ANÁLISIS DE ÁCIDOS GRASOS EN GRASA FUNDIDA Y TEJIDO ADIPOSO DE CERDO IBÉRICO MEDIANTE ESPECTROSCOPÍA EN EL INFRARROJO CERCANO (NIRS)

Juan García Olmo, Emiliano De Pedro Sanz y Ana Garrido Varo.

Dpto. Producción Animal - ETSIAM. Avda. Menéndez Pidal s/n. 14080 - Córdoba.

INTRODUCCIÓN

Trabajos de investigación básica realizados en el Departamento de Producción Animal de la Universidad de Córdoba han mostrado la potencialidad de la técnica de Espectroscopía en el Infrarrojo Cercano (NIRS) para el análisis de grasa de cerdo Ibérico. Para mostrar definitivamente la importancia que para el sector del cerdo Ibérico podría representar la implementación de la tecnología NIRS a nivel de laboratorios de control de industrias o Denominaciones de Origen, se hacía necesario completar nuestros trabajos iniciales. Por una parte desarrollando calibraciones con muestras procedentes de controles de Denominaciones de Origen y/o industrias, y por otra, testando diferentes modos de análisis.

El objetivo del presente trabajo es el de comparar la precisión y fiabilidad de ecuaciones de calibración para la predicción del contenido en ácidos grasos de grasa subcutánea de cerdo Ibérico mediante dos modos de análisis: doble transmisión e interactancia-reflectancia.

MATERIAL Y METODOS

Muestras de grasa: Se han utilizado muestras de grasa subcutánea (zona coxal) de cerdos Ibéricos de partidas pertenecientes a la Denominación de Origen "Jamón de Huelva", controladas a lo largo de las campañas 96/97 y 97/98. En la obtención de grasa fundida, se ha seguido la metodología descrita por De Pedro et al., (1996) basada en una fusión en microondas.

Análisis de ácidos grasos por cromatografía de gases (CG): La determinación de ácidos grasos de las muestras de grasa fundida se realizó en el Laboratorio Agroalimentario de la Junta de Andalucía ubicado en Córdoba, siguiendo el protocolo descrito en García Olmo (1998).

Análisis NIRS y tratamiento quimiométrico de datos:

Grasa fundida: modalidad de análisis de doble transmisión. Rango de 400 a 2500 nm con intervalos de 2 nm, empleando un monocromador Foss-NIRSystem 6500 (SI) equipado con un módulo de giro. Se utilizó una cápsula de 0,1 mm de paso óptico y fondo de material reflectante (ref. IH-0345).

Tejido adiposo: modalidad de análisis de interactancia-reflectancia. Rango de 800 a 2200 nm con intervalos de 2 nm, empleando un monocromador Foss-NIRSystem 6500 (SII) con autoganancia y equipado con sonda de fibra óptica (ref. NR-6775). Dicha sonda consta de dos haces de fibra óptica coaxiales tal que uno conduce la radiación incidente hacia la muestra y otro recoge la energía reflejada.

Tanto en la recogida de datos espectrales como en el tratamiento quimiométrico de datos se empleó el software ISI NIRS 3 versión 3.11 (Infrasoft International, Port Matilda, PA, USA). La metodología a seguir para el desarrollo y evaluación de calibraciones es la descrita en diferentes publicaciones (Mark y Workman, 1991; Shenk y Westerhaus, 1995,1996). 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) así como el coeficiente de determinación para el proceso de calibración (R^2) o validación cruzada (r^2)(García Olmo, 1998).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 muestra la composición media, los valores máximo y mínimo y la desviación típica (DT) de los ácidos grasos mayoritarios (palmítico, C16:0; esteárico, C18:0; oleico, C18:1 y linoleico, C18:2) en grasa fundida de cerdo Ibérico, empleadas como colectivo de calibración (N=352). Los datos recogidos en dicha Tabla indican que la selección de muestras realizada, nos ha permitido cubrir prácticamente todo el rango de variabilidad existente en los 4 ácidos grasos, para grupos de animales con diferentes tipos de alimentación (bellota, recebo o pienso).

Tabla 1: Estadísticos de ecuaciones de calibración en grasa fundida[1] (N=352)

Variable	Media	Rango	DT	ETC	R^2	ETVC	r^2	ETL
%C16:0	21,09	17,40-25,30	1,46	0,24	0,97	0,28	0,96	0,26
%C18:0	10,68	7,70-14,90	1,33	0,19	0,98	0,24	0,97	0,22
%C18:1	52,31	45,00-58,10	2,44	0,22	0,99	0,25	0,99	0,25
%C18:2	9,39	6,80-13,50	1,32	0,15	0,99	0,18	0,98	0,15

1. Modalidad empleada: Doble Transmisión

A partir de los datos espectrales y de referencia (CG) de las muestras de dicho colectivo, se procedió a la obtención de diferentes ecuaciones de calibración para cada uno de los cuatro ácidos grasos. En la Tabla 1 se recogen los estadísticos de las ecuaciones de mejor precisión, de acuerdo a los criterios anteriormente mencionados. Un primer comentario sería el del elevado valor del coeficiente de determinación, tanto para el colectivo de calibración (R^2) como para el de validación cruzada (r^2) y para los cuatros ácidos grasos estudiados. Shenk y Westerhaus (1996) indican que las ecuaciones con valores del coeficiente de determinación superiores a 0,9 deben ser consideradas como de precisión excelente. Como se observa en la Tabla 1, los valores de r^2 son en todos los casos inmejorables, alcanzando valores incluso muy próximos a 1, como en el caso del ácido oleico. Con respecto a los valores obtenidos para el ETVC, estadístico considerado como el mejor estimador de la capacidad predictiva de una ecuación NIRS, podemos decir que son de una magnitud similar a los errores de laboratorio (ETL) de CG.

