV=0,05; aw melone estivo: R2CV = 0,97 e RMSECV=0,04). I modelli PLS sono stati poi utilizzati per predire i valori dei parametri allo studio durante il processo. In generale, i parametri predetti hanno fornito una buona stima dei dati ottenuti offline, descrivendo adeguatamente l'andamento degli stessi durante l'essiccamento. Inoltre, la predizione in tempo reale di aw può essere uno strumento utile per individuare la fine del processo di disidratazione. I valori predetti di aw suggeriscono la potenziale salubrità del prodotto finale. Considerato il valore di RMSECV, il modello U dovrebbe essere implementato aggiungendo campioni con U <20%. È in corso la costruzione dei modelli predittivi per il parametro U per il melone estivo.

Parole chiave: NIR portatile, cipolla, melone estivo, monitoraggio in continuo, umidità, aw

Ringraziamenti: Questo studio è stato finanziato dal MiPAAF, progetto Agridigit, sottoprogetto Agrofiliere (D.M. 36503/7305/2018, approvato il 20 dicembre 2018).



Veronica Ferrari

NIR Hyperspectral imaging for the detection of *Halyomorpha halys* punctures on pears

V. Ferrari^{*}, R. Calvini¹, C. Menozzi¹, L. Maistrello¹, A. Ulrici¹

¹ Department of Life Sciences, University of Modena and Reggio Emilia. Pad. Besta,
Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italy

^{*}Corresponding author: veronica.ferrari@unimore.it

In the last decades, *Halyomorpha halys* emerged as a highly invasive pest causing serious damages to several agricultural crops making products unmarketable. Emilia-Romagna region was one of the areas of first occurrence of this pest in Europe. This region is also one of the most important for fruit production, accounting for 70% of pear cultivation in Italy. Since its discovery, *H. halys* caused severe economic losses to pear orchards, where in some cases more than 50% of harvested fruits presented damages due to punctures of this bug (Maistrello et al., 2017).

Near infrared hyperspectral imaging (NIR-HSI) can be suitable to identify damaged fruits during postharvest sorting to preserve pears quality. To this aim, hyperspectral images of punctured pears and control fruits were acquired in the 1156-1674 nm range at six subsequent times.

A preliminary image exploratory analysis step was performed using Principal Component Analysis (PCA) to point out the differences between sound and punctured areas. Nevertheless, the identification of Regions of Interest (ROIs) ascribable to the punctured regions resulted difficult, due to their strongly irregular shapes and blurred edges between sound and damaged areas.

To overcome this issue, a supervised annotation of punctured regions based on data dimensionality reduction methods was carried out, using the hyperspectrograms approach and spatial feature selection (Ferrari et al., 2013).

The conversion of the hyperspectral images into hyperspectrograms allowed to perform image-level classification between sound and punctured fruits, and to select relevant spatial features ascribable to the presence of punctures using interval Partial Least Squares Discriminant Analysis algorithm (iPLS-DA) (Ferrari et al., 2015). The features of interest were then visualized back into the original image domain, allowing an automatic selection of ROIs corresponding to punctured areas.

Keywords: Pests damage detection, pears, data dimensionality reduction, hyperspectral imaging, variable selection, multivariate classification

Acknowledgements: Study developed in the frame of HALY.ID project, which is part of ERA-NET Cofund ICT-AGRI-FOOD, with funding provided by national sources (Ministero delle politiche agricole e forestali, MIPAAF) and co-funding by the European Union's Horizon 2020 research and innovation program, Grant Agreement number 862671.

REFERENCES

Ferrari, C., Foca, G., Calvini, R., Ulrici, A., 2015. Fast exploration and classification of large hyperspectral image datasets for early bruise detection on apples. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 146, 108–119. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2015.05.016>

Ferrari, C., Foca, G., Ulrici, A., 2013. Handling large datasets of hyperspectral images: Reducing data size without loss of useful information. *Analytica Chimica Acta* 802, 29–39. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2013.10.009>



Maistrello, L., Vaccari, G., Caruso, S., Costi, E., Bortolini, S., Macavei, L., Foca, G., Ulrici, A., Bortolotti, P.P., Nannini, R., Casoli, L., Fornaciari, M., Mazzoli, G.L., Dioli, P., 2017. Monitoring of the invasive *Halyomorpha halys*, a new key pest of fruit orchards in northern Italy. *Journal of Pest Science* 90, 1231-1244. <https://doi.org/10.1007/s10340-017-0896-2>

