ANÁLISIS NIRS DE GRASA DE CERDO IBÉRICO: EFECTO DEL FICHERO DE REPETIBILIDAD

Mª Dolores Pérez Marín; Emiliano De Pedro Sanz; Juan García Olmo y Ana Garrido Varo.

Departamento de Producción Animal. Avda. Menéndez Pidal s/n. 14080 -Córdoba.

INTRODUCCIÓN

Trabajos previos desarrollados en el Dpto. de Producción Animal de la ETSIAM de Córdoba han mostrado la viabilidad de la tecnología NIRS para la predicción del contenido de ácidos grasos en grasa de cerdo ibérico (De Pedro et al. 1997; García et al. 1999). No obstante, aunque las ecuaciones resultantes presentaban una elevada precisión, a nivel de predicciones de nuevas muestras se detectaron importantes fluctuaciones que aumentaban con el tiempo transcurrido desde la obtención de la ecuación, lo que dificultaba la utilización de la misma en rutina en el laboratorio. Se observó además que este problema sólo se presentaba cuando se trataba de productos como la grasa, que presentan un patrón de absorción con picos muy definidos a determinadas longitudes de onda, lo que provoca una alta sensibilidad a pequeños cambios en el instrumento, que no se detectan con los controles a los que éste es sometido. Para corregir estos inconvenientes el software WinISI 1.04 dispone de un algoritmo matemático que en síntesis consiste en construir lo que se denomina "Fichero de Repetibilidad", el cual utilizado en calibración permitiría minimizar las fuentes de variación que pueden afectar a las predicciones NIRS (ISI, 1999).

Se plantea como objetivo del presente trabajo la evaluación del efecto que produce la utilización de un fichero de repetibilidad en el análisis cuantitativo NIRS de grasa subcutánea de cerdo ibérico.

MATERIAL Y MÉTODOS

Material experimental

Se han utilizado 188 muestras de grasa subcutánea de cerdo ibérico recogidas en la zona coxal de la canal, más comúnmente denominada zona de la "rabadilla, correspondientes a lotes de animales sometidos a diferentes regímenes alimenticios. Dichas muestras proceden de la cooperativa COVAP, cuya colaboración se enmarca dentro del proyecto de I+D IFD-0990, y corresponden a dos campañas de producción distintas: campaña 1997-98 (N=97) y campaña 1999-2000 (N=91).

La preparación de muestra consistió en la eliminación de los restos de piel y magro de cada muestra, así como la capa superficial de grasa, para proceder posteriormente a su fusión en un microondas según la metodología descrita por De Pedro et al. (1996).

Recogida de espectros NIRS

Las muestras de grasa subcutánea fundida fueron analizadas en un espectrofotómetro monocromador de espectro continuo FOSS NIRSystems 6500 I equipado con módulo de giro que trabaja en reflectancia en la región del espectro comprendida entre 400 y 2500 nm.

Se eligió la doble transmisión como modo de análisis, empleando para ello la cápsula circular con fondo reflectante de oro y 0,1 mm de paso óptico. Se recogieron dos espectros por muestra en dos cápsulas diferentes, utilizándose para el estudio posterior el espectro medio.

Análisis de Referencia

Se determinó la composición en ácidos grasos de cada muestra mediante Cromatografía Gaseosa en el Laboratorio Agroalimentario de Córdoba.

Tratamiento quimiométrico de los datos

El tratamiento quimiométrico de los datos espectroscópicos y químicos generados se realizó utilizando el software WinISI 1.04 (ISI, 1998). Inicialmente, se aplicó el algoritmo "Center" sobre el colectivo muestral y se detectaron seis anómalos espectrales que fueron eliminados. Se procedió después al desarrollo de las ecuaciones de calibración con las 182 muestras restantes, para lo cual se utilizaron las siguientes opciones: MPLS (Modified Partial Least Squares) como método de regresión; la región 1100-2500 nm (cada 2 nm); los tratamientos SNV y Detrending para la corrección de los fenómenos de radiación difusa. Asimismo, se ensayaron varios tratamientos matemáticos de derivación.

Por otro lado, se desarrollaron ecuaciones de calibración utilizando lo que en el paquete quimiométrico WinISI se denomina fichero de repetibilidad, el cual estaba constituido por 128 espectros de una misma muestra recogidos semanalmente durante nueve meses.

Las mejores ecuaciones seleccionadas, obtenidas con y sin fichero de repetibilidad, se validaron con un colectivo constituido por 12 muestras de grasa que no intervinieron en la calibración, cuyo espectro se recogió transcurrido un tiempo desde el desarrollo de la calibración.