Tabla 2: Estadísticos de ecuaciones de calibración en tejido adiposo[1] (N=110)

Variable	Media	Rango	DT	ETC	R^2	ETVC	R^2
%C16:0	21,34	17,72-24,28	1,57	0,29	0,97	0,57	0,87
%C18:0	10,50	7,40-14,23	1,61	0,25	0,98	0,35	0,95
%C18:1	53,07	46,66-60,31	3,28	0,35	0,99	0,80	0,94
%C18:2	8,66	6,69-10,69	0,90	0,20	0,95	0,33	0,87

1. Modalidad empleada: Interactancia-Reflectancia

La Tabla 2 muestra la composición media, los valores máximo y mínimo y la desviación típica de los ácidos grasos en las muestras empleadas como colectivo de calibración (N=110) en tejido adiposo. Dado que para dichas muestras no disponíamos de datos de referencia por CG y teniendo en cuenta la excelente capacidad predictiva de las ecuaciones desarrolladas sobre grasa fundida (Tabla 1), como valores de referencia se utilizaron los valores predichos obtenidos con las correspondientes muestras de grasa fundida y que habían sido analizadas mediante doble transmisión. Con estos datos, junto con los espectros obtenidos sobre tejido adiposo, se obtuvieron ecuaciones de calibración para predecir la composición en ácidos grasos directamente sobre dicho tejido, cuyos estadísticos se indican en la Tabla 2. Los resultados obtenidos para los estadísticos r^2 y ETVC confirman la

elevada precisión de las ecuaciones obtenidas, si bien dicha precisión podría mejorarse, una vez incrementado el número de muestras del colectivo de calibración y utilizando datos de referencia obtenidos por CG.

Comparando estas ecuaciones con otras obtenidas en nuestros trabajos previos (De Pedro et al., 1997) para grasa fundida mediante la modalidad de transmisión (Tabla 3) se puede observar que:

- ✓ Han mejorado, de forma sensible, los estadísticos de las ecuaciones de predicción de ácidos grasos en grasa fundida (transmisión *versus* doble transmisión).
- ✓ Si bien los resultados de las calibraciones obtenidas mediante transmisión (grasa fundida) e interactancia-reflectancia (tejido adiposo) no son directamente comparables, cabe indicar que la precisión de ambas calibraciones es similar.
- ✓ Los estadísticos de las ecuaciones obtenidas a partir de muestras de proyectos de investigación (transmisión) provenientes de animales de características muy controladas, se confirman al emplear muestras amparadas por la D.O. "Jamón de Huelva" y procedentes de 2 campañas sucesivas (doble transmisión e interactancia-reflectancia).

Tabla 3: Comparación de estadísticos NIRS para predicción de ácidos grasos

	Transmisión (N=118)		Doble Transmisión (N=352)		Interactancia -Reflectancia (N=110)	
	ETVC	r^2	ETVC	r^2	ETVC	r^2
%C16:0	0,46	0,94	0,28	0,96	0,57	0,87
%C18:0	0,49	0,83	0,24	0,97	0,35	0,95
%C18:1	0,56	0,95	0,25	0,99	0,80	0,94
%C18:2	0,33	0,93	0,18	0,98	0,33	0,87

LINEAS DE ACTUACIÓN FUTURAS

Se confirma la posibilidad de implantación de la tecnología NIRS a diferentes niveles en industrias, esto es, "at-line" (doble transmisión) y "on-line" (interactancia-reflectancia), siendo necesario el completar la información acumulada con la evaluación de las posibilidades de transferencia de las ecuaciones generadas, a otros equipos y modos de análisis.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

De Pedro, E., Casillas, M., y Miranda, C.M., 1996. Microwave oven application in the extraction of fat from the 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-Olmo, J. 1997. Espectroscopía de Infrarrojo Cercano en el análisis cuantitativo y cualitativo de productos derivados del cerdo Ibérico. ITEA, tomo II, 18: 661-663.

García-Olmo, J. 1998. Clasificación y Autentificación de canales de cerdo Ibérico mediante Espectroscopía en el Infrarrojo Cercano (NIRS). I Accésit del VIII Premio FEDNA para Jóvenes Investigadores, convocado por la Fundación Española para el Desarrollo de la Nutrición Animal.

Mark H. y Workman, Y 1.991. Statistics in Spectroscopy. Academic Press, Inc. NY.

Shenk, J. S. y Westerhaus, M. O. 1995. Routine operation, calibration, development and network system management manual. NIRSystems, Inc., 12101 Tech Road, Silver Spring, MD 20904, PN IS-0119.

Shenk, J.S. y Westerhaus, M.O. 1996 Calibration the ISI way. En: Near Infrared Spectroscopy: The Future Waves. Davies, A.M.C. y Williams, P.C. (eds). NIR Publications. Chichester. UK p. 198-202.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean mostrar su agradecimiento al personal del Dpto. de Producción Animal de la ETSIAM, al Laboratorio Agroalimentario de Córdoba, a la empresa pública D.a.p., a la Consejería de Agricultura y Pesca de la Junta de Andalucía, a la Denominación de Origen "Jamón de Huelva" y al Servicio Centralizado NIRS-Banco de Muestras de la Universidad de Córdoba.