Veronica Ferrari

Applicazione dell'Imaging iperspettrale nel vicino infrarosso per l'identificazione di danni causati da *Halyomorpha halys* su pere

V. Ferrari^{*}, R. Calvini¹, C. Menozzi¹, L. Maistrello¹, A. Ulrici¹

¹ Dipartimento di Scienze della Vita, Università di Modena e Reggio Emilia. Pad. Besta, Via Amendola, 2, 42122, Reggio Emilia, Italia

^{*}Corresponding author: veronica.ferrari@unimore.it

Negli ultimi decenni l'introduzione di specie aliene invasive come *Halyomorpha halys* ha compromesso la produzione agroalimentare, causando ingenti danni economici. Una delle prime regioni a segnalare la presenza di *H. halys* è stata l'Emilia-Romagna, area geografica tra le più significative per la produzione frutticola a livello nazionale, in particolare per la produzione di pere. *H. halys* ha causato notevoli danni economici nei frutteti di pere, dove in alcuni casi il danno alla raccolta ha superato il 50% (Maistrello et al., 2017). Al fine di implementare sistemi di smistamento in post-raccolta, l'imaging iperspettrale nel vicino infrarosso offre potenzialità promettenti per la rilevazione dei danni inflitti da *H. halys*. A questo scopo sono state acquisite immagini iperspettrali nel range 1156-1674 nm di pere punte e pere di controllo in sei tempi successivi.

Le immagini sono state inizialmente elaborate mediante PCA per visualizzare le differenze fra aree danneggiate e sane. Tuttavia, la chiara identificazione di ROIs (Regions of Interest) relative alle aree punte risulta piuttosto difficile a causa della forma irregolare del danno causato dalle punture e dai margini poco definiti tra aree sane ed aree danneggiate. Per superare questo problema è stato implementato un metodo per la selezione automatica delle zone danneggiate basato sull'utilizzo degli iperspettrogrammi per ridurre la dimensionalità dei dati e sull'applicazione di metodi di selezione di variabili per identificare features spaziali riconducibili alle punture (Ferrari et al., 2015, 2013). In particolare, le immagini iperspettrali sono state convertite nei corrispondenti iperspettrogrammi e questi segnali sono stati quindi impiegati per calcolare dei modelli di classificazione mediante l'applicazione dell'algoritmo interval Partial Least Squares-Discriminant Analysis (iPLS-DA), il quale ha permesso anche di identificare le features più rilevanti ai fini della classificazione. Le variabili così selezionate sono state ricostruite nel dominio originale delle immagini, permettendo la selezione automatica delle ROIs corrispondenti alle aree punte da *H. halys*.

Parole chiave: rilevazione danni da infestanti, pere, data dimensionality reduction, imaging iperspettrale, selezione di variabili, classificazione multivariata

Ringraziamenti: Studio elaborato nell'ambito del progetto HALY.ID, ERA-NET Cofund ICT-AGRI-FOOD, finanziato dal Ministero delle politiche agricole e forestali, MIPAAF e co-finanziato dal programma di ricerca e innovazione dell'Unione Europea Horizon 2020, Grant Agreement number 862671.



Riferimenti bibliografici:

Ferrari, C., Foca, G., Calvini, R., Ulrici, A., 2015. Fast exploration and classification of large hyperspectral image datasets for early bruise detection on apples. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 146, 108–119. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2015.05.016>

Ferrari, C., Foca, G., Ulrici, A., 2013. Handling large datasets of hyperspectral images: Reducing data size without loss of useful information. *Analytica Chimica Acta* 802, 29–39. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2013.10.009>

Maistrello, L., Vaccari, G., Caruso, S., Costi, E., Bortolini, S., Macavei, L., Foca, G., Ulrici, A., Bortolotti, P.P., Nannini, R., Casoli, L., Fornaciari, M., Mazzoli, G.L., Dioli, P., 2017. Monitoring of the invasive *Halyomorpha halys*, a new key pest of fruit orchards in northern Italy. *Journal of Pest Science* 90, 1231–1244. <https://doi.org/10.1007/s10340-017-0896-2>



Manuela Mancini

NIR spectroscopy as a tool for obtaining resilient and high-quality strawberry cultivars

Manuela Mancini^{*}, Elena Leoni¹, Luca Mazzoni¹, Rohullah Qaderi¹, Giuseppe Toscano¹,
Franco Capocasa¹, Bruno Mezzetti¹

¹ Department of Agricultural, Food and Environment Sciences, Università Politecnica delle Marche, Via Brecce
Bianche 2-8, I-60131, Ancona, Italy

*Corresponding author: m.mancini@pm.univpm.it

Strawberry is a small fruit crop with high economic and nutritive value. It is widely produced and consumed because of its characteristic flavour, appearance and richness in nutrients, but its cultivation is highly resource intensive (Li et al., 2019). Food sector is nowadays facing several challenges, among them the environmental impact and food loss along the chain from production to consumers. New resilient cultivars could make the difference, as they can ensure nutritious products, a more sustainable agriculture and limit food wastes (Li et al., 2019).

