

INFORME TÉCNICO DE RESIDENCIA PROFESIONAL

INGENIERÍA BIOQUÍMICA

PRESENTA:

María Isabel Ventura Rincón

TEMA:

“Evaluación comparativa de los resultados obtenidos por el equipo NIR con respecto al método de análisis tradicional para determinar la calidad de materias primas empleadas en la formulación de alimento balanceado”

REALIZADO EN:

Buenaventura Grupo Pecuario, S.A de C.V.

PERIODO DE REALIZACIÓN:

ENERO-JUNIO 2017

Ing. Henry Martínez Marroquín

Asesor externo

Ing. Margarita Marcelín Madrigal

Asesor interno



Evaluación comparativa de los resultados obtenidos por el equipo NIR con respecto al método de análisis tradicional para determinar la calidad de materias primas empleadas en la formulación de alimento balanceado.

Índice temático

1. INTRODUCCIÓN	6
2. JUSTIFICACIÓN	7
3. OBJETIVOS	8
3.1 Objetivo general	8
3.2 Objetivos específicos	8
4. CARACTERIZACIÓN DEL ÁREA EN QUE PARTICIPÓ.....	9
4.1 Visión	9
4.2 Misión.....	9
4.3 Planta de alimentos balanceados	10
4.3.1 Ubicación geográfica	10
4.3.2 Organigrama de la Planta de Alimentos Balanceados.....	11
4.3.3 Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos Balanceados.....	12
4.3.3.1 Objetivos	12
5. PROBLEMAS A RESOLVER.....	13
6. FUNDAMENTO TEÓRICO	14
6.1 Los alimentos para animales y su definición	14
6.2 Clasificación de los alimentos para animales.....	14
6.3 Sector productivo de alimentos balanceados en México.....	14
6.4 Importancia de la calidad de los alimentos balanceados.	18
6.5 Métodos de análisis.....	19
6.5.1 Análisis fisicoquímico tradicional de referencia	20
6.5.2 La espectroscopia infrarroja	20



6.5.2.1	Fundamentos de la espectroscopia infrarroja	21
6.5.2.2	Instrumentación.....	24
6.5.2.3	Registros del espectro NIR	26
6.5.2.4	Desarrollo de calibraciones	27
7.	PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE ACTIVIDADES	29
8.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	33
9.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	41
10.	ANEXOS.....	42
11.	BIBLIOGRAFÍA.....	44

Índice de figuras

Figura 1.	Ubicación de la Planta de alimentos Balanceados Buenaventura.....	10
Figura 2.	Organigrama de la Planta de Alimentos Balanceados Buenaventura ...	11
Figura 3.	Crecimiento de la producción de alimento balanceado a nivel global. Fuente: Alltech, 2017	15
Figura 4.	Principales países productores de alimento balanceado a nivel global. Fuente: Alltech, 2017	16
Figura 5.	Cadena del sector productivo de alimentos balanceados. Fuente: AKTIVA, 2013.....	17
Figura 6.	Producción de alimento balanceado por especie. Fuente: SAGARPA, 2015	18
Figura 7.	Espectro electromagnético. Fuente: Páez, 2008	21
Figura 8.	Muestra del comportamiento de un haz de luz al incidir sobre un cuerpo. Fuente: Páez, 2008	23
Figura 9.	Principales zonas de absorción de las moléculas en el espectro IR. Fuente: Páez, 2008	24



Figura 10. Características principales de un espectrómetro IR. Fuente: Peguero Gutiérrez, 2010.....	25
Figura 11. Esquema de las 3 configuraciones de registro de espectros NIR. Fuente: Peguero Gutiérrez, 2010	26
Figura 12. Análisis de varianza para muestras de frijol soya ($P \geq 0.05$)	36
Figura 13. Análisis de varianza para muestras de maíz importado ($P \geq 0.05$)	36
Figura 14. Análisis de varianza para muestras de maíz nacional ($P \geq 0.05$)	37
Figura 15. Análisis de varianza para muestras de sorgo ($P \geq 0.05$)	37
Figura 16. Análisis de varianza para muestras de pasta de soya ($P \geq 0.05$)	38
Figura 17. Análisis de varianza para muestras de pasta DDG ($P \geq 0.05$)	38
Figura 18. Análisis de varianza para muestras de pasta de canola ($P \geq 0.05$)	39
Figura 19. Análisis de varianza para muestras de pasta de soya integral ($P \geq 0.05$).....	39

Índice de tablas

Tabla 1. Clasificación e identificación de las muestras analizadas.....	29
Tabla 2. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de granos.....	33
Tabla 3. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de granos.....	34
Tabla 4. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de pastas proteínicas.	34
Tabla 5. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de pastas proteínicas.....	34

Tabla 6. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de granos..... 42

Tabla 7. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de granos..... 42

Tabla 8. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de pastas proteínicas. 43

Tabla 9. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de pastas proteínicas..... 43



1. INTRODUCCIÓN

La industria manufacturera de alimentos balanceados es el eslabón agroindustrial en la cadena del sector pecuario que se encarga de convertir materias primas de origen agrícola en alimento para la producción de carne de pollo y cerdo, huevo, leche, quesos y otros derivados lácteos y embutidos, entre otros (AKTIVA, 2013). A nivel mundial, esta industria ha tenido un incremento del 3.7% durante el año 2016 fabricándose 1,032.2 millones de toneladas de alimentos balanceados; para ese mismo año, en México se obtuvo una producción de alrededor de 33.88 millones de toneladas posicionándolo como el cuarto productor de alimentos balanceados en el mundo (SAGARPA, 2015), lo que la hace una industria competitiva y eficiente en el país (Ruiz, 2015) contando con 498 plantas manufactureras de alimento balanceado distribuidas en todo el territorio nacional. Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V es una empresa establecida en el estado de Chiapas dedicada a la comercialización de ave y cerdo, así como a la fabricación de alimentos balanceados para estos sectores desde 1985; siendo estos alimentos de gran importancia para la empresa ya que son la fuente de nutrientes que le permite manifestar su potencial productivo, por lo que se busca contar con un adecuado control de calidad de dichas materias primas para generar productos de origen animal que satisfagan aspectos de sanidad, nutrición y seguridad (Cozzolino, 2002). Para valorar esta calidad, es necesaria la correcta evaluación de la composición química de las materias primas implicadas en la fabricación del alimento balanceado mediante métodos eficientes que den resultados rápidos y confiables en comparación a los métodos tradicionales, los cuales son de elevado costo y requieren más de 24 horas para su realización. Es por esto, que la empresa busca implementar la tecnología NIRS (espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano) como alternativa a los métodos fisicoquímicos tradicionales para eficientar el proceso de análisis de materias primas. Este equipo emplea longitudes de onda entre los 700 y 2500 nanómetros (nm) del espectro electromagnético (Cozzolino, 2002) permitiendo estimar el contenido de compuestos orgánicos en una muestra de una manera rápida, eficiente y económica, lo que beneficia a la empresa en ahorro de tiempo y costos para la determinación de la calidad de materias primas, por lo que este proyecto consistió en evaluar la similitud de los resultados obtenidos tanto por el equipo NIR como los resultados obtenidos por el método tradicional para determinar si existe o no diferencia significativa entre ambos métodos, lo que permitirá conocer si el equipo NIR puede ser implementado para eficientar el proceso de análisis de materias primas empleadas en la formulación de alimento balanceado.



2. JUSTIFICACIÓN

En el caso de los productos dirigidos a la alimentación animal, se requiere cumplir con un riguroso control de calidad de las materias primas empleadas en la elaboración de alimento balanceado en términos nutricionales y sanitarios, ya que son consumidos por aves y rumiantes que son fuente primaria de proteína animal para el ser humano. Para lograr estos objetivos, se requiere un adecuado control de calidad de las materias primas implicadas en el proceso de elaboración del producto terminado, mediante técnicas de análisis eficientes y de bajo costo que den resultados confiables y rápidos y que permitan en determinado momento tomar decisiones de compra o rechazo de dichas materias primas. Es por eso que la empresa pretende implementar el equipo NIR como alternativa a los métodos tradicionales que actualmente se utilizan, para eficientar el método de análisis de materias primas obteniendo resultados en menos de 1 min ya que permite analizar un gran número y variedad de muestras (Valenciaga & Oliveira Simoes Saliba, 2006) evitando pérdidas económicas a la empresa. Para conocer la eficiencia del equipo NIR con respecto al método de análisis tradicional, este proyecto busca evaluar la similitud de los resultados de la composición bromatológica de las materias primas tanto por el método tradicional como por el equipo NIR para conocer si existe o no diferencia significativa entre ambos métodos y poder utilizarlo con alta confiabilidad, bajo coste y ahorro de tiempo.



3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo general

Evaluar la similitud existente entre el método NIR y los análisis fisicoquímicos tradicionales determinando si existe o no diferencia significativa mediante herramientas estadísticas.

3.2 Objetivos específicos

- Identificar las muestras de materia prima a analizar y clasificarlas según el proveedor.
- Realizar los análisis bromatológicos a las muestras representativas de cada proveedor.
- Analizar las muestras representativas de cada proveedor en el equipo NIIR.
- Comparar los resultados obtenidos de cada método.
- Ajustar las calibraciones del equipo NIR de acuerdo a los resultados obtenidos en la comparación de ambos métodos.
- Validar la diferencia existente entre cada método empleando muestras independientes a la calibración del equipo NIR.
- Realizar el análisis de varianza para las muestras empleadas en la validación de la calibración del equipo NIR

4. CARACTERIZACIÓN DEL ÁREA EN QUE PARTICIPÓ



Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V es una empresa fundada en 1969 en Villaflores, Chiapas, siempre bajo la filosofía de ofrecer lo mejor a nuestros consumidores, a través de un ambiente de trabajo sano y motivante ofreciendo un amplio portafolio en el ramo alimenticio en la categoría del pollo que abarca, desde la gallina progenitora, reproductora y huevo fértil, y pollo de engorda con distintas presentaciones en el procesamiento del producto terminado. Asimismo, se tiene una importante participación en la industria porcícola con cerdo vivo y es productora de alimento balanceado para ambos sectores.

4.1 Visión

Grupo buenaventura se ha distinguido siempre por mantener una alta calidad en sus productos. Nuestra visión es la consolidación nacional en el mercado Avícola y Porcícola. El riguroso proceso de selección y contratación de personal, aunado a los programas de capacitación, nos permite cumplir estrictamente con las políticas específicas de operación manteniendo al máximo los estándares del servicio.

Nos distinguimos por ser una empresa que tiene siempre como propósito primordial, centrar sus esfuerzos para lograr satisfacer las necesidades de sus clientes. Comunicamos cuidadosamente a todos nuestros distribuidores las diferencias y ventajas de trabajar con nosotros; asegurándonos que estén plenamente convencidos de los beneficios y garantías que obtendrán a tenernos como proveedores.

4.2 Misión

Obtener la satisfacción del requerimiento alimenticio nacional mediante la producción y comercialización de productos relacionados con la industria Avícola y Porcícola, considerando siempre que nuestros clientes son la base de toda nuestra atención y la razón más importante de nuestro trabajo.

Todos los esfuerzos tanto tecnológicos como administrativos están encaminados a hacer realidad este fin; procurando con ello el incremento del patrimonio y rendimiento de los accionistas; y comprometiéndonos socialmente con el bienestar de los empleados, el desarrollo de la comunidad y la preservación del medio ambiente.



4.3 Planta de alimentos balanceados

En 1985 se instala la primera planta de alimentos; dedicada a la fabricación de alimentos balanceados para el sector avícola y porcícola.

4.3.1 Ubicación geográfica

Ubicada en el municipio de Villaflores, Chiapas, Carretera Villaflores-Tuxtla, km 230 con coordenadas $16^{\circ}17'01.1''N$ $93^{\circ}17'15.6''W$ 16.283654, -93.287666, se encuentran las instalaciones de la Planta de alimentos Balanceados Buenaventura S.A de C.V. (Figura 1). La misma que en 1997, duplicó su capacidad instalada creando a la vez el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos Balanceados.



