CONTROL DE CALIDAD "*IN-SITU*" EN EL PROCESO DE FABRICACIÓN EN PLANTAS DE RECICLADO DE SUBPRODUCTOS DE ORIGEN ANIMAL, MEDIANTE EL USO DE UN EQUIPO NIRS PORTÁTIL.

Vega, S.[1], Pérez-Marín, D.[1], Guerrero Ginel, J. E.[1], Burón, T.[2], Garrido-Varo, A.[1]
[1]Ingeniería de Sistemas de Producción Agroganaderos, *Departamento de Producción Animal, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Agroalimentaria y de Montes, Universidad de Córdoba, Campus de Excelencia Internacional Agroalimentario (ceiA3), Campus Rabanales, km. 396, N-IV, 14014, Córdoba. e-mail:*s.vega.alonso@gmail.com
[2]Rendergrasas S.L.*Ctra. Extremadura, S/N. 41909, Salteras, Sevilla,Spain*

INTRODUCIÓN

Empresas líderes en el mercado de los piensos destinado a la alimentación de mascotas, han establecido sistemas de control de calidad basados en tecnología NIRS para controlar que las materias primas que proporcionan sus proveedores, se encuentran dentro de sus especificaciones de calidad. Un análisis espectral NIRS, realizado a partir de grandes bibliotecas de espectros procedente de muestras de proveedores, permite a algunas de estas empresas tomar decisiones sobre la aceptación o rechazo de un determinado proveedor (Garrido et al., 2011). Sin embargo, la implantación de la tecnología NIRS en la industria de "rendering", proveedora de subproductos de origen animal, una de las fuentes proteicas de mayor importancia en la industria de piensos para mascotas, es muy limitada. Varios años de colaboración en proyectos de I + D +i con una industria de rendering andaluza, han culminado en la implantación de la tecnología NIRS a nivel "at-line" (laboratorio) en dicha planta, mejorando las posibilidades reales de control de calidad sistemático y la apertura de nuevos mercados. El objetivo principal de este trabajo es el mostrar la capacidad de un instrumento MEMS-NIRS portátil, para su uso "on-line"/"in-situ", en diferentes puntos del proceso de producción de harinas proteicas de origen animal.

MATERIAL Y METODOS

Se han utilizado un total de 357 muestras de harina proteica de origen animal, proporcionadas por la empresa RENDER GRASAS S.L. La composición en especies de este colectivo es muy variada, existiendo 77 muestras de harina puras de cerdo, 82 puras de ave, 1 pura de vacuno y las restantes mezclas de especies. Los datos químicos de referencia de humedad (M), cenizas (ASH), proteína cruda (PC), se determinaron por el método AOAC 934.01, 942.05 y 976.06, respectivamente, (AOAC, 2000). Las muestras se analizaron, en primer lugar, en un instrumento monocromador FOSS NIRSystems 6500 SY-II (Silver Spring, MD, USA), que cubre al rango 400-2500nm, empleando una cápsula porta muestras rectangular, la cual presenta una ventana de cuarzo de 4,7 cm x 20 cm. Se recogieron dos espectros por muestra. Posteriormente, se analizaron en un instrumento portátil MEMS-NIRS, Phazir 2400 (1600-2400nm), en el cual se recogieron cinco espectros por muestra.

Para el desarrollo de las ecuaciones de calibración para la predicción de la composición química se siguió la metodología propuesta por Shenk y Westerhaus, (1996). Para la detección de espectros anómalos se utilizó el estadístico H (similar a la distancia de Mahalanobis), con un criterio de corte de H >3. Una vez clasificados todos los espectros por orden de distancia H creciente al centro de la población, se seleccionaron 20 muestras representativas de la población, para ser utilizadas en la validación. Para el tratamiento quimiométrico de los datos espectroscópicos y químicos generados se empleó el software WinISI 1.05 (ISI, 2000). Los espectros fueron pre-tratados mediante derivación y tratamiento para la reducción del efecto "scatter", previamente a la obtención de modelos de regresión MPLS (ModifiedPartialLeastSquares). Los estadísticos utilizados para la selección de las mejores ecuaciones de calibración fueron: el error típico de los residuales para el colectivo de calibración (ETC) y para el de validación cruzada (ETVC), el coeficiente de determinación para el proceso de calibración y de validación cruzada (r^2). Finalmente, se utilizó el protocolo de validación recomendado por Windham et al.

(1989),que entre otros, fija límites de control para los valores del error típico de predicción corregido por el sesgo (ETP (C)).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En las tablas 1 y 2 se recogen los estadísticos correspondientes a las mejores calibraciones NIRS desarrolladas para la predicción de la composición química de las harinas proteicas, además de los resultados obtenidos en la validación externa de ambos equipos.

Tabla 1. *Estadísticos de calibración y validación para la predicción NIR de la composición química de harinas proteicas de origen animal (instrumento FossNIRSystems 6500).*

Parámetros	Calibración		Validación				*Límites de control*	
	ETCV	r^2	ETP	ETPc	Sesgo	r^2_{VC}	*ETPc*	*Sesgo*
%H	0,302	0,848	0,336	0,345	-0,013	**0,809**	0,393	±0,181
%CP	1,364	0,96	1,529	1,488	0,592	**0,938**	1,773	±0,819
%ASH	0,907	0,942	1,17	1,15	-0,34	**0,882**	1,178	±0,544

H Global=1,054, H de vecinos=0,431.