The main aim of this study is to evaluate the possibility to use Near Infrared (NIR) spectroscopy as a tool for supporting the selection of resilient and high-quality strawberries. In detail, the study set two specific objectives. The former is the early detection of *Botrytis cinerea*, one of the most devastating disease, as it can avoid the large-scale spread of disease as well as food loss. The latter deals with the rapid identification of desired fruit quality traits for the selection of new cultivars, speeding up the process of genetic improvement. Strawberry fruits of five different cultivars were harvested and immediately shipped to the lab. After sterilization, half of the fruits were contaminated by *B. cinerea*, while the other half was used as control. All samples were daily analysed by means of NIR spectrophotometer and the degree of infection visually stated. As last, soluble solid and acidity contents were analysed. Principal Component Analysis (PCA) was applied i) to investigate the possibility to early detect *B. cinerea* and ii) to search for groupings among the samples according to the fruit quality characteristics.

The results demonstrated as NIR spectroscopy could be used as a tool for selecting new cultivars with characteristics of resilience and consumer-desirable fresh-fruit cultivars with high nutritional quality.

Keywords: breeding, cultivars, food loss, early detection, PCA, spectroscopy

Acknowledgements: Authors gratefully acknowledge receiving funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme (grant agreement No 101000747) and from PRIMA- Partnership for Research and Innovation in the Mediterranean Area 2019-2022 MEDBERRY project.

REFERENCES

Li, S., Luo, H., Hu, M., Zhang, M., Feng, J., Liu, Y., Dong, Q., Liu, B., 2019. Optical non-destructive techniques for small berry fruits: A review. *Artif. Intell. Agric.* 2, 85-98. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.aiia.2019.07.002>



Manuela Mancini

La spettroscopia NIR come strumento per ottenere cultivar di fragole resilienti e di alta qualità

Manuela Mancini^{*}, Elena Leoni¹, Luca Mazzoni¹, Rohullah Qaderi¹, Giuseppe Toscano¹, Franco Capocasa¹, Bruno Mezzetti¹

¹ Dipartimento di Scienze Agrarie, Alimentari ed Ambientali, Università Politecnica delle Marche, Via Brecce Bianche 2-8, I-60131, Ancona, Italia
^{*}m.mancini@pm.univpm.it

La fragola è un piccolo frutto ad alto valore economico e nutritivo. È ampiamente prodotta e consumata per il suo caratteristico sapore, aspetto e ricchezza di sostanze nutritive, ma la sua coltivazione richiede molte risorse (Li et al., 2019). Attualmente, il settore alimentare si trova ad affrontare diverse sfide, tra cui l'impatto ambientale e lo spreco di cibo lungo la filiera, dalla produzione al consumo finale. Avere delle nuove cultivar resilienti potrebbe garantire prodotti nutrienti, un'agricoltura più sostenibile e limitare gli sprechi alimentari (Li et al., 2019).

L'obiettivo principale di questo studio è valutare l'utilizzo della spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) come strumento per supportare la selezione di fragole resilienti e di alta qualità. Nel dettaglio, gli obiettivi specifici sono due. Il primo è la diagnosi precoce della Botrytis cinerea, una delle malattie fungine più devastanti, così da evitarne la diffusione su larga scala e la conseguente perdita di cibo. Il secondo riguarda l'identificazione rapida dei tratti qualitativi desiderati per la selezione di nuove cultivar, accelerando così il processo di miglioramento genetico. A tal scopo, sono stati raccolti e immediatamente spediti al laboratorio campioni di fragola di cinque diverse cultivar. Dopo la sterilizzazione, metà dei frutti è stata contaminata da *B. cinerea*, mentre l'altra metà è stata utilizzata come controllo. I campioni sono stati analizzati giornalmente mediante spettrofotometro NIR e il grado di infezione è stato assegnato visivamente. Infine è stato analizzato il contenuto di solidi solubili e di acidità. L'analisi delle componenti principali (PCA) è stata utilizzata per i) valutare la possibilità di rilevare precocemente *B. cinerea* e ii) cercare dei raggruppamenti tra i campioni in base alle caratteristiche qualitative del frutto. I risultati hanno dimostrato che la spettroscopia NIR potrebbe essere utilizzata per selezionare nuove cultivar con caratteristiche di resilienza e di elevata qualità nutrizionale per il consumo fresco, quindi apprezzate dal consumatore.