Figura 1. Ubicación de la Planta de alimentos Balanceados Buenaventura

4.3.2 Organigrama de la Planta de Alimentos Balanceados

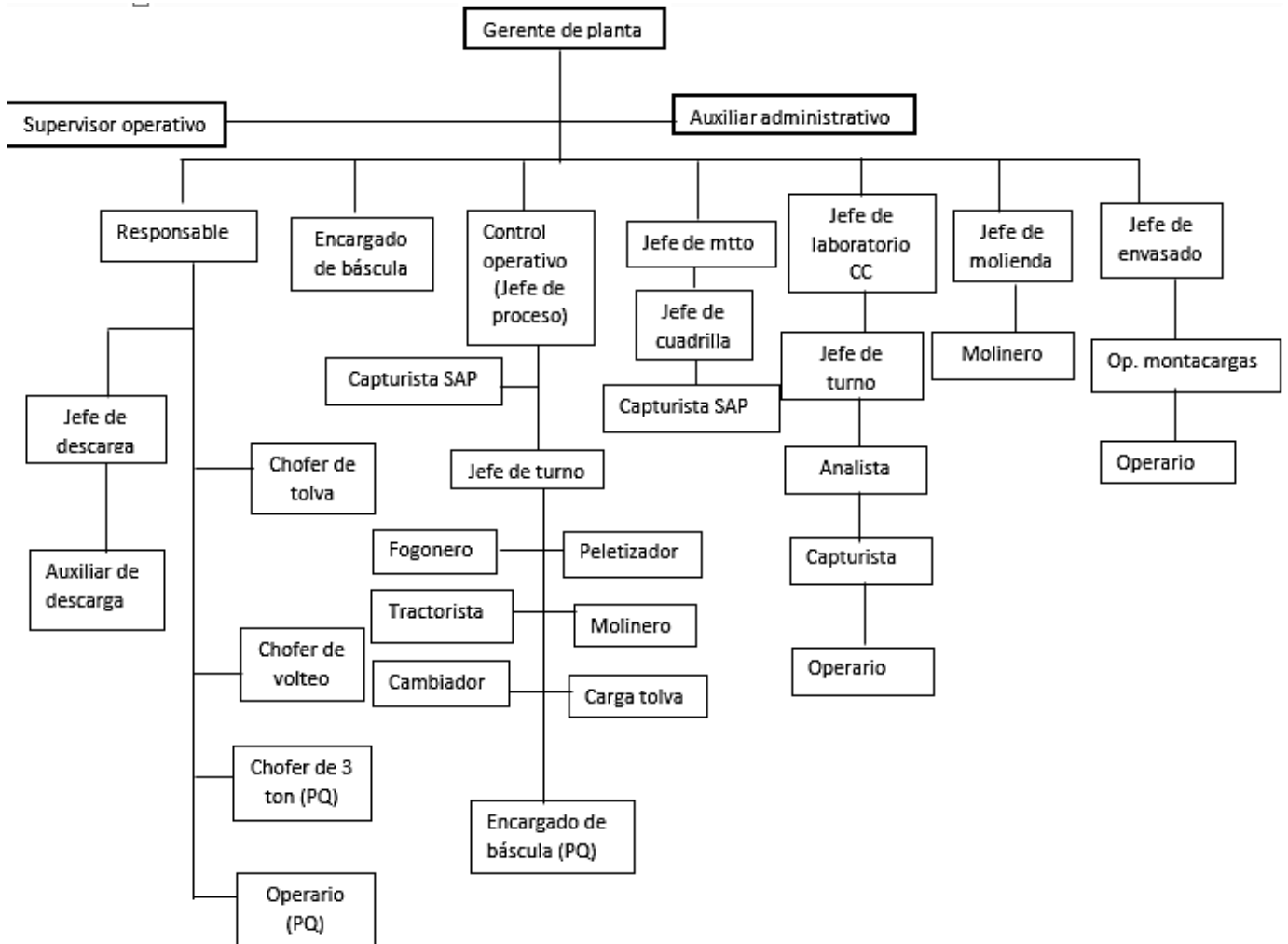


Figura 2. Organigrama de la Planta de Alimentos Balanceados Buenaventura

4.3.3 Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos Balanceados.

El laboratorio de control de calidad de la Planta de alimentos balanceados Buenaventura S.A de C.V. fue fundado en 1997 y brinda servicio a todas las plantas pertenecientes a la empresa con la finalidad de ofrecer productos de calidad al consumidor evaluando cada una de sus etapas de producción, así como servicio externo a la comunidad que lo requiera.

4.3.3.1 Objetivos

- Asegurar que las materias primas y demás insumos, cumplan con las características adecuadas para la fabricación del alimento balanceado.
- Asegurar que el producto elaborado cumpla con las especificaciones y normas regulatorios.
- Asegurar que el producto elaborado se encuentre dentro de los límites permisibles para el consumo de animales.
- Asegurar que las correcciones aplicadas durante la operación cumplan con los parámetros permisibles de calidad e inocuidad.

5. PROBLEMAS A RESOLVER

La empresa tiene la necesidad de adquirir materia prima para los procesos de fabricación del alimento balanceado de manera rápida y confiable, por lo que es necesario conocer la composición fisicoquímica de éstas previamente para evitar la adquisición de materias primas contaminadas que provoquen posibles riesgos a la salud del consumidor como es el caso de las mico toxinas y evitar pérdidas económicas para la misma empresa. Para ello, se propone la implementación del equipo NIRS (Espectrofotómetro de Infrarrojo cercano) con el cual se obtienen resultados en menos de 24 horas, ahorrando tiempo y dinero consumido en los análisis químicos tradicionales que actualmente se emplean en el Laboratorio de Control y Calidad con lo que sería posible tomar las medidas necesarias en la formulación del alimento en aves y cerdos. Particularmente, se busca la implementación del espectrofotómetro NIR para tomar decisiones rápidas de compra conociendo la calidad con la que llegan los insumos a la planta, por lo que este proyecto busca identificar el grado de confiabilidad existente entre ambos métodos para obtener resultados que no superen un margen de error de 0.5 entre el método de referencia y el método NIRS, validando periódicamente los resultados.



6. FUNDAMENTO TEÓRICO

6.1 Los alimentos para animales y su definición

Alimento es toda sustancia que contribuye a asegurar en todas sus manifestaciones (producción y reproducción) la vida del animal que la consume. Los alimentos desde el punto de vista ganadero son todas aquellas sustancias que el hombre pone a disposición de los animales directa o indirectamente para que consumiéndolas puedan mantener con normalidad sus funciones vitales, alcancen su desarrollo corporal propio de la especie y den las producciones útiles que se pretenden obtener (Caravaca Rodríguez, 2001).

6.2 Clasificación de los alimentos para animales

Aunque cada animal utiliza de forma distinta los diferentes tipos de alimentos, para todos y en general, se puede hacer una clasificación básica de los alimentos (Caravaca Rodríguez, 2001).

Dependiendo de la cantidad de nutrientes por kg de producto fresco, muy relacionado con la cantidad de agua y su contenido en fibra:

- Alimentos de volumen o groseros: Se denominan alimentos de volumen ya que ocupan mucho volumen y tienen relativamente poco valor nutritivo. Se les conoce también como alimentos succulentos
- Alimentos concentrados: Se denominan así porque tienen gran cantidad de elementos nutritivos en relación a su peso. Aquí se incluyen todos los granos de cereales y sus harinas (maíz, cebada, trigo, avena, sorgo, centeno, etc.), los granos de leguminosas, las tortas o harinas de oleaginosas y los propios granos de oleaginosas (soja, girasol, etc.) y todos los piensos compuestos. Son prácticamente los mismos alimentos que por lo general consumen los humanos pero transformados para su uso en ganadería.

6.3 Sector productivo de alimentos balanceados en México

El sector de producción y distribución de alimentos balanceados para animales es una actividad intermedia entre la agroindustria y la actividad pecuaria (AKTIVA, 2013) que en México durante 1986, produjo 3.7 millones de toneladas de alimentos balanceados para animales en sus diferentes líneas, que representó un 49.3% de su capacidad de producción real alcanzando un valor de 525 millones de pesos (858.6 miles de dólares) (Palomo Martínez & Arriaga Becerra, 1993). A nivel mundial, esta industria ha tenido un incremento del 3.7% durante el año 2016 fabricándose 1,032.2 millones de toneladas de alimento balanceado (Figura 3).

Para ese mismo año, en México se obtuvo una producción de alrededor de 33.88 millones de toneladas representada por 498 plantas manufactureras (Alltech, 2017) posicionándolo así, como el cuarto productor de alimentos balanceados en el mundo (SAGARPA, 2015) (Figura 4), lo que la hace una industria competitiva y eficiente en el país (Ruiz, 2015).

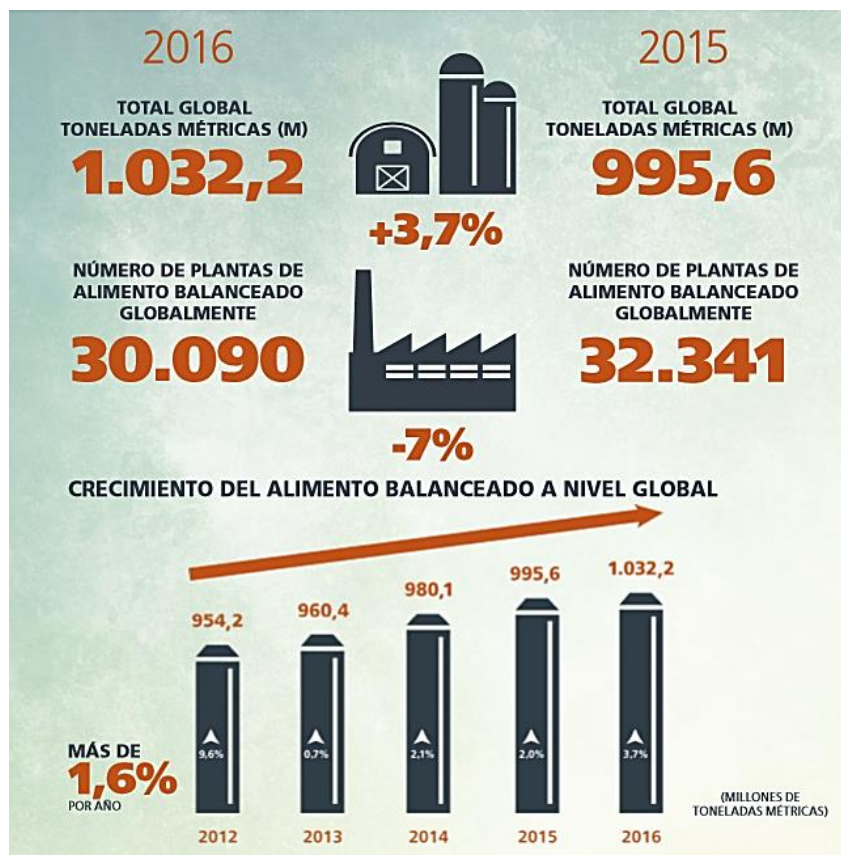


Figura 3. Crecimiento de la producción de alimento balanceado a nivel global. Fuente: Alltech, 2017



Figura 4. Principales países productores de alimento balanceado a nivel global. Fuente: Alltech, 2017

La obtención total de estos alimentos, se distribuye en los sectores avícola, porcícola, ganado lechero y ganado de engorda principalmente como se muestra en la Figura 6 (SAGARPA, 2015), empleando para ello, materias asociadas a cultivos de sorgo, maíz, trigo, cebada, avena, soya, pastas proteínicas (DDGs, pasta de soya, pasta de canola, etc.) (Martínez, 2016), así como subproductos de la industria del azúcar, y de la molinería como los salvados; vitaminas y minerales, aceites, entre otros (Figura 5) (AKTIVA, 2013) convirtiendo al sector en un importante eslabón de la cadena de valor, al transformar, en forma equilibrada, estos granos en alimentos balanceados para animales (AKTIVA, 2013).

