

POTENCIAL DE NUEVOS INSTRUMENTOS NIR PARA EL CONTROL SOBRE LA LÍNEA DEL PROCESO DE PIENSOS COMPUESTOS

Fernández de Ahumada, E., Guerrero-Ginel, J.E., Pérez-Marín, D., Garrido-Varo, A.
Departamento de Producción Animal. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Agrónomos y
de Montes. Universidad de Córdoba.

Campus Rabanales, Edif. Producción Animal, 14014, Córdoba. g82feae@uco.es

INTRODUCCIÓN

La extensa normativa existente en referencia a la fabricación y circulación de piensos compuestos, las crecientes presiones de la industria para incorporar sistemas ágiles de aseguramiento de la calidad y de trazabilidad a lo largo de toda la cadena de producción (CESFAC, 2004) y el interés de los fabricantes por tener su proceso bajo control ponen de manifiesto la necesidad de una innovación analítica que permita abordar los nuevos retos con estrategias diferentes a las clásicas de inspección y control documental. La Espectroscopía de Infrarrojo Cercano (Tecnología NIRS), por su potencial para proporcionar información cuantitativa y cualitativa de materias primas y productos con rapidez y sin necesidad de preparación ni destrucción de muestra (Garrido *et al.*, 2003), se plantea como una alternativa que podría jugar un papel relevante en el control global del proceso de fabricación de piensos compuestos.

La forma tradicional de uso de la tecnología NIRS a nivel de fábrica de piensos ha consistido en el muestreo manual y/o automático y posterior análisis de muestras fuera de la línea de producción. Esto es lo que se denomina control de calidad at-line, para el que la tecnología NIRS ha mostrado su capacidad de aplicación en materias primas y piensos, posibilitando la predicción instantánea de atributos tales como humedad, proteína, fibra, etc., así como del porcentaje de ingredientes (Garrido *et al.*, 2002; Pérez *et al.*, 2004). Sin embargo, si bien, últimamente ha habido un interés creciente por el desarrollo de aplicaciones on-line e in-line, (Paul, 2004) y se han producido importantes avances en instrumentación (Shenk, 2004), en materia de piensos son escasas las aplicaciones NIR referentes al control sobre la línea del proceso. Durante las Jornadas de ITEA celebradas en 2005, se mostraban resultados de repetibilidad y optimización de la señal espectroscópica NIRS de piensos analizados en movimiento (Fernandez de Ahumada *et al.*, 2005). El objetivo de este trabajo es mostrar la efectividad de instrumentos NIR portátiles, para realizar un control del proceso de fabricación de piensos compuestos.

MATERIAL Y MÉTODOS

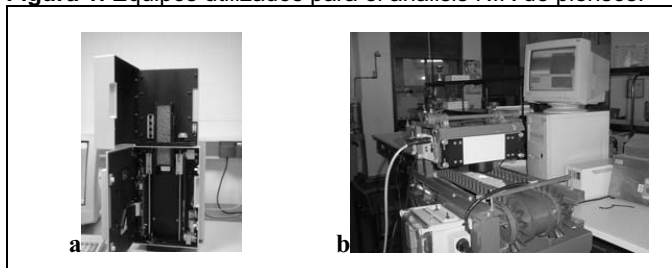
Se utilizaron 400 muestras de pienso de diferentes especies (aves, porcino, vacuno, ovino, caprino, conejos, perros y gatos) y formas de presentación (pellets de diversa granulometría, harinas y extrusionados), asegurando así una elevada variabilidad en relación a los distintos atributos físico-químicos de las muestras. El análisis NIRS se realizó utilizando el producto sin moler, en su presentación original.

Para simular el análisis NIRS sobre la línea de proceso se utilizó un equipo de red de diodos acoplado a un prototipo que integra una tolva de recepción, una cinta transportadora y una estructura para la colocación del instrumento (Figura 1b). Para realizar una comparación con instrumentos NIR característicos del control de calidad en laboratorio, las muestras también se analizaron con un equipo monocromador de red de difracción móvil (Figura 1a) dotado de una cápsula rectangular con ventana de cuarzo de 4,7 cm x 20 cm.