Parole chiave: breeding, cultivars, spreco di cibo, diagnosi precoce, PCA, spettroscopia

Ringraziamenti: Gli autori ringraziano di aver ricevuto finanziamenti dal programma di ricerca e innovazione Horizon 2020 dell'Unione Europea (grant agreement n. 101000747) e da PRIMA-Partnership for Research and Innovation in the Mediterranean Area 2019-2022 progetto MEDBERRY.

Riferimenti bibliografici:

Li, S., Luo, H., Hu, M., Zhang, M., Feng, J., Liu, Y., Dong, Q., Liu, B., 2019. Optical non-destructive techniques for small berry fruits: A review. *Artif. Intell. Agric.* 2, 85-98. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.iaia.2019.07.002>



Sara Vignati

Smart-HAND: a low-cost and portable visible/Near Infrared prototype for measuring qualitative parameters of fruits

Sara Vignati ^{1*}, Alessia Pampuri¹, Alessio Tugnolo¹, Valentina Giovenzana¹, Andrea Casson¹,
Martina Zambelli¹, Riccardo Guidetti¹, Roberto Beghi¹

¹ Department of Agricultural and Environmental Sciences - Production, Territory, Agroenergy,
Università degli Studi di Milano, Via Celoria 2, 20133, Milano, Italy

*Corresponding author: sara.vignati@unimi.it

Nowadays, controlling the ripening stage and quality of fruits has become crucial to obtain a high-quality finished product. Conventional ripening and quality analyses are destructive, subjective, time-consuming, and unsustainable because they often require chemicals and sample-preparation. The current methods are analytical chemical analyses and visual evaluations based on operator's skills. On the other hand, optical sensing technologies are a feasible alternative, as they are non-destructive, rapid and objective. However, the available and commercial spectrophotometers are highly expensive instruments, and they cannot be used for measurements in field. Consequently, researchers are focusing on the development of portable, simple, and user-friendly devices, which can also maintain comparable performance with bench top instruments.

Smart-HAND (Smart Handheld Analyzer Non Destructive) is a low-cost visible/near-infrared optical prototype which is composed by photodiode arrays, filters, LED, miniaturized control hardware and is equipped with 6-channel digital sensors each one. The Vis-sensor measures at 450, 500, 550, 570, 600 and 650 nm and the SW-NIR sensor gets optical information at 610, 680, 730, 760, 810 and 860 nm. The device was utilised to assess qualitative and ripening characteristics of olives and on grapes using spectroscopic data and predictive modelling (e.g. PLS - Partial Least Square). In both applications, the results have shown that the optical prototype can provide useful information related to the fruit ripeness. Further studies could improve the TRL of the device and the predictive ability of the models in order to support destructive analyzes until the last goal of replacing them.

Keywords: portable device, cost effective, field measurement, vis/NIR, chemometrics.

REFERENCES

- Casson, A., Beghi, R., Giovenzana, V., Fiorindo, I., Tugnolo, A., & Guidetti, R. (2020). Environmental advantages of visible and near infrared spectroscopy for the prediction of intact olive ripeness. *Biosystems Engineering*, 189, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2019.11.003>
- Giovenzana, V., Beghi, R., Civelli, R., & Guidetti, R. (2015). Optical techniques for rapid quality monitoring along minimally processed fruit and vegetable chain. *Trends in Food Science & Technology*, 46(2), 331-338. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2015.10.006>
- Pampuri, A., Giovenzana, V., Beghi, R., Tugnolo, A., Casson, A., & Guidetti, R. (2021). Smart-HAND: a simplified LED device for intact olives quality evaluation. In *International Conference on Near Infrared Spectroscopy (ICNIRS)*.
- Wu, D., & Sun, D. W. (2013). Advanced applications of hyperspectral imaging technology for food quality and safety analysis and assessment: A review - Part I: Fundamentals. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 19, 1-14. <https://doi.org/10.1016/J.IFSET.2013.04.014>



Sara Vignati

Smart-HAND: un prototipo portatile e basso costo per la misurazione di parametri qualitativi della frutta nel visibile e vicino infrarosso