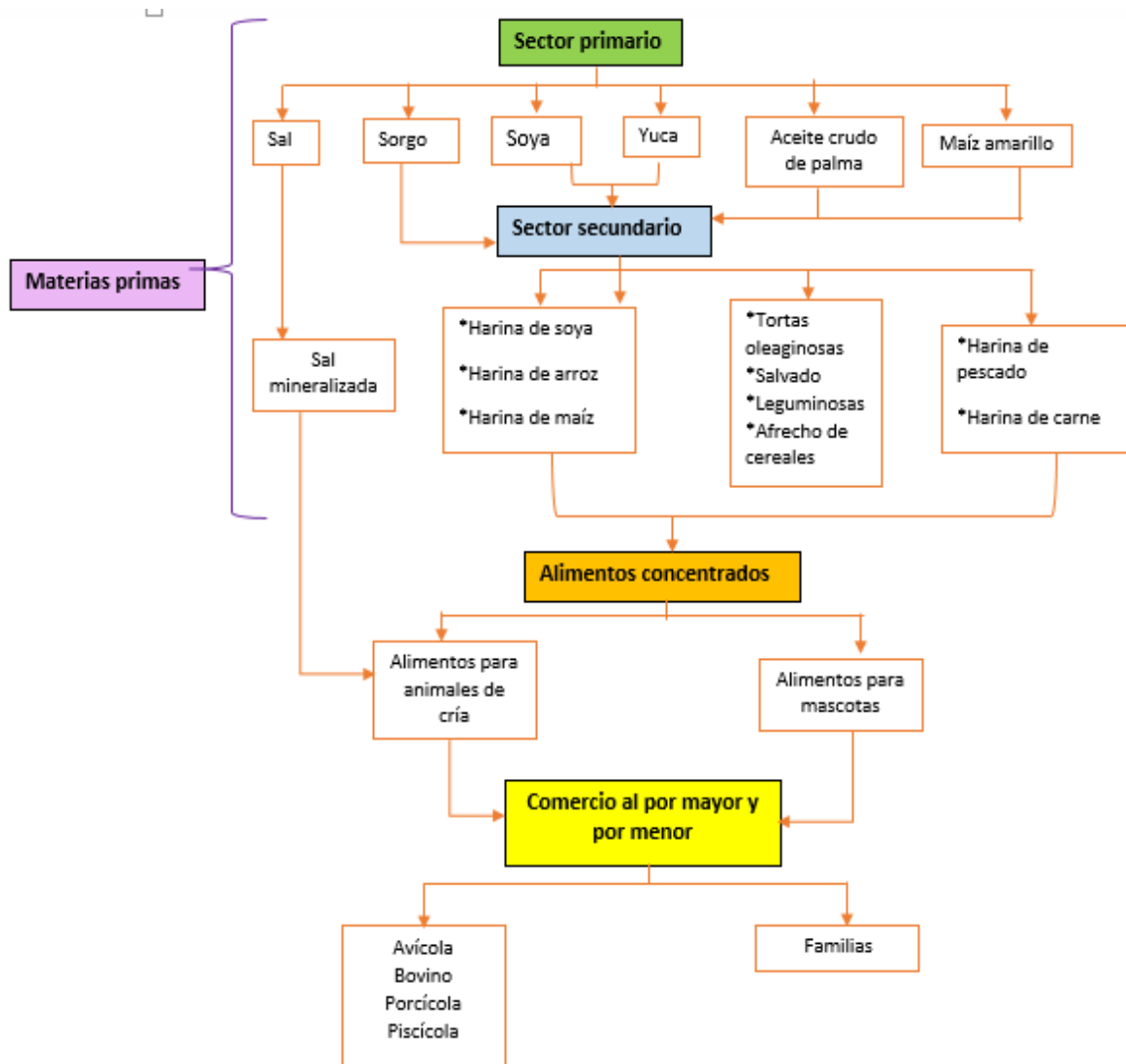


Figura 5. Cadena del sector productivo de alimentos balanceados. Fuente: AKTIVA, 2013

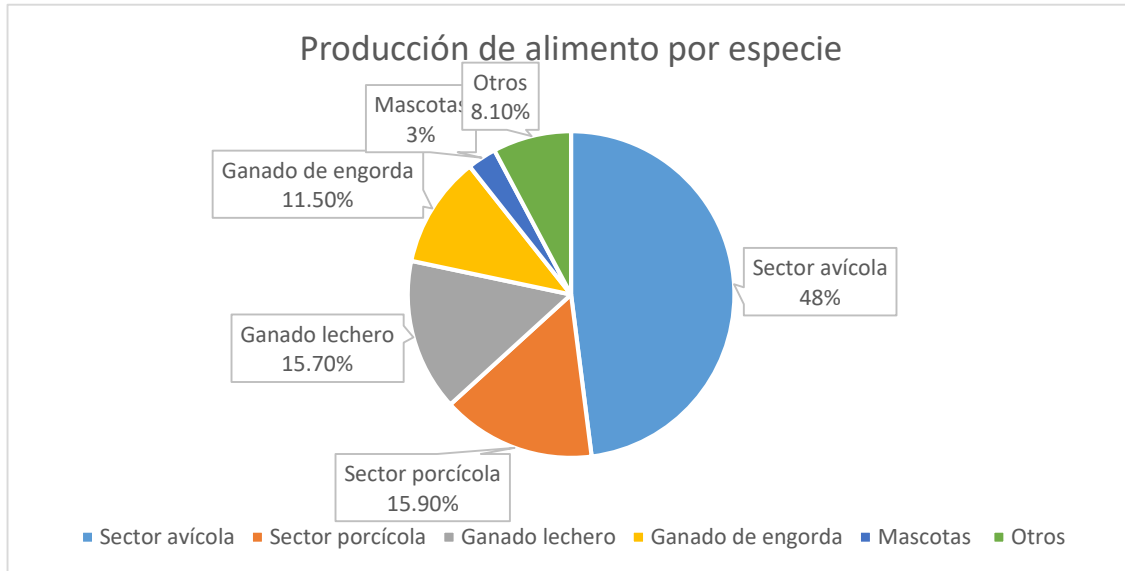


Figura 6. Producción de alimento balanceado por especie. Fuente: SAGARPA, 2015

6.4 Importancia de la calidad de los alimentos balanceados.

Los alimentos y productos agrícolas son nuestro más íntimo contacto con el medio ambiente; El bienestar animal es un aspecto que asume cada día mayor importancia para los consumidores: estos últimos quieren saber de dónde viene la comida que compran, tener la certeza de que sea segura y producida en base a estándares de calidad elevados (Matarrese, 2013). De ahí la importancia de contar con una industria fuerte, competitiva y consolidada como la que actualmente opera en nuestro país (SAGARPA.GOB, 2015). Estos alimentos no solo son importantes en el gasto, sino también en términos nutricionales, ya que algunos de estos son la fuente primaria de proteína animal que requiere el organismo para su normal desarrollo (AKTIVA, 2013). La necesidad de conocer el origen y la calidad de los alimentos para uso animal considerando éste como fuente de alimentación humana, es uno de los objetivos centrales en el mercado de productos agrícolas a nivel mundial (Cozzolino, 2002) ya que los peligros para la inocuidad alimentaria derivados de los alimentos destinados a la nutrición animal pueden ser biológicos, químicos o físicos (radionucleidos). El uso de alimentos para animales y sus ingredientes que sean idóneos, inocuos y de buena calidad, es de primordial importancia para la producción ganadera ya que constituyen un elemento esencial para reducir y prevenir los peligros a la inocuidad de los alimentos que entran a la cadena alimentaria (FAO & IFIF, 2014). Por lo cual es necesario ofrecer al consumidor productos de calidad evaluando cada uno de los procesos e insumos implicados en su elaboración.

6.5 Métodos de análisis

El conocimiento de la composición del alimento balanceado es de primordial importancia para determinar los requerimientos nutricionales del ganado, para producir piensos compuestos balanceados, para controlar el proceso de producción y para manejar la calidad final de los productos. Al elegir el método más adecuado deben considerarse la precisión, la especificidad, la sensibilidad, la confiabilidad y la función práctica. Además, la selección de los métodos adecuados deben tomar en cuenta asuntos diferentes a los de los atributos enlistados. Existe una gran variedad de técnicas que permiten cuantificar diversos parámetros relacionados con la calidad de materias primas y de productos terminados los cuales según el tipo de análisis se dividen como:

- Métodos químicos,
- Métodos instrumentales y,
- Métodos mixtos o fisicoquímicos.

Los primeros pueden ser cualitativos o cuantitativos tratando de evidenciar reacciones químicas, los métodos físicos van dirigidos a evaluar características físicas donde no ocurra reacción química alguna, mientras que los métodos mixtos o fisicoquímicos son aquellos en los que se evalúa una cierta reacción química mediante un método físico, por ejemplo: la determinación de fósforo en cereales.

Así mismo dependiendo de su propósito y norma administrativa, los métodos se pueden clasificar en:

- Métodos oficiales
- Métodos de referencia
- Métodos de selección o rápidos
- Métodos de rutina
- Métodos automatizados
- Métodos modificados

Los métodos oficiales son aquellos exigidos por la ley o reglamento, que se usan en análisis de reglamentación por parte de los organismos gubernamentales o la industria regulada por un organismo gubernamental. Los métodos de referencia los desarrollan las organizaciones o grupos que usan estudios de colaboración para validarlos. Los métodos de selección o rápidos se usan como medios rápidos para determinar, para un gran número de muestras, si pueden estar sujetas a análisis adicionales para un método más preciso. Los métodos de rutina se utilizan en el análisis de rutina que pueden ser oficiales o de normas o incluso modificados para ser más convenientes cuando se necesitan procesar un gran número de muestras. Los métodos automáticos utilizan equipo automático y pueden ser

oficiales o de selección. Los métodos modificados generalmente son oficiales o métodos de normas que pueden modificarse para simplificación para eliminar sustancias que interfieren o para aplicarse a diferentes tipos de muestras (FAO & IFIF, 2014).

6.5.1 Análisis fisicoquímico tradicional de referencia

El control de control de materias primas y alimentos procesados se ha realizado tradicionalmente determinaciones químicas que permiten conocer su composición cualitativa y cuantitativa; el significado higiénico y toxicológico de las alteraciones y contaminaciones, de qué manera y por qué ocurren y cómo evitarlas; cómo legislar y fiscalizar para proteger los alimentos y al consumidor, entre otros (Acero Godínez, 2007). Sin embargo requieren personal capacitado y la infraestructura necesaria para su realización (Ramírez Rodríguez, Anaya Escalera, & Mariscal Landín, 2005).

El sistema proximal para el análisis ordinario de los alimentos para animales se diseñó a mediados del siglo XIX, creándose para obtener una clasificación muy amplia y con un nivel máximo de los componentes de alimentos en un momento en el que sólo se conocía en parte la química de la mayoría de los componentes de los alimentos. Los principales análisis fisicoquímicos han consistido en la determinación analítica del agua (humedad), las cenizas, las grasas brutas (extracción con éter), las proteínas brutas y la fibra bruta principalmente (Greenfield & Southgate, 2003).

6.5.2 La espectroscopia infrarroja

En los últimos años las propiedades ópticas de los alimentos y en particular la espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) se emplea en la industria alimenticia, farmacéutica, petroquímica, como alternativa a los métodos químicos y químico-biológicos tradicionales para evaluar la composición, el procesamiento y certificación del producto final. La aplicación de la técnica de espectroscopia de infrarrojo cercano en la industria agroalimentaria se perfila como la solución actual para satisfacer las necesidades de un control de calidad de los alimentos (García Sánchez, Ramos Martos, & Ballesteros, 2005). Ya que presenta un amplio abanico de aplicaciones en los más diversos campos y se muestra como una importante herramienta analítica en la industria agroalimentaria. Esta herramienta, tal como es entendido en la actualidad, es una síntesis de espectroscopia, matemática, estadística, e instrumentación (Bergera, Jarén, Arazuri, & Arana, 2015).