Los estadísticos utilizados para la evaluación de la capacidad predictiva de la ecuación fueron: el error típico de los residuales para el colectivo de validación cruzada (ETVC) y para el de validación externa corregido para el sesgo (ETP(c)), el coeficiente de determinación para el proceso de validación cruzada (r^2) y para el de validación externa (R^2), junto con el sesgo o error medio de los residuales para el colectivo de validación externa.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se desarrollaron ecuaciones de calibración NIRS para la predicción en grasa fundida de cerdo ibérico del contenido en seis ácidos grasos: mirístico (C14:0), palmítico (C16:0), palmitoleico (C16:1), esteárico (C18:0), oleico (C18:1), linoleico (C18:2). Los estadísticos resultantes se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Estadísticos de calibración y validación obtenidos para la predicción del contenido en ácidos grasos de grasa subcutánea de cerdo ibérico con y sin fichero de repetibilidad.

			C14:0	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2
Sin fichero de repetibilidad	Calibración	N	172	176	174	175	166	175
		r^2	0,76	0,97	0,94	0,97	0,99	0,98
		ETVC	0,07	0,28	0,08	0,27	0,20	0,16
	Validación	N	12	12	12	12	12	12
		R^2	0,52	0,92	0,74	0,94	0,98	0,99
		ETP(c)	0,09	0,43	0,13	0,27	0,47	0,13
		sesgo	-0,05	-0,42	-0,03	0,47	0,14	0,25
Con fichero de repetibilidad	Calibración	N	179	168	175	180	171	163
		r^2	0,65	0,98	0,92	0,96	0,99	0,98
		ETVC	0,08	0,24	0,09	0,29	0,20	0,16
	Validación	N	12	12	12	12	12	12
		R^2	0,90	0,97	0,79	0,99	0,99	0,94
		ETP(c)	0,06	0,26	0,10	0,17	0,32	0,26
		sesgo	-0,04	-0,11	0,03	0,28	-0,04	-0,20

Los valores de los estadísticos de calibración resultantes (Tabla 1) indican que las ecuaciones obtenidas presentan una excelente precisión para la predicción del contenido en los seis ácidos grasos indicados, mostrando valores del ETVC similares y en algunos casos inferiores a los logrados por García et al. (1999) que utilizaron la cápsula de doble transmisión con fondo reflectante de aluminio.

La utilización del fichero de repetibilidad como herramienta para la minimización de las fuentes de variación que pueden alterar la exactitud de las predicciones obtenidas, especialmente en un producto como la grasa que tiene picos de absorción muy definidos en el infrarrojo cercano, ha sido muy eficaz como demuestran los estadísticos de validación obtenidos. Si observamos la Tabla 1 se aprecia que las diferencias a nivel de calibración son despreciables, y que en algunos casos incluso se obtienen mejores resultados sin aplicar el fichero de repetibilidad. El efecto positivo provocado por el empleo del fichero de repetibilidad se aprecia fundamentalmente cuando se predicen nuevas muestras que no intervinieron en la calibración y cuyo espectro NIRS se recogió transcurrido un tiempo desde el desarrollo del modelo, presentando en tal caso valores del sesgo muy inferiores a los resultantes cuando no se utiliza fichero de repetibilidad.

CONCLUSIONES

Se confirma la necesidad de utilizar durante el desarrollo de ecuaciones de calibración NIRS un fichero de repetibilidad que permita conseguir una adecuada exactitud en la predicción en rutina del contenido en ácidos grasos de nuevas muestras de grasa subcutánea de cerdo ibérico.

BIBLIOGRAFÍA

De Pedro E., Casillas M. y Miranda C.M. 1996. Microwave oven application in the extraction of fat fromthe subcutaneous tissue of Iberian pig ham. Meat Science. Vol. 45, nº 1: 45-51.

De Pedro E., Garrido A., Martínez M.L., Angulo F. y García J. 1997. Espectroscopía de Infrarrojo Cercano en el análisis cuantitativo y cualitativo de productos derivados del cerdo ibérico. ITEA, Vol. Extra 18, Tomo II: 661-663.

García J., De Pedro E. y Garrido A. 1999. Análisis de ácidos grasos en grasa fundida y tejido adiposo de cerdo ibérico mediante NIRS. ITEA, Vol. Extra 20, Tomo I: 167-169.

ISI, 1998. The complete software solution for routine analysis, robust calibrations, and networking manual. FOSS NIRSystems/TECATOR. Infrasoft International, LLC. Sylver Spring MD, USA.

ISI, 1999. A collection of new NIRS topics. FOSS NIRSystems/TECATOR. Infrasoft International, LLC. Sylver Spring MD, USA.

Agradecimientos

El presente trabajo se ha desarrollado en el marco del Proyecto CICYT-Feder IFD1997-0990, utilizando el equipamiento e infraestructura del SCAI (Unidad NIR/MIR) de la UCO, con la colaboración técnica de D. Alberto Sánchez de Puerta, D. Antonio López y Dª Isabel Leiva del Dpto. de Producción Animal (ETSIAM-UCO) y del personal del Laboratorio Agroalimentario de Córdoba.