Sara Vignati ^{1*}, Alessia Pampuri¹, Alessio Tugnolo¹, Valentina Giovenzana¹, Andrea Casson¹,
Martina Zambelli¹, Riccardo Guidetti¹, Roberto Beghi¹

¹ Dipartimento di Scienze Agrarie e Ambientali – Produzione, Territorio, Agroenergia, Università degli Studi di
Milano, Via Celoria 2, 20133, Milano, Italia

*Corresponding author: sara.vignati@unimi.it

Attualmente, il controllo della fase di maturazione e della qualità dei frutti è diventato fondamentale per ottenere un prodotto finito di alta qualità. Generalmente, le analisi relative al grado di maturazione e alla qualità sono distruttive, soggettive, dispendiose in termini di tempo e non sostenibili, perché richiedono l'utilizzo di reagenti chimici e la preparazione dei campioni. I metodi attualmente utilizzati sono le analisi chimiche e le valutazioni visive basate sulle capacità dell'operatore. Dall'altro lato, le tecnologie ottiche sono una valida alternativa, in quanto sono non distruttive, rapide e obiettive. Tuttavia, gli spettrofotometri disponibili e commerciali sono strumenti molto costosi e non possono essere utilizzati per le misurazioni in condizioni di campo. Di conseguenza, la ricerca si sta interessando allo sviluppo di dispositivi portatili, semplici e di facile utilizzo, in grado di mantenere anche buone prestazioni comparabili con gli strumenti da banco. Smart-HAND (Smart Handheld Analyzer Non Destructive) è un prototipo ottico a basso costo che lavora nello spettro del visibile-vicino infrarosso ed è composto da fotodiodi, filtri ottici, LED, incorpora hardware miniaturizzato di controllo ed è dotato di sensori digitali a 6 canali ciascuno. Il sensore Vis misura a 450, 500, 550, 570, 600 e 650 nm, mentre il sensore SW-NIR ottiene informazioni ottiche a 610, 680, 730, 760, 810 e 860 nm. Il dispositivo è stato utilizzato per valutare le caratteristiche qualitative e di maturazione di olive e di uve utilizzando dati spettroscopici e modelli predittivi (es. PLS – Partial Least Square). In entrambe le applicazioni, i risultati hanno mostrato che il prototipo ottico può fornire informazioni utili relative alla qualità della frutta. Ulteriori studi possono migliorare lo sviluppo del prototipo (TRL) e la capacità predittiva dei modelli al fine di supportare le analisi distruttive fino a sostituirle.

Parole chiave: strumento portatile, basso costo, misurazioni in campo, vis/NIR, chemiometria

Riferimenti bibliografici:

- Casson, A., Beghi, R., Giovenzana, V., Fiorindo, I., Tugnolo, A., & Guidetti, R. (2020). Environmental advantages of visible and near infrared spectroscopy for the prediction of intact olive ripeness. *Biosystems Engineering*, 189, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2019.11.003>
- Giovenzana, V., Beghi, R., Civelli, R., & Guidetti, R. (2015). Optical techniques for rapid quality monitoring along minimally processed fruit and vegetable chain. *Trends in Food Science & Technology*, 46(2), 331-338. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2015.10.006>
- Pampuri, A., Giovenzana, V., Beghi, R., Tugnolo, A., Casson, A., & Guidetti, R. (2021). Smart-HAND: a simplified LED device for intact olives quality evaluation. In *International Conference on Near Infrared Spectroscopy (ICNIRS)*.
- Wu, D., & Sun, D. W. (2013). Advanced applications of hyperspectral imaging technology for food quality and safety analysis and assessment: A review – Part I: Fundamentals. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 19, 1-14. <https://doi.org/10.1016/J.IFSET.2013.04.014>