6.5.2.1 Fundamentos de la espectroscopia infrarroja

La luz visible, infrarroja, ultravioleta, las microondas y las ondas de radio son ejemplos de radiación electromagnética. Todas estas radiaciones viajan a la velocidad de la luz ($c= 3 \times 10^8$ m/s) pero se diferencian en su frecuencia y en su longitud de onda. El espectro electromagnético en la figura 7, muestra en forma gráfica las zonas de energía, separadas por tipo y longitud de onda (Páez, 2008). La región del infrarrojo comprende el intervalo espectral de $780-10^6$ nm. Según el fenómeno espectroscópico que provoca la absorción de energía por parte de la materia, podemos dividir esta región en tres zonas: 1) infrarrojo cercano $780-2500$ nm (NIR), 2) medio $2500-4 \cdot 10^4$ nm (MIR) y 3) lejano de $4 \cdot 10^4- 10^6$ nm (FIR). De esta forma, la espectroscopia infrarroja es un tipo de espectroscopia vibracional, que permite el análisis de las vibraciones moleculares.

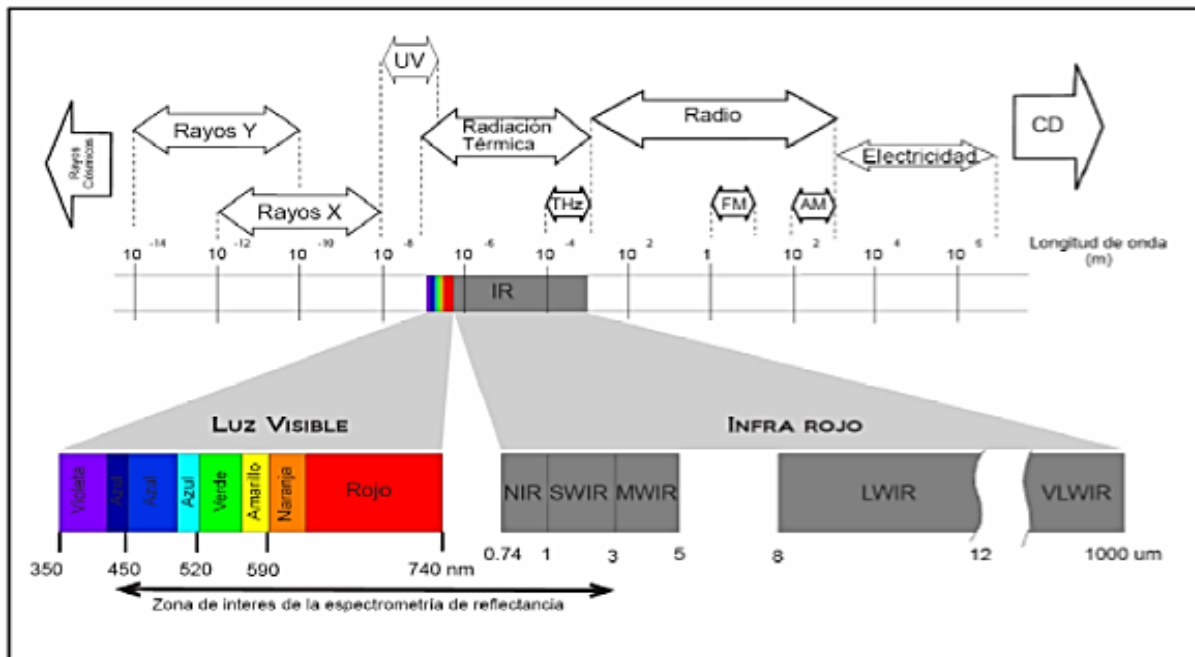


Figura 7. Espectro electromagnético. Fuente: Páez, 2008

Específicamente, la espectroscopía de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) es la medición de la longitud de onda e intensidad de la absorción de luz infrarroja cercana, que realizan determinados componentes químicos de la muestra (Valenciaga & Oliveira Simoes Saliba, 2006). Una de las ventajas del trabajo en la región del infrarrojo cercano del espectro es que, al utilizar longitudes de ondas menores (en relación al infrarrojo medio), la penetración de la radiación es mayor, debido a que el grado de absorción es más débil, con respecto a la banda de absorción fundamental en el sector del infrarrojo medio. Esto hace posible analizar

por reflectancia una muestra sólida de mayor grosor, obteniendo información más representativa y, al mismo tiempo, permite trabajar en modo transmisión (o transmitancia) muestras húmedas heterogéneas más gruesas y que sea más fácil el manejo que en la región del infrarrojo medio (Valenciaga & Oliveira Simoes Saliba, 2006).

Todo cuerpo que sea sometido a efectos de radiación, como un haz de luz, experimenta un fenómeno de reflexión y absorción de energía como se muestra en la figura 8, la cual, se manifiesta en forma de ondas electromagnéticas que pueden ser medidas y analizadas en función de su amplitud y longitud, principalmente (Páez, 2008). Cuando la luz incide en una muestra, una parte de los fotones puede transmitirse a través de la misma, y el resto se absorbe por algunos enlaces covalentes que actúan como resortes oscilantes, acoplados con la frecuencia o longitud de onda exacta de la radiación. Al absorber energía, los enlaces de las moléculas vibran en dos formas fundamentales: se extienden, aumentando la distancia interatómica a lo largo del eje entre dos átomos (lo que ocurre a frecuencias más altas o a menor longitud de onda), o se doblan (a frecuencias más bajas o mayor longitud de onda) cambiando el ángulo de enlace entre dos átomos. A medida que los átomos se acercan unos a otros las fuerzas de repulsión aumentan y conforme se separan las interacciones de atracción disminuyen, a este movimiento de alargamiento y compresión alternantes se le denomina tensión (Skoog, R. Crouch, & Holler, 2008). La absorción es selectiva y depende de los grupos moleculares involucrados. Así, la absorción de luz se estima por diferencia entre la luz incidente y la reflejada o transmitida. La interacción de la energía con la materia obedece a la ley de Lambert-Beer, la cual establece que la absorbancia, a cualquier longitud de onda, es proporcional al número o concentración de las moléculas absorbentes presentes en el camino que recorre la radiación (Valenciaga & Oliveira Simoes Saliba, 2006).



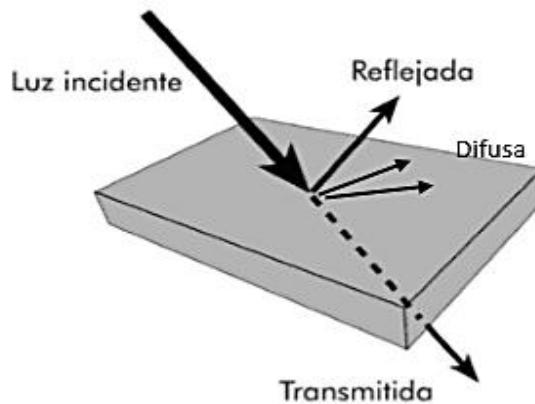


Figura 8. Muestra del comportamiento de un haz de luz al incidir sobre un cuerpo. Fuente: Páez, 2008

En su aplicación al análisis de alimentos para animales y otros compuestos, la técnica se basa en que el espectro lumínico cercano al infrarrojo puede proporcionar información acerca de los principales elementos estructurales asociados a los organismos vivos, ya que los grupos funcionales que responden a la radiación en este espectro son C-H, O-H, N-H, S-H y C=O (Valenciaga & Oliveira Simoes Saliba, 2006). La absorción de energía por la muestra produce que los enlaces entre carbono e hidrogeno (C-H), Oxigeno e Hidrogeno (O-H) y nitrógeno e hidrogeno (N-H); principales constituyentes de la estructura básica de las sustancias orgánicas; vibren en distintas formas y a diferentes longitudes de onda (Figura 9) (Cozzolino, 2002).

Así, los principales componentes del tejido vegetal, que consisten en combinaciones muy diversas de los grupos citados, tienen propiedades de absorción en esta región del espectro, que pueden usarse para diferenciar un componente de otro.

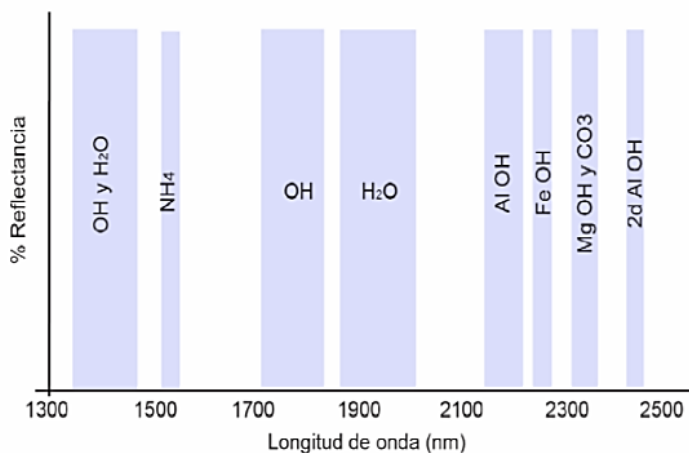


Figura 9. Principales zonas de absorción de las moléculas en el espectro IR. Fuente: Páez, 2008

Tanto la absorción y reflexión de energía de una molécula, son controladas por características químicas y físicas de la misma, es decir, su composición, distribución de átomos en la estructura cristalina, propiedades de los átomos en la estructura dada (composición electrónica) y propiedades físicas. Por lo tanto, cada molécula diferente, posee un espectro de absorción y emisión de energía específico

6.5.2.2 Instrumentación

Como se muestra en la figura 10, el espectrofotómetro infrarrojo es equipado con una fuente de emisión de radiación infrarroja capaz de generar el haz de luz necesario para irradiar la muestra, que normalmente es una barra de un material cerámico (Skoog, R. Crouch, & Holler, 2008). La fuente de radiación más usada es la lámpara halógena de filamento de tungsteno con ventana de cuarzo capaz de proporcionar un espectro continuo en la región de 320 nm a 2500 nm. Otras fuentes de radiación que pueden utilizarse son los denominados LED'S (light emitting Diodes) que dependiendo de su composición puede llegar a emitir hasta 1600 nm. La radiación emitida por esta fuente se divide en dos haces al atravesar una serie de espejos. El equipo cuenta con un compartimento para muestras en donde se colocan las celdas o cubetas que integran la muestra correspondiente; de los dos haces, uno de ellos pasa por una celda que contiene la muestra que se desea estudiar, mientras que el otro haz atraviesa una celda que solo contiene el estándar correspondiente (haz de referencia).

Carretera Panamericana Km. 1080, C. P. 29050, Apartado Postal 599
Tuxtla Gutiérrez, Chiapas; Tels. (961) 61 54285, 61 50380, Conmut. Ext. 325 y 326
www.ittg.edu.mx

Los dos haces se dirigen luego hacia un dispositivo que permite el pase alternativamente de un haz y luego del otro (interruptor rotatorio). El haz se dirige a la rejilla de difracción donde se separa en las longitudes de onda que lo componen (espectro de IR). En función del dispositivo utilizado para la selección de longitudes de onda, los instrumentos NIR pueden ser clasificados en sistemas dispersivos y no dispersivos. Dentro de los equipos dispersivos, los sistemas de selección de longitud de onda más utilizados son los monocromadores, constituidos por un conjunto de colimadores de los haces de entrada y salida junto con un elemento dispersante, siendo esta la parte fundamental del sistema ya que permite la descomposición del haz incidente por efecto de interacciones constructivas y destructivas. Los elementos dispersantes más utilizados son las redes de difracción (Peguero Gutiérrez, 2010).

Los equipos no dispersivos son los más ampliamente utilizados ya que la variedad de sistema de selección es elevada empleando filtros que eliminan la llegada de longitudes de onda no deseadas al detector, procedente de la de difracción. Estos filtros van sincronizados con el movimiento de la red de difracción en caso de que éste exista.