Tabla 2. *Estadísticos de calibración y validación para la predicción NIR de la composición química de harinas proteicas de origen animal (instrumento portátil Phazir 2400).*

Parámetros	Calibración		Validación				*Límites de control*	
	ETCV	r^2	ETP	ETPc	Sesgo	r^2_{VC}	*ETPc*	*Sesgo*
%H	0,344	0,786	0,372	0,381	-0,034	**0,777**	*0,448*	*±0,207*
%CP	2,511	0,859	2,404	2,417	0,494	**0,821**	*3,264*	*±1,506*
%ASH	2,074	**0,67**	1,687	1,652	-0,513	**0,74**	*2,696*	*±1,244*

H Global=0,990, H de vecinos=0,303.

Tomando como referencia los estadísticos obtenidos en el instrumento de laboratorio, de altas prestaciones científicas, se observa (Tabla 1), que los valores obtenidos para los estadísticos ETVC y r^2_{VC} para la predicción de humedad y proteína bruta son similares a los obtenidos en el equipo NIRS portátil de bajo coste (Tabla 2). Sin embargo, en el caso de cenizas, mientras las calibraciones obtenidas con el instrumento FOSS explican un porcentaje de la varianza alta (94%), ésta se reduce a un 67% en el caso del instrumento portátil. Estas diferencias podrían ser en parte explicadas por la diferencia que existe en rangos de medida entre ambos instrumentos (450-2500 nm *vs*1600-2400nm) y, asimismo, por las diferencias de tamaño de la ventana óptica utilizada en ambos tipos de instrumentos (capsula natural de 94 cm^2 vs 0,8×1 cm^2 en el portátil) (Zamora et al., 2011). Ambas hipótesis se encuentran actualmente en fase de posterior estudio. No obstante, los resultados obtenidos en la validación externa nos indican que las calibraciones obtenidas con ambos instrumentos presentan un comportamiento similar, para los tres parámetros analíticos estudiados, cuando se aplican a 20 muestras externas. En todos los casos, los estadísticos ETPc y sesgo se encuentran dentro de los límites aceptables, y lo mismo ocurre para los valores de H global (H<3)y H de vecinos (H < 0.6). Actualmente se encuentra en fase avanzada la realización de la transferencia de grandes librerías espectrales (mayores de 1000 muestras) y de datos químicos, obtenidos en el instrumento NIRS situado en laboratorio, en la planta de RENDER, al instrumento

portátil utilizado en este estudio. Estos resultados permitirán aportar información valiosa a la empresa colaboradora y a otras industrias, para la toma de decisiones en cuanto a la incorporación de este sensor portátil para el control on-line del sistema de producción.

Agradecimientos: El presente trabajo se ha desarrollado en el marco del Proyecto de Excelencia Motriz AGR-6033 *"Incorporación on-site de la tecnología NIRS al control de productos y procesos en industria de la alimentación animal"*financiado por la Junta de Andalucía y del Proyecto RTA2012-00063- C02-02 "*Instrumentos NIRS portátiles de nueva generación para el análisis "onsite" en la industria de rendering*", financiado por el Ministerio de Economía y Competitividad. Los autores agradecen también a Mª Carmen Fernández su trabajo en el manejo y análisis de muestras.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

• Garrido-Varo, A., Guerrero-Ginel,J.E., Gómez-Cabrera, A. y Pérez-Marín, D.C. 2011. Current status of NIRS technology in the feed industry. Proceedings of Cost Action FA0802 International Workshop WG2 & WG3 Feed for Health: "Feed Quality and Safety: technology, traceability and labeling", Gijon, Spain, April 2011. • Shenk J.S. y Westerhaus M.O. 1996. Calibration the ISI way. En Near Infrared Spectroscopy: the future waves. Davies A.M.C., Williams, P.C. (Eds.). NIR Publications, Chichester, West Sussex, UK. pp. 198-202. • Windham W.R., Mertens D.R. y Barton II F.E. 1989.Protocol for NIRS calibration: sample selection and equation development and validation. En: Near InfraredSpectroscopy(NIRS): Analysis of Forage Quality. Agriculture Handbook, nº 643. Martens G.C., Shenk J.S. y Barton II F.E. (Eds.) USDA-ARS, US Government Printing Office, Washington D.C., pp. 96-103. • Zamora-Rojas E., Pérez-Marín, D., De Pedro-Sanz E., Guerrero-Ginel J.E., Garrido-Varo A. 2011.In-situ Iberian pig carcass classification using a micro-electro-mechanical system (MEMS)-based near infrared (NIR) spectrometer. Meat Science 90 (2012) 636–642.

*QUALITY CONTROL "in-situ" IN THE RENDERING PLANT ANIMAL PRODUCTS, THROUGH THE USE OF AINSTRUMENT*HANDHELD MEMS *NIRS.*

ABSTRACT: Advances in NIRSinstrumentation have enabled the development of new miniaturized spectrometers that combine NIRS technology with micro-electro-mechanical platforms, thus opening up new horizons for industrial NIRS applications. The main objective of this paper is to evaluate the potential of a handheld MEMS instrument *versus* a bench-top at-line instrumentfor the on-line quality control in a rendering plant. The results obtained show that both instruments produce equations of similar precision and accuracy for the prediction of moisture, crude protein and ashes.

Keywords*: processed animal proteins (PAPs), rendering plant, NIRS, handheld MEMS-NIRS.*