Paolo Berzaghi

Butter analysis using a low cost pocket size near infrared spectrometer

P Berzaghi^{1, 2*}, X. Yang¹, A. Filippi³, F. Benozzo²

¹ Dipartimento MAPS, Università di Padova,

² GraiNit s.r.l., Padova,

³ Hellma Italia s.r.l., Milano

*Corresponding author paolo.berzaghi@unipd.it

The study used 114 butter samples at De Paoli butter factory. Samples were collected over a period of three months and were analysed for fat (Sohxlet) and moisture (drying oven) content at a commercial laboratory. Samples were scanned at room temperature using a digital light processing (DLP) instrument (GraiNit srl) scanning between 950 and 1650, taking reading at two different spots. Spectral data was linearly interpolated every 2nm and averaged by sample, before calibration development. Calibration were developed using partial least square regression after spectral math pre-treatment which included Standard Normal Variate, Detrend and Savitzky Golay first derivative with delta of 8 datapoints and smoothing size of 41 data points. Number of principle components were optimized by cross validation. All computations were made using open source Sklearn package under Python language. As fat and moisture represent together 96-99% of butter, it is not a surprise that the two variables have similar standard deviations and high correlation ($r = 0.95$). Of all the samples only 4 of them had moisture level above the limit of 16%. Spectra had sharp peak at 1210nm typical of 2nd overtone CH₃ stretching, with a visible bending at 1168nm for the 2nd overtone CH₂ stretching. The second distinct peak was around 1450nm, typical of water absorption, which was quite broad spanning 1350 to 1550 nm and covering some of fat absorption peak at around 1400nm. Calibration performances as indicated by cross validation error, indicated that error of predictions were 0.54% and 0.36%, with RSQcv of 0.88 and 0.94, for fat and moisture respectively. Further work would require to validate these performances with independent samples and if confirmed, it would make this low cost (<5K Euro) useful to accurately monitor butter composition. Its implementation requires the development of mobile application that can operate with cloud based calibrations.

Keywords: handheld instrument, butter quality, cloud predictions

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



Paolo Berzaghi

Analisi del burro mediante spettrometro nel vicino infrarosso tascabile a basso costo

P Berzaghi^{1, 2*}, X. Yang¹, A. Filippi³, F. Benozzo²

¹ Dipartimento MAPS, Università di Padova,

² GraiNit s.r.l., Padova,

³ Hellma Italia s.r.l., Milano

*Corresponding author paolo.berzaghi@unipd.it

Lo studio ha utilizzato 114 campioni di burro presso il burrificio De Paoli. I campioni sono stati raccolti per un periodo di tre mesi e sono stati analizzati per il contenuto di grasso (Sohxlet) e umidità (stufa a 105°C) in un laboratorio commerciale. I campioni sono stati scansionati su due punti diversi a temperatura ambiente, utilizzando uno strumento NIR DLP (Digital light processing; GraiNit srl) scansionando tra 950 e 1650. I dati spettrali sono stati interpolati linearmente ogni 2 nm e mediati per campione prima dello sviluppo della calibrazione. La calibrazione è stata sviluppata utilizzando il metodo PLS, dopo pretrattamento matematico spettrale che includeva Standard Normal Variate, Detrend e la derivata prima Savitzky Golay con un delta di 8 punti dati e una dimensione di smoothing di 41 punti. Il numero di componenti principali è stato ottimizzato mediante cross validazione. Tutti i calcoli sono stati effettuati utilizzando il pacchetto Sklearn open source in linguaggio Python. Poiché il grasso e l'umidità rappresentano insieme il 96-99% del burro, non sorprende che le due variabili abbiano deviazioni standard simili e un'elevata correlazione ($r = 0,95$). Di tutti i campioni solo 4 avevano un livello di umidità superiore al limite del 16%. Gli spettri avevano un picco evidente a 1210 nm tipico dello stretching CH₃ del 2° overtone, con una flessione visibile a 1168 nm per la presenza del 2° overtone CH₂. Il secondo picco distinto era a circa 1450 nm, tipico dell'assorbimento d'acqua, che andava da 1350 a 1550 nm e copriva parte del picco di assorbimento di grasso a 1400 nm. Le prestazioni della calibrazione, come indicato dal SECV, hanno indicato che l'errore era 0,54% e 0,36%, con RSQcv di 0,88 e 0,94, rispettivamente per grasso e umidità. Ulteriori lavori richiederanno la convalida di queste prestazioni con campioni indipendenti e, se confermati, renderebbero questo strumento a basso costo (<5K Euro) utile per monitorare accuratamente la composizione del burro. L'implementazione richiede lo sviluppo di applicazioni in grado di funzionare con calibrazioni sul cloud.

Parole chiave: handheld instrument, butter quality, cloud predictions

Riferimenti bibliografici: Training and Promotion program of China Agricultural University.



René Alexander Herrera Díaz

Potential application of handheld near-infrared sensors for quality control of cannabis sativa L.