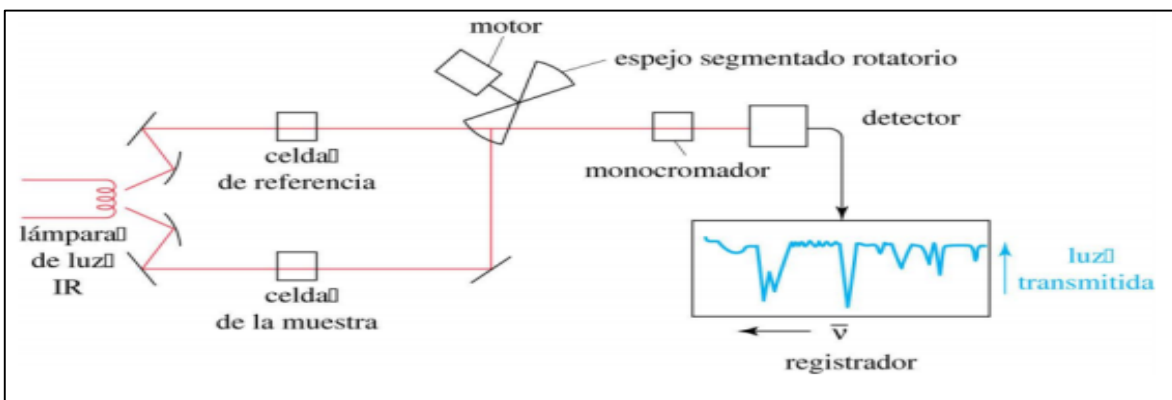


Figura 10. Características principales de un espectrómetro IR. Fuente: Peguero Gutiérrez, 2010

Las radiaciones, separadas por su valor de longitud de onda, pasan a través de una ranura y llegan al detector, sensor que detecta la radiación NIR generalmente caracterizada por una bobina de alambre cuya resistencia aumenta debido al calentamiento que produce la radiación incidente. Así pues, la resistencia del detector depende de la intensidad de la radiación. Uno de los más utilizados es el de sulfuro de plomo (PbS), debido a las buenas prestaciones que presenta tanto de sensibilidad como de rango (900-3300 nm). Otros detectores utilizados, es el detector de silicio para longitudes comprendidas entre 400-1100 nm, y el detector InGaAs, para longitudes de 900-1700 nm (Peguero Gutiérrez, 2010).

6.5.2.3 Registros del espectro NIR

Existen 3 tipos de registros de espectro NIR: transmitancia, reflectancia y transflectancia como se observa en la figura 11 (Peguero Gutiérrez, 2010).

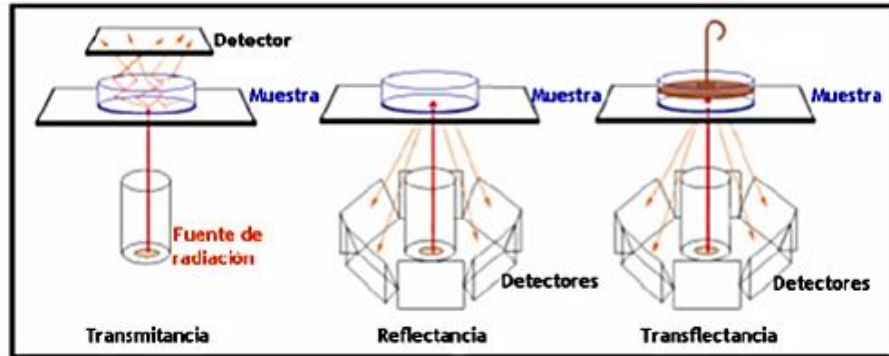


Figura 11. Esquema de las 3 configuraciones de registro de espectros NIR. Fuente: Peguero Gutiérrez, 2010

- Reflectancia: Es el efecto producido cuando un haz de luz incide sobre la superficie de un cuerpo, y éste lo devuelve al medio en mayor o menor proporción en función del tipo de material sobre el que incida la luz. El paso óptico es indeterminado, por no saber la profundidad a la que llegará la radiación NIR a la muestra. En este caso la muestra puede ser opaca, pulverizada, o de grosor superior a 1 cm.
- Transmitancia: Cuando un haz de luz monocromática (de una sola longitud de onda) incide sobre un cuerpo, parte de ese haz será absorbido y otra parte atravesará el medio. La transmitancia es la parte del total que no es absorbida por el cuerpo en el que incide.
- Transflectancia: Efecto combinado de la reflectancia y la transmitancia. Se conoce también como doble transmisión. En este caso parte de la luz incidente es reflejada en la muestra y otra parte la atraviesa, para ser reflejada por un material colocado en la cara opuesta de la muestra, siendo recogida por el detector.

En modo transmitancia se pueden registrar gases, líquidos, semilíquidos y sólido. En este modo el haz de luz atraviesa la muestra hasta el detector. En las medidas de reflectancia (sólidos y semisólidos, el haz es reflejado por la propia muestra y el haz reflejado es recogido por el detector, finalmente un caso intermedio lo ocupa las medidas por transflectancia (líquidos y semilíquidos) donde le haz de luz

atraviesa la muestra, se refleja en un reflector que está en contacto con la misma y finalmente llega al detector.

6.5.2.4 Desarrollo de calibraciones

Para estimar la composición química de una muestra mediante este método, se requiere previamente hacer calibraciones, para lo que se necesita de un conjunto amplio de muestras representativas de una misma población, coleccionar sus espectros, analizar las muestras mediante un método de referencia confiable (técnicas analíticas clásicas), así como desarrollar las ecuaciones de calibración que relacionen los datos espectrales con los resultados del método de referencia y, finalmente, validarlas con otras muestras de la misma población general, pero que no formen parte del conjunto de calibración. Según (Murray, Cozzolino, Scaife, & Paterson, 2000), el grupo de muestras seleccionadas para desarrollar una calibración debe cumplir ciertas condiciones ideales:

- Representar un rango amplio de composiciones o calidades.
- Tener una distribución uniforme y pareja (no normal) con respecto a la población total.
- Contar con datos precisos de su composición química.

Las ecuaciones de calibración tienden a tener mejor valor predictivo cuando se desarrollan en muestras de naturaleza relativamente homogénea o correspondientes a un mismo tipo de producto. En cambio, cuando se intenta desarrollar calibraciones para poblaciones más heterogéneas, de base más amplia (pajas, henos y ensilajes de distintas especies vegetales), la precisión y exactitud tienden a disminuir. Uno de los primeros aspectos que se plantea al desarrollar una calibración, es el número de muestras que será necesario incluir para obtener resultados satisfactorios. No existe un número mínimo definido, este depende de la entidad que se va a predecir y de la naturaleza del producto que se pretende evaluar. Cuando se pretenden analizar entidades químicas simples, de productos relativamente homogéneos, como es el nitrógeno, puede bastar con 30 a 40 muestras. En cambio, si se pretende evaluar el contenido de proteína en productos más heterogéneos, o productos con mayores niveles y variedad de proteínas, se requieren más de 100 muestras. Mientras mayor es el número de muestras, mayor precisión se logra en la determinación y, por tanto, en la calibración. Al desarrollar una calibración NIRS, la información espectral (óptica) se relaciona mediante un algoritmo con la información de la composición físico-química (método de referencia), utilizando modelos estadísticos. Entre las técnicas disponibles están la regresión múltiple, la regresión múltiple paso a paso, así como la de los componentes principales y cuadrados mínimos parciales.

Carretera Panamericana Km. 1080, C. P. 29050, Apartado Postal 599
Tuxtla Gutiérrez, Chiapas; Tels. (961) 61 54285, 61 50380, Conmut. Ext. 325 y 326
www.ittg.edu.mx

Generalmente, se encuentran mejores resultados con las últimas dos técnicas, en las que se reduce toda la información espectral a un grupo más pequeño de variables independientes (componentes principales) y, al mismo tiempo, se controla el riesgo de sobreajuste (Murray, Cozzolino, Scaife, & Paterson, 2000).



7. PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE ACTIVIDADES

De acuerdo al procedimiento establecido en el Laboratorio de Control de Calidad, se realizó la toma de muestra de granos y pastas para su caracterización y clasificación. Posteriormente, las muestras fueron sometidas a una molienda y tamizado con una malla de 6-4 mm. Para reducir aún más el tamaño de partícula, las muestras fueron molidas nuevamente en un molino tipo Wiley y tamizadas con una malla de 1 mm.

Las muestras de granos y pastas fueron caracterizadas de la siguiente manera:

Tabla 1. Clasificación e identificación de las muestras analizadas

Materia prima	Identificación	Proveedor	N (número de muestras)
Pasta de soya	NP del mes de enero	IP	10
Pasta de soya	NP del mes de enero	PYO	10
Pasta de soya	NP del mes de enero	GRAMOSA	10
Pasta de soya	NP del mes de enero	ADM	10
Pasta DDG	NP del mes de enero	ADM	31
Pasta de canola	NP del mes de enero	IP	25
Pasta de canola	NP del mes de enero	PYO	10
Pasta de soya integral	NP del mes de enero	PA	32
Frijol soya	NP del mes de enero	TAPACHULA	30
Maíz importado	NP del mes de enero	ADM	10
Maíz importado	NP del mes de enero	CARGIL	10
Maíz importado	NP del mes de enero	GRAMOSA	10
Maíz nacional	NP del mes de enero	REGIÓN	10
Maíz nacional	NP del mes de enero	JALTIPAN	10
Maíz nacional	NP del mes de enero	CAMPECHE	10
Sorgo	NP del mes de enero	REGIÓN	18
Sorgo	NP del mes de enero	NACIONAL OAXACA	14

Se realizaron los análisis bromatológicos a las muestras de granos y pastas para la determinación de proteína cruda (PC), extracto etéreo (EE), ceniza (CZA), fósforo (P) y humedad (H). En el caso de la pasta DDG se determinó la cantidad de calcio (Ca) presente y para las pastas de soya y pasta de soya integral se determinó la actividad ureásica (AU). Así mismo, se realizaron análisis toxicológicos para todas las muestras de granos y de pastas.

Las técnicas empleadas se resumen a continuación:

- **Proteína cruda** por combustión LECO de acuerdo a la Técnica DUMAS AOAC 990.03 Crude Protein in Animal Feed. Empleando un determinador de nitrógeno/proteína. Marca LECO FP-528.
- **Extracto Etéreo** por Tecnología ANKOM (AOCS Official Procedure Am 5-04). Empleando un extractor de grasas con recuperación automática de solvente marca ANKOM modelo XT15 con capacidad de hasta 15 muestras en 20 minutos con un tamaño de 1.0-3.0 g y con un rango de extracción de grasa de 0% - 100%.
- **Humedad** de acuerdo a la norma PROY-NMX-Y-098-SCFI-2012. Alimentos para Animales – Determinación de Humedad en Alimento Balanceados e Ingredientes mayores. Empleando un determinador de humedad GAC 2100bsa para el análisis de granos.
- **Cenizas** según la norma NMX-Y-093-SCFI-2003. Alimento para animales – Determinación de Cenizas en Alimentos Terminados e Ingredientes para Animales – Método de Prueba. Empleando una mufla con un rango máximo de temperatura alcanzable de 700°C.
- **Toxinas** de acuerdo a Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemist. 1995 16° edition (Method 942.05) Micotoxinas: USDA-GIPSA 2008-011 (Aflatoxina, Ocratoxina, Fumonisina, Deoxinivalenol, Zearalenona y T2/HT2). Mediante ensayos cuantitativos de ensayos inmunoabsorbentes ligados a enzimas (ELISA) por el equipo Veratox® de Neogen® que comprende el rango para detectar micotoxinas como Aflatoxina, Ocratoxina, Fumonisina, Deoxinivalenol (DON), Zearalenona y T2/HT2.
- **Calcio y fósforo** de acuerdo a la norma NMX-Y-021-SCFI-2003, Alimentos para Animales- Determinación de Calcio en Alimentos Terminados e Ingredientes para Animales – Método de Prueba; y a la norma NMX-Y-341-SCFI-2006, Productos para uso Agropecuario- Ingredientes para la Alimentación Animal – Fosfatos de Calcio como fuentes de Fósforo y Calcio - Especificaciones y Métodos de Prueba. Empleando un espectrofotómetro UV-Visible doble haz marca Thermo Scientific, modelo Genesis 10S

de 6-celdas con un rango de longitud de onda de 190-1100 nm con lámpara de Xenón Flash como fuente de luz.