El equipo de red de diodos presenta un rango de medida entre 400 y 1700 nm, mientras que el rango del equipo monocromador alcanza los 2500 nm.

El tratamiento de datos se realizó con el software WinISI v.1.5 (ISI, 2000) y consistió en una regresión por mínimos cuadrados parciales modificada (MPLS). Asimismo, los espectros fueron pre-tratados mediante derivación y tratamiento para la reducción del efecto *scatter*. Las calibraciones se realizaron para el rango de longitudes de onda común a ambos equipos (400-1700nm). Los estadísticos utilizados para evaluar las ecuaciones de calibración fueron el coeficiente de determinación múltiple (R^2), el error típico de validación cruzada (ETVC) y el RPD, ratio entre la desviación típica (DT) y el ETVC.

Figura 1. Equipos utilizados para el análisis NIR de piensos.



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 recoge las características de composición del colectivo de calibración así como los estadísticos de las ecuaciones desarrolladas.

Tabla 1. Estadísticos de composición y de calibración para la predicción de constituyentes analíticos (mg g^{-1}) e ingredientes (%). N=400.

Constit.	Equipo	Media	DT	Rango	ETVC	R ²	RPD
Proteína	Laboratorio	18.06	3.14	12.40-29.70	0.65	0.96	4.83
Proteína	Cinta	17.94	3.02	12.40-28.70	0.70	0.95	4.31
Fibra	Laboratorio	7.41	4.43	1.70-18.96	0.58	0.98	7.67
Fibra	Cinta	7.38	4.35	1.70-18.96	0.85	0.96	5.12
Girasol	Laboratorio	5.06	7.46	0-25.10	1.27	0.97	5.88
Girasol	Cinta	4.02	6.43	0-25.10	0.98	0.98	6.52
Corrector	Laboratorio	0.26	0.14	0-0.60	0.06	0.77	2.06
Corrector	Cinta	0.25	0.14	0-0.50	0.06	0.76	2.03

Los constituyentes proteína y fibra bruta fueron elegidos por presentar una gran variación entre ingredientes y entre lotes de la misma fórmula y por tanto, por ser considerados dos constituyentes que deben ser controlados en la gran mayoría de los ingredientes y fórmulas y con la mayor frecuencia posible. Las ecuaciones de calibración NIR, tanto para el instrumento monocromador como para el instrumento de red de diodos situado sobre cinta transportadora, presentan una excelente capacidad predictiva, tanto por lo elevado de los valores del coeficiente de determinación ($R^2 > 0,9$) como de los valores del estadístico RPD. Si bien en el caso del análisis de piensos en movimiento y con equipo de red de diodos, los errores estimados mediante el estadístico ETVC, son ligeramente superiores a los obtenidos con el instrumento monocromador y con pienso analizado en forma estática, los valores de RPD obtenidos con el equipo de red de diodos se pueden considerar apropiados para el control de calidad a nivel de la industria, ya que superan el valor de 3 recomendado (Williams y Sobering, 1996). Además los errores obtenidos para proteína y fibra en el equipo portátil de red de diodos se encuentran dentro del rango de valores obtenidos por otros autores (Aufrère *et al.*, 1996; Büchmann y Cowe, 2002; Xiccato *et al.*, 2003) con instrumentos monocromadores.

En lo que respecta a la composición en ingredientes y aditivos, para este estudio preliminar, se eligieron el girasol y el corrector minero-vitamínico, representados en el pienso en proporciones muy diferentes (tabla 1) y para los cuales trabajos previos habían mostrado la posibilidad de predicción NIR en instrumentos monocromadores (Xiccato, *et al.*, 2003; Pérez-Marín *et al.*, 2004, 2005).

Como se pone de manifiesto en la tabla 1, el equipo portátil de red de diodos instalado sobre una cinta en movimiento presenta una capacidad predictiva similar a la alcanzada por el equipo monocromador, para la predicción de los porcentajes de girasol y de corrector presentes en una fórmula.