Rene Herrera^{1,2*}, Oihana Gordobil²

¹ University of the Basque Country, Chemical and environmental engineering department, Pl. Euro-pa, 1, ²⁰⁰¹⁸, Donostia-San Sebastián, Spain. renealexander.herrera@ehu.eus

² InnoRenew CoE, Livade 6A, ⁶³¹⁰, Izola, Slovenia. oihana.gordobil@innorenew.eu

*Corresponding author: rene.herdi@innorenew.eu

Cannabis sativa L. is an herbaceous specie with multiple uses from fibres to pharmacological components (Andre et al., 2016). The quality control of cannabis samples is of current interest for pharma and forensic activities as well as growers due to its globalized uses and more flexible legislations (Risoluti et al., 2020). The results showed that portable NIR sensors combined with chemometrics could be used as an accurate and fast tool for the quality control of cannabis samples, discriminating samples with high precision according to their pharmacological content (CBD), psychotropic content (THC), as well as differentiating seeds and by-products.

Keywords: cannabis sativa, quality control, NIR sensors, fast tools

Acknowledgements: Rene Herrera gratefully acknowledges receiving funding from the Spanish Ministry of Science and Innovation (IJC2020-043740-I) and the University of the Basque Country UPV/EHU. Oihana Gordobil is grateful for the financial support received from the European Union's Horizon 2020 research and innovation program under the Marie Skłodowska-Curie Action for development of the BIO4CARE project (Grant Agreement #101023389). Authors are grateful to the European Commission for funding the InnoRenew project [Grant Agreement # 739574] under the Horizon2020 Widespread-Teaming program.

REFERENCES

- Andre, C. M., Hausman, J. F., & Guerriero, G., 2016. Cannabis sativa: the plant of the thousand and one molecules. *Frontiers in plant science*, 7, 19. <https://doi.org/10.3389/fpls.2016.00019>
- Risoluti, R., Gullifa, G., Battistini, A., & Materazzi, S. 2020. The detection of cannabinoids in veterinary feeds by microNIR/chemometrics: a new analytical platform. *Analyst*, 145(5), 1777-1782. <https://doi.org/10.1039/C9AN01854A>
- International Training and Promotion program of China Agricultural University.

**Anna Sandak****Discrimination of Modification Process of Wood with Hyperspectral Imaging**

Anna Sandak^{1,2*}, Faksawat Poohphajai³, Rene Herrera Diaz^{1,4}, Veerapandian Ponnu-chamy^{1,2}, Nežka Sajinčič¹, Oihana Gordobil¹, Albert Kravos¹, Richard Acquah^{1,2}, Jakub Sandak^{1,2}

¹ InnoRenew CoE, Livade ⁶, ⁶³¹⁰ Izola, Slovenia

² University of Primorska, Glagoljaška ⁸, ⁶⁰⁰⁰ Koper, Slovenia

³ Aalto University, School of Chemical Engineering, P.O. Box ¹⁶³⁰⁰, ⁰⁰⁰⁷⁶, Aalto, Finland

⁴ University of the Basque Country, San Sebastian, Spain

*anna.sandak@innorenew.eu

Modification processes lead to the enhancement of selected properties of wood. Thermal treatment through exposure to elevated temperatures in a reduced oxygen-content environment is one of the methods that has already reached commercial stage. There are several alternative technologies available that differ in terms of the treatment process conditions, such as sequence of temperature levels and duration of each step, type of atmosphere, use of catalysts, or openness of the system. The overall result is darker wood with improved dimensional stability and durability among others. Often, the positive effect can be multiplied by merging two or more modification processes (e.g., thermal treatment and impregnation) through a “hybrid process”. Although modification processes affect different physical and chemical properties the resulting appearance of the wood is often very similar, which makes it problematic to recognise the treatment used, especially at industrial scale.

This work presents the potential of hyperspectral imaging (HI) for evaluation of wood modified through various processes (thermal treatment, impregnation, and a combination). Short Wave Infrared (SWIR) hyperspectral camera (SPECIM, Oulu, Finland) and Prediktera software (Umea, Sweden) were used for acquiring, analysing, and exploring hyperspectral images. Samples representing nine different treatments but with similar appearance were evaluated to identify the modification treatment and discriminate between the treatment conditions. Principal Component Analysis (PCA) enabled the discrimination of samples according to the treatment type and intensity. Analysis of loadings highlighted the most pronounced differences between treatments. The biggest advantage of HI is that it is a fast measurement that may be implemented on-line and has a high resolution which allows for precise assessment of the entire surface. As an imaging technique, hyperspectral imaging doesn't require contact with the measured object, which make it a perfect candidate for quality control in the wood industry.