- **Au** de acuerdo a la norma NMX-Y-117-SCFI-2004, Alimentos para animales-Determinación de actividad ureásica en soya y sus derivados- Método de prueba. Empleando un baño María para laboratorio marca Acequilabs con un rango de temperatura máximo alcanzado de 90°C.

Conjuntamente se realizó el análisis mediante espectroscopia en el infrarrojo cercano, para preservar la frescura de las muestras; empleando para ello, un instrumento NIRS 5000 en el rango de longitud de onda de 1100-2500 nm (NIRSystems 5000 No. De serie 57359503 marca FOSS) en cubetas circulares Small Ring Cup.

La luz difusa reflejada (reflectancia) por la muestra fue registrada, en detectores de sulfuro de plomo, amplificada, digitalizada, transformada en $1/R$ (donde R = reflectancia) y enviada a una computadora para su almacenamiento y procesamiento. En forma paralela a la señal digital de luz reflejada, la computadora recibió una señal que representa la longitud de onda utilizada de modo que cada valor de reflectancia almacenada, le corresponde una longitud de onda. El conjunto de valores de diferentes longitudes de onda para una muestra constituye su espectro que representa “la huella dactilar” o “espectro” típico o representativo de la muestra. El programa utilizado para la recolección de espectros, manipulación de la información y construcción de las ecuaciones fue el Software WINISI II versión 1.

Una vez realizados ambos análisis, se procedió a realizar la comparación de los resultados para conocer el grado de confiabilidad existente entre los métodos, representada como porcentaje de diferencias aceptables para el total de muestras, siendo el valor máximo aceptable de diferencia igual a 0.5. Se realizó el ajuste de calibración correspondiente para cada materia prima ingresando los datos recabados de los análisis primarios de la comparación, desarrollándose las ecuaciones de calibración y predicción usando el método estadístico de la regresión parcial por mínimos cuadrados (PLS).

Los nuevos datos de calibración se revisaron cuidadosamente para detectar muestras atípicas, las cuales se definieron como aquéllas en que el valor de la diferencia absoluta entre los resultados del NIRS y los resultados del laboratorio fuese mayor a 0.5. Esas muestras se volvieron a analizar químicamente y en el caso de persistir la diferencia se eliminaron para no afectar la calibración del

equipo NIR. Las ecuaciones de regresión múltiple para los parámetros evaluados se validaron utilizando 10 muestras de materias primas por cada proveedor no empleadas en la calibración, obteniendo así un nuevo análisis estadístico por análisis de varianza (ANOVA simple) con un $\alpha=0.05$ para fines particulares establecidos por la misma empresa, empleando el software estadístico Statgraphics Centurion versión 16.103 en español.



8. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Los resultados obtenidos en el análisis bromatológico de las materias primas y los resultados del equipo NIR, se evaluaron mediante un análisis estadístico para conocer el grado de similitud existente entre cada método, calculando el porcentaje aceptable y teniendo como límite una diferencia absoluta de 0.5 de acuerdo a los requerimientos de la empresa.

Se utilizaron los resultados del análisis tradicional para ajustar la curva de calibración del equipo NIR considerando solo aquellos resultados que no superaran una diferencia de 0.5 en el análisis estadístico.

Tabla 2. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de granos.

PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS					
	<u>Variables</u>				
<u>Materia prima</u>	<u>PC</u>	<u>EE</u>	<u>CZA</u>	<u>P</u>	<u>H</u>
<u>FRIJOL SOYA</u> <u>(n=30)</u>	100%	96.66%	100%	100%	66.66%
<u>MAIZ</u> <u>IMPORTADO</u> <u>(n=30)</u>	36.66%	100%	100%	100%	60%
<u>MAIZ NACIONAL</u> <u>(n=40)</u>	62.5%	100%	100%	100%	57.5%
<u>SORGO</u> <u>(n=32)</u>	53.13%	100	100%	100%	28.13%

Tabla 3. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de granos.

PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS						
Variables						
MP	<u>AFLA</u> (0-20 ppb)	<u>OCRA</u> (0-25 ppb)	<u>ZEARA</u> (0-250 ppb)	<u>FUMO</u> (0-5 ppm)	<u>T2</u> (0-50 ppb)	<u>DON</u> (0-0.3 ppb)
<u>FRIJOL SOYA</u> (n=30)	63.33%	70%	0%	66.66%	66.66%	100%
<u>MAIZ IMPORTADO</u> (n=30)	60%	10%	0%	13%	46.66%	100%
<u>MAIZ NACIONAL</u> (n=40)	72.5%	55%	0%	60%	87.5%	100%
<u>SORGO</u> (n=32)	65.62%	62.5%	0%	53.13%	6.25%	100%

Tabla 4. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de pastas proteínicas.

PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS							
Variables							
MP	<u>PC</u>	<u>EE</u>	<u>CZA</u>	<u>CAL</u>	<u>P</u>	<u>H</u>	<u>AU</u>
<u>PASTA DE SOYA</u>	72.5%	100%	100%		100%	100%	100%
<u>PASTA DDG</u>	16.13%	29%	90.32%	100%	100%	96.77%	
<u>PASTA DE CANOLA</u>	45.71%	100%	100%		100%	100%	
<u>SOYA INTEGRAL</u>	87.5%	100%	100%		100%	98.75%	100%

Tabla 5. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de pastas proteínicas.

MP	PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS					
	Variables					
	<u>AFLA</u> (0-20 ppb)	<u>OCRA</u> (0-25 ppb)	<u>ZEARA</u> (0-250 ppb)	<u>FUMO</u> (0-5 ppm)	<u>T2</u> (0-50 ppb)	<u>DON</u> (0-0.3 ppb)
<u>PASTA DE SOYA</u>	57%	82.92%	0%	51.22%	26.83%	100%
<u>PASTA DDG</u>	38.71%	64.52%	0%	70.97%	3.23%	100%
<u>PASTA DE CANOLA</u>	48.57%	42.86%	2.86%	45.71%	0%	100%
<u>SOYA INTEGRAL</u>	84.37%	90.63%	0%	56.25%	0%	100%

Los resultados obtenidos de la composición fisicoquímica y el análisis toxicológico de materia prima se presentan en las tablas 2, 3, 4 y 5 para granos y pastas, se observa que la PC presentó bajos porcentajes de diferencias aceptables para maíz importado, maíz nacional, sorgo y pastas debido a las fallas presentadas en el equipo LECO. Así mismo, la humedad presentó porcentajes bajos de aceptabilidad en granos ya que el equipo GAC para determinar humedad no fue calibrado previamente.

En los resultados de extracto etéreo en pasta DDG se identifica un porcentaje bajo de aceptabilidad al comparar ambos métodos, debido a que los primeros datos de calibración del NIR fueron obtenidos utilizando una técnica de análisis diferente a la que se utilizó en este proyecto.

En los resultados obtenidos del análisis toxicológico en los granos y pastas, el porcentaje de diferencias aceptables es menor al 90% para las toxinas Afla, Fumo, Zeara, Ocrá y T2, por lo que se considera que el equipo NIR no es capaz de predecir resultados confiables debido a que la curva de calibración para estas micotoxinas no abarca el rango requerido.

En el caso de la micotoxina Deoxinivalenol (DON) se observan porcentajes de aceptabilidad del 100% para granos y pastas, ya que el rango aceptable para esta micotoxina comprende valores pequeños que va de 0-0.3 ppb, en comparación con la micotoxina Zearalenona que presentó el porcentaje más bajo siendo su rango de aceptación de 0-250 ppb,

Para validar la nueva ecuación de calibración se realizó un análisis estadístico de varianza (ANOVA simple) con un valor de $\alpha=0.05$ obteniéndose los siguientes resultados para cada materia prima.

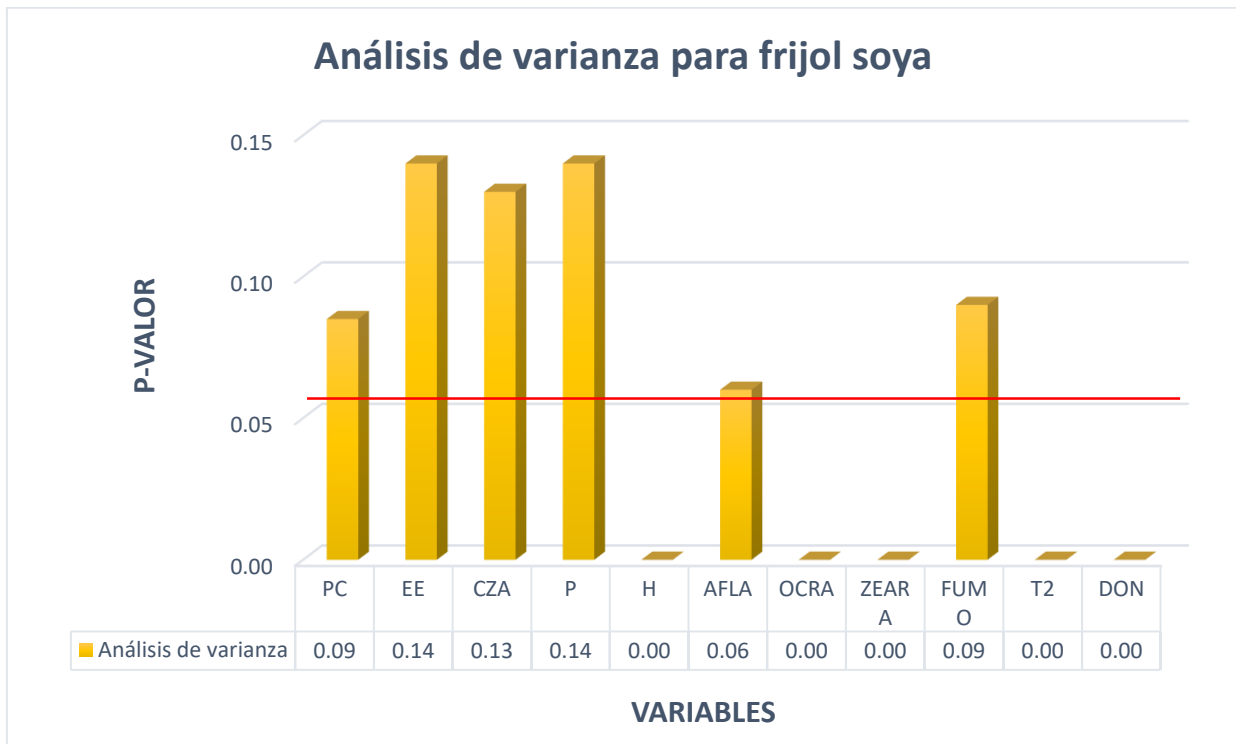


Figura 12. Análisis de varianza para muestras de frijol soya ($P \geq 0.05$)