Xiccato *et al.* (2003) utilizando un equipo monocromador, obtuvieron valores del RPD para girasol (1,36) muy inferior a los obtenidos en el presente trabajo (5,88 y 6,52) y por Pérez-Marín *et al.* (2004) (RPD=7,2) y (2005) (RPD=6,88). Las diferencias entre autores son debidas a diferencias en el tamaño y estructura del colectivo de calibración y en el método

de regresión utilizado. En lo que respecta al corrector minero-vitamínico, los coeficientes de determinación próximos a 0,8 deber ser considerados favorables si se tiene en cuenta que se trata de un constituyente de muy estrecho rango y de presencia minoritaria. Es de esperar que las calibraciones mejoren al incrementar el número de muestras y disponer de una cobertura adecuada de todo el rango, así como al utilizar métodos de regresión no-lineales (Pérez-Marín *et al*, 2005).

Los resultados obtenidos muestran que equipos muy diferentes a los tradicionalmente utilizados a nivel de laboratorios NIRS, tanto en lo referente a su diseño óptico, como a su adaptación a ambientes difíciles (ruido, movimiento, polvo, etc.) y sobre todo muy diferentes en precio, permiten ser empleados para el control de la fórmula y el etiquetado de piensos compuestos. La ampliación de los modelos con un mayor número de muestras, y la utilización de métodos de regresión no lineales permitirá en un futuro cercano conseguir modelos más robustos y generalizables para el control global del proceso de fabricación de piensos compuestos.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se ha desarrollado en el marco de los Proyectos INIA N° RTA2005-00212-C02-00 y de Excelencia N° 3713, utilizando el equipamiento e infraestructura del SCAI (Unidad NIR/MIR) de la UCO y del Dpto. de Producción Animal de la ETSIAM de Córdoba. Nuestro agradecimiento al grupo Saprogal por su colaboración en el suministro de información y muestras.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Aufrère J., Graviou D., Demarquilly C., Pérez J.M., Andrieu J. 1996. *Anim. Feed Sci. Technol.* 62, p. 77.
2. Büchmann N.B., Cowe I.A. 2002. *Proceedings of the 10th International Conference. A.M.C. Davies and R.K. Cho (Eds.). NIR Publications, Chichester, West Sussex, UK, p. 71.*
3. CESFAC. 2004. *Reglamento Marca de Garantía "Alimentación Animal Certificada". CESFAC, MAPA y Fundación CESFAC. Madrid, España.*
4. Fernández de Ahumada E., Garrido Varo A., Guerrero J.E., Pérez Marín D., Gómez A (2005). *ITEA. Vol. Extra N°26, Tomo II (3): p. 635.*
5. Garrido A., Pérez-Marín D., Guerrero J.E., Gómez A., De Paz F., Delgado N. 2002. *Proceedings of the 10th International Conference. Davies A.M.C. and Cho R.K. (Eds.). NIR Publications, Chichester, West Sussex, UK, p. 145.*
6. Garrido A., Pérez Marín D., Guerrero Ginel J.E., Gómez Cabrera A. 2003. *Avances en Nutrición y Alimentación Animal. FEDNA. Vol. 200, p. 3.*
7. ISI, 2000. *Manual. FOSS NIRSystems/TECATOR. Infracsoft International, LLC. Sylver Spring MD, USA.*
8. Paul C. 2004. *2nd International Conference on Embedded NIR. 18-19th November. CRA-W, Gembloux. Belgium.*
9. Pérez-Marín D., Garrido-Varo A., Guerrero-Ginel J.E., Gómez-Cabrera A. 2004. *Anim. Feed Sci. & Technol.*, Vol. 116, p. 333.
10. Pérez-Marín D., Garrido-Varo A., Guerrero J.E., Gómez A. 2005. *Appl. Spectrosc.* 59, p. 69.
11. Shenk J.S. 2004. *2nd International Conference on Embedded NIR. 18-19th November. CRA-W, Gembloux. Belgium.*
12. Williams P.C. and Sobering D., 1996. *Near Infrared Spectroscopy: The Future Waves. Davies A.M.C. and Williams P.C. (Eds.). NIR Publications, Chichester, West Sussex, UK, p. 185.*
13. Xiccato G., Trocino A., De Boever J.L., Maertens L., Carabaño R., Pascual J.J., Pérez J.M., Gidenne T., Falcao-E-Cunha L. 2003. *Anim. Feed Sci. Technol.* 104, p.153.