Keywords: hyperspectral imaging, spectroscopy, thermal treatment, wood modification

Acknowledgements: Part of this work was conducted during the project Multi-spec (BI-IT/18-20-007) funded by ARRS. The authors gratefully acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew CoE 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 of the European Regional Development Fund).



Jakub Sandak

Portable NIR spectroscopy for characterization of olive leaves

Jakub Sandak^{1,2*}, Anna Sandak^{1,2}, Albert Kravos^{1,2}, Veerapandian Ponnuchamy^{1,2},
Balázs Dávid^{1,2}, Miklós Krész^{1,2}, Oihana Gordobil³, Rene Herrera Diaz^{1,3},
Helena Anna Sandak², Enya Kvarantan², Emilija Ivanova⁴, Alba Ramos⁴, Jose Maria Pinilla⁴,
José Carlos Quintela⁴, Daniel Claudio⁴, Ibai Funcia Muguerza⁵, Irantzu Alegría⁵

¹ InnoRenew CoE, Izola, Slovenia

² University of Primorska, Koper, Slovenia

³ University of the Basque Country, San Sebastian, Spain

⁴ Natac Group, Mardid, Spain

⁵ National Renewable Energy Centre (CENER), Sarriguren, Spain

*jakub.sandak@innorenew.eu

4,5 million ton of olive leaves are currently produced in the world by the olive oil industry. This recalcitrant biomass contains high added value bioactive chemical components, even if it represents a problem for involved stakeholders. Olive leaves residuals are nowadays underexploited, being burnt in the fields, given to the cattle or, in some cases, burned to produce energy. The OLEAF4VALUE project has been recently funded to address this challenge and to provide alternative solutions for high value-added transformation of these residuals.

The chemical composition of olive leaves varies depending on the species, local horticultural system or seasonal climate variations, among others. Consequently, the biomass suitability for the profitable biorefinery conversion changes depending on the sample lot. Circular bioeconomy and bio-based product development/production are becoming essential in the indispensable transition from a fossil-based economy towards future sustainable and environmentally friendly alternatives. In this perspective, the possibility to valorise underexploited bio-residuals is a great advantage.

The goal of this research is to develop a complete solution for reliable, low-cost, and rapid determination of the chemical composition of olive leaves. The expected solution should be portable and capable for implementation directly in the field or at the sorting line. Different near infrared-based sensors, including prototype solutions, were tested for their suitability for accurate prediction of reference quantifiers determined by means of wet-chemistry methods. Series of customized chemometric models were developed and validated revealing high suitability for routine application.

Keywords: biomass, biorefinery, olive leaf, suitability, chemical-physical modelling

Acknowledgements: Authors acknowledge the European Commission for funding the InnoRenew project (grant agreement #739574 under the Horizon2020 Widespread-2-Teaming program), and the Republic of Slovenia (investment funding from the Republic of Slovenia and the European Regional Development Fund). The project OLEAF4VALUE has received funding from the Bio Based Industries Joint Undertaking (JU) under grant agreement No 101023256. The JU receives support from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme and the Bio Based Industries Consortium.



Jakub Sandak

Characterization of triptych from the Venetian Gothic period with NIR hyperspectral imaging

Jakub Sandak^{1,2*}, Saša Dolinšek³, Ana Oblak³, Lea Legan⁴, Klara Retko^{4,6}, Maša Kavčič⁴, Polona Ropret^{4,6}, 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 Zavod za varstvo kulturne dediščine Slovenije, Poljanska 40, 1000 Ljubljana, Slovenia, sasa.dolinsek@rescen.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, polona.ropret@zvkd.si

⁵ University of Primorska, The Faculty of Mathematics, Natural Sciences and Information Technologies, anna.sandak@upr.s

⁶ University of Ljubljana, Faculty of Chemistry and Chemical Technology, Večna pot ¹¹³, ¹⁰⁰⁰ Ljubljana

Numerous characterization techniques 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 methods having high reliability and non-destructive character is, therefore, within great interest of restorers and researchers.

This work demonstrates the implementation of hyperspectral imaging (HI) for evaluation of cultural heritage object. Four hyperspectral cameras produced by SPECIM (Oulu, Finland) that operate in different spectral ranges were used for scanning triptych from the Saint Dominic church in Izola. 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 system. Evince software by Prediktera (Umea, Sweden) was used for analysing and exploring the hyperspectral images. The main objective was the examination of hidings below the triptych's surface for identification and reconstruction of past intervention processes.

Keywords: hyperspectral imaging, cultural heritage, non-destructive testing

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