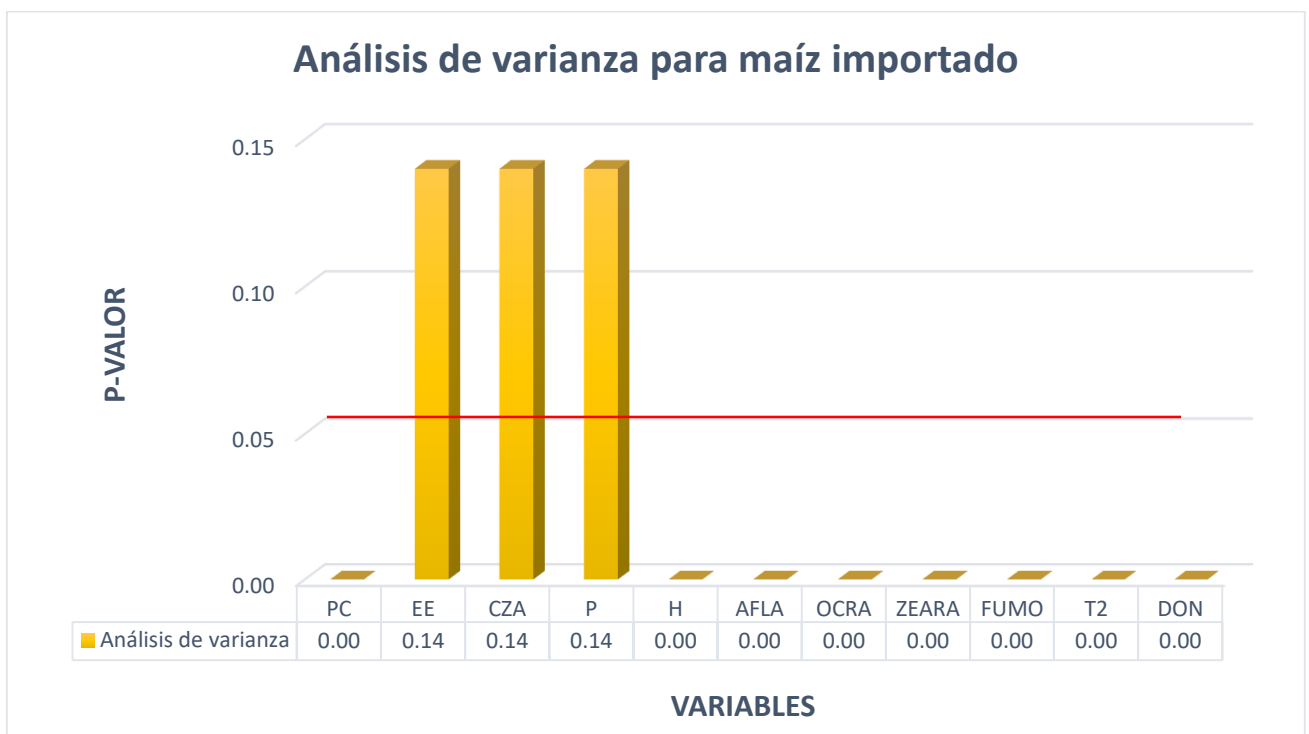


Figura 13. Análisis de varianza para muestras de maíz importado ($P \geq 0.05$)

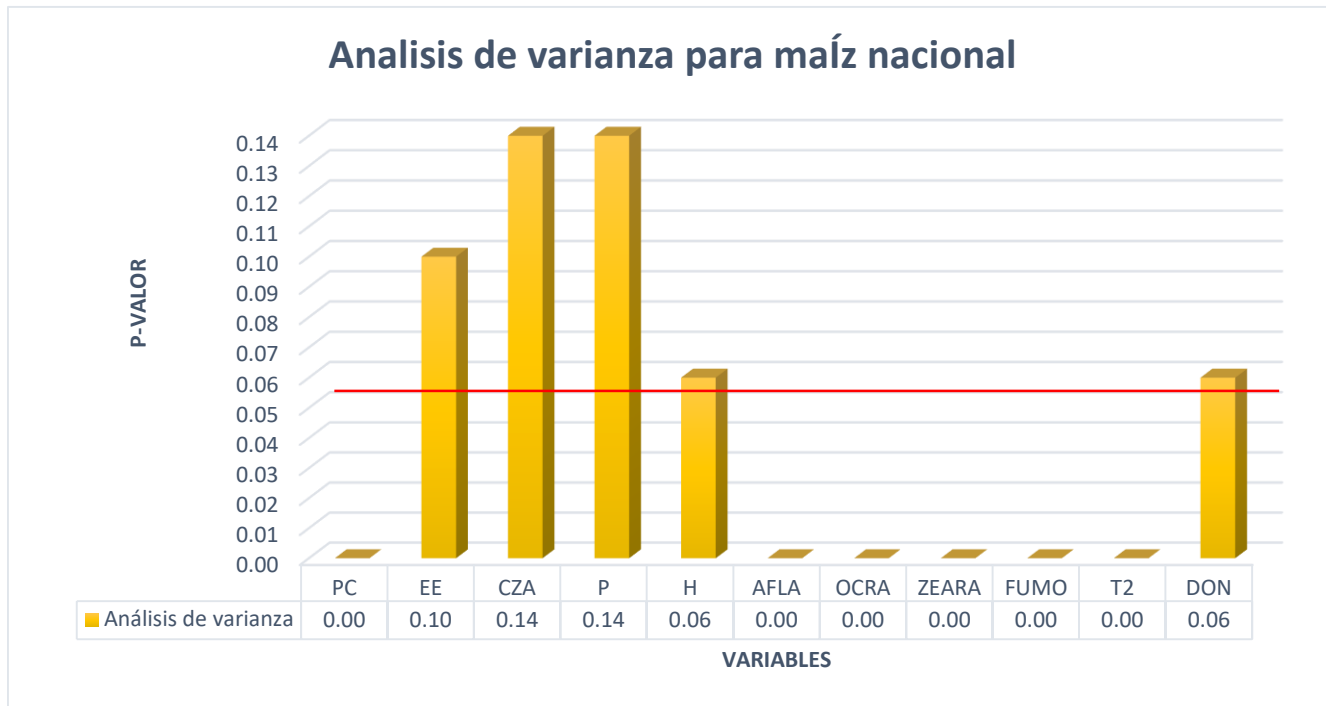


Figura 14. Análisis de varianza para muestras de maíz nacional ($P \geq 0.05$)



Figura 15. Análisis de varianza para muestras de sorgo ($P \geq 0.05$)

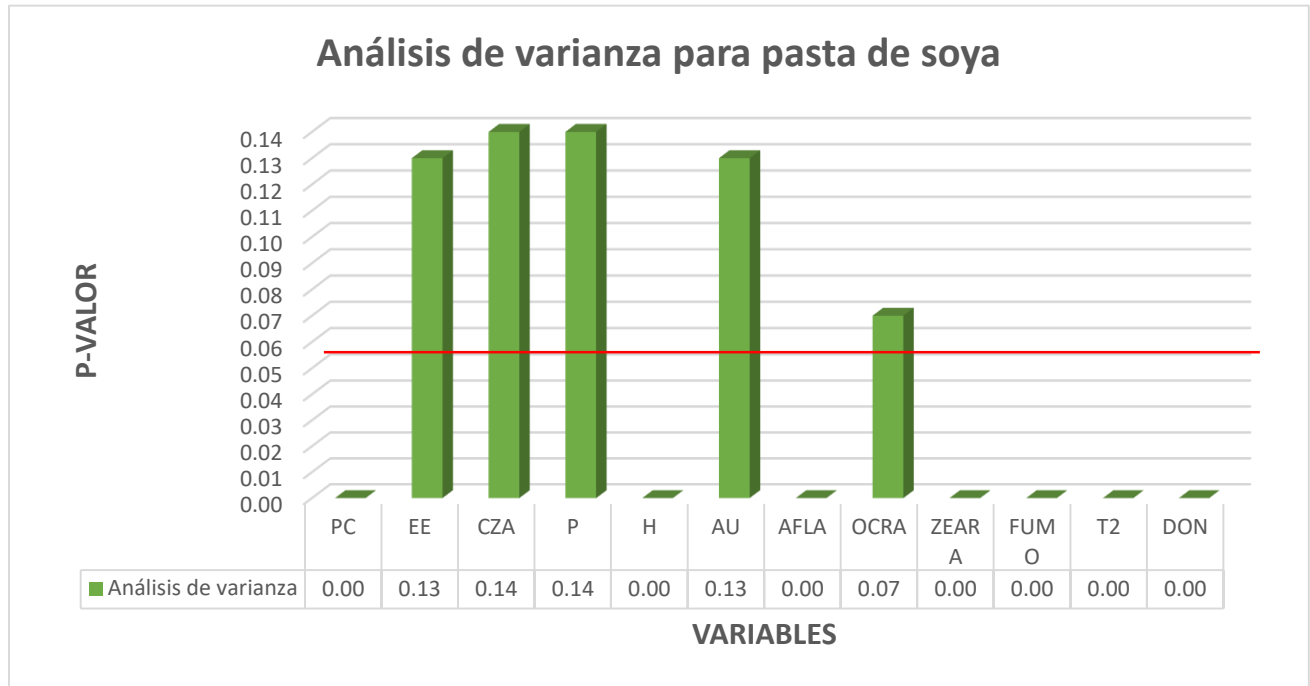


Figura 16. Análisis de varianza para muestras de pasta de soya ($P \geq 0.05$)

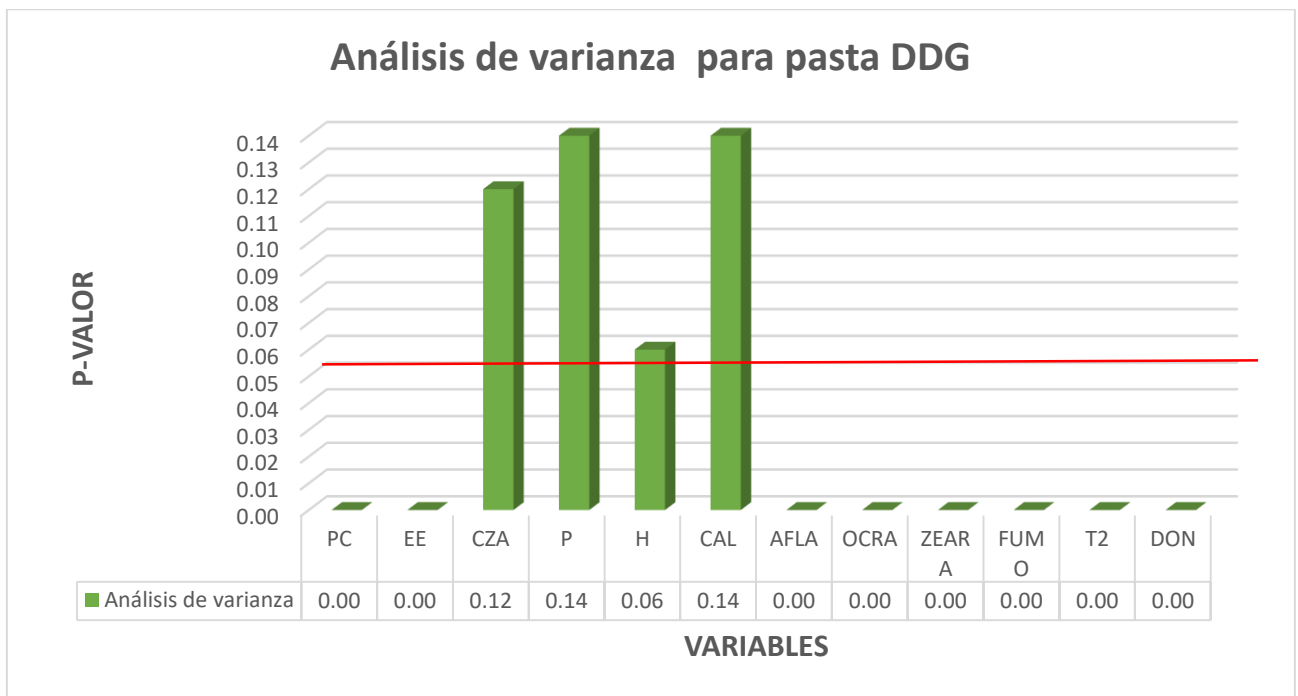


Figura 17. Análisis de varianza para muestras de pasta DDG ($P \geq 0.05$)

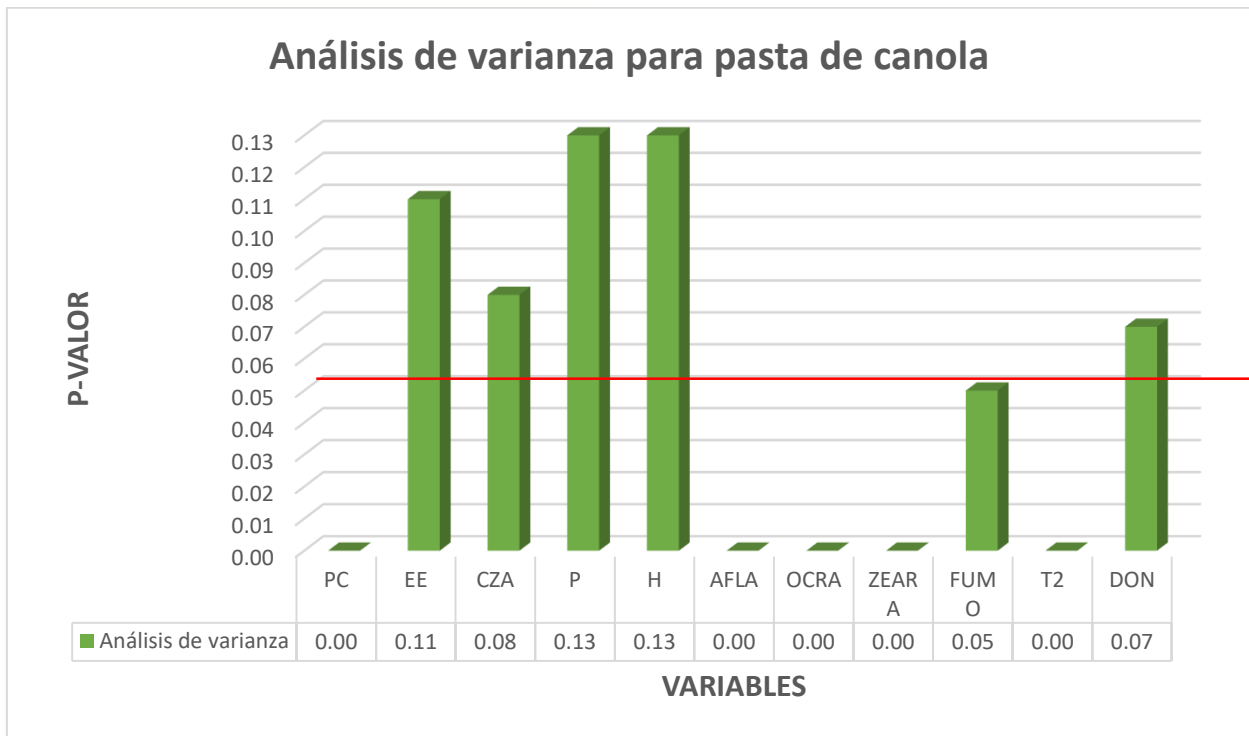


Figura 18. Análisis de varianza para muestras de pasta de canola ($P \geq 0.05$)

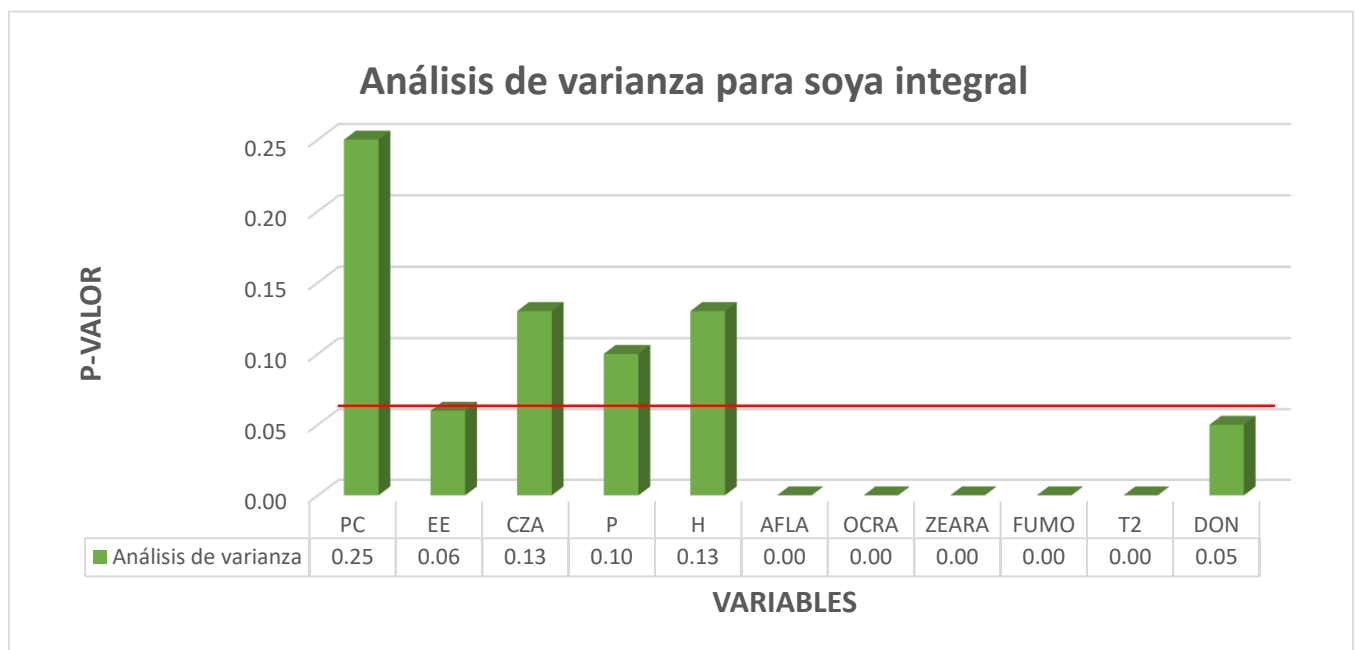


Figura 19. Análisis de varianza para muestras de pasta de soya integral ($P \geq 0.05$)

Los resultados obtenidos en el análisis de varianza para la determinación de humedad en maíz nacional, maíz importado, sorgo y pasta de soya presentaron un valor de $P < 0.05$, mostrando diferencias estadísticas significativas y porcentajes de aceptabilidad menores al 90% (ver anexo 1). Para el caso de la PC, se obtuvieron diferencias estadísticas significativas en maíz importado, maíz nacional, sorgo, pasta de soya, pasta DDG y pasta de canola por la falla técnica presentada en el equipo LECO durante la realización de este proyecto.

Se observan diferencias estadísticas significativas para pasta DDG en la cuantificación de extracto etéreo, sin embargo presentó el 100% de aceptabilidad en el análisis estadístico como se observa en el anexo 1, lo que comprueba la eficiencia del NIR para la determinación de extracto etéreo en pasta DDG.

En los resultados obtenidos del análisis toxicológico en granos y pastas, se observan diferencias estadísticas significativas para las toxinas Afla, Fumo, Zeara, Ocra y T2, por lo que se considera que el equipo NIR no es capaz de predecir resultados confiables debido a que la curva de calibración para estas micotoxinas no abarca el rango requerido. En el caso de la micotoxina Deoxinivalenol (DON) se observan porcentajes de aceptabilidad del 100% en granos y pastas, ya que el rango aceptable para esta micotoxina comprende valores pequeños que va de 0-0.3 ppb, en comparación a la micotoxina Zearalenona que presentó el porcentaje más bajo siendo su rango de aceptación de 0-250 ppb,



9. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los resultados obtenidos tanto en la comparación de la eficiencia del equipo NIR con respecto al método de análisis tradicional, como los resultados obtenidos en la validación del ajuste de curva del equipo NIR, muestran que para las determinaciones del contenido de ceniza, extracto etéreo, fósforo, calcio y actividad ureásica en granos y pastas es posible utilizar el NIR como alternativa a los métodos fisicoquímicos tradicionales obteniendo resultados de manera rápida y confiable. El método NIR es más rápido y confiable obteniendo resultados en menos de 1 min lo que permite eficientar el proceso de análisis de materias primas para la formulación de alimento balanceado con un ahorro de tiempo y dinero.

No se recomienda el equipo NIR para evaluar la humedad en granos y pasta de soya debido a los bajos porcentajes de aceptación que se obtuvieron en la validación del ajuste de curva, por lo que se sugiere realizar los análisis bromatológicos con equipos calibrados adecuadamente e implementar nuevas técnicas de análisis de humedad en pastas como la liofilización o titulación (método Karl Fischer), los cuales han demostrado mejores resultados para ser usados como método de referencia en la determinación de humedad con la técnica NIRS (Cozzolino, 2002).

Para el caso de la determinación de PC, no es posible definir la eficiencia del equipo NIR, debido a las fallas presentadas en el equipo LECO durante la realización del análisis bromatológico de proteína cruda, por lo que se sugiere comprobar la eficiencia del equipo NIR en granos y pastas cuando el equipo LECO funcione correctamente.

Asimismo, no se recomienda el uso del equipo NIR para el análisis toxicológico de micotoxinas tales como Aflatoxina, Ocratoxina, Fumonisina, Zearalenona y T2/HT2 ya que presentaron diferencias estadísticas significativas y bajos porcentajes de aceptación. Se recomienda contar con una base de datos de calibración que abarque los rangos de aceptabilidad para cada toxina y que permita obtener resultados confiables. Es posible usar el NIR como método de análisis rápido para Deoxinivalenol (DON), ya que se obtiene un alto porcentaje de aceptabilidad. Se recomienda incluir datos a la curva de calibración que superen los rangos aceptables para cada toxina con la finalidad de que el equipo sea capaz de detectar materias primas contaminadas con micotoxinas y continuar con la validación periódica del equipo NIR con respecto al método tradicional.



10. ANEXOS

Anexo 1. Cuadros representativos de la comparación estadística entre el método NIR y el método tradicional

Tabla 6. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de granos.

PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS					
	Variables				
MP	PC	EE	CZA	P	H
<u>FRIJOL SOYA</u>	100%	100%	100%	100%	40%
<u>MAIZ IMPORTADO</u>	75.3%	100%	100%	100%	65%
<u>MAIZ NACIONAL</u>	86%	100%	100%	100%	43.5%
<u>SORGO</u>	62.33%	100	100%	100%	30.11%

Tabla 7. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de granos.

PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS						
	Variables					
MP	AFLA	OCRA	ZEARA	FUMO	T2	DON
<u>FRIJOL SOYA</u>	80%	10%	0%	80%	0%	100%
<u>MAIZ IMPORTADO</u>	84%	37%	0%	80%	48.7%	100%
<u>MAIZ NACIONAL</u>	82.5%	55%	0%	60%	87.5%	100%
<u>SORGO</u>	85.62%	22.5%	0%	83.20%	26.51%	100%

Carretera Panamericana Km. 1080, C. P. 29050, Apartado Postal 599
Tuxtla Gutiérrez, Chiapas; Tels. (961) 61 54285, 61 50380, Conmut. Ext. 325 y 326
www.ittg.edu.mx

Tabla 8. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional evaluando la composición química de pastas proteínicas.

MP	PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS						
	Variables						
	PC	EE	CZA	CAL	P	H	AU
<u>PASTA DE SOYA</u>	67.5%	100%	100%		100%	87.5%	100%
<u>PASTA DDG</u>	40%	100%	100%	100%	100%	100%	
<u>PASTA DE CANOLA</u>	58.12%	100%	100%		100%	100%	
<u>SOYA INTEGRAL</u>	90%	100%	100%		100%	100%	100%

Tabla 9. Diferencias aceptables obtenidas de la comparación del método NIR y el método tradicional del análisis toxicológico de pastas proteínicas.

MP	PORCENTAJE DE DIFERENCIAS ACEPTABLES PARA EL TOTAL DE MUESTRAS ANALIZADAS					
	Variables					
	AFLA	OCRA	ZEARA	FUMO	T2	DON
<u>PASTA DE SOYA</u>	72.5%	89%	0%	50%	12.5%	100%
<u>PASTA DDG</u>	0%	0%	0%	87%	0%	100%
<u>PASTA DE CANOLA</u>	38.7%	56%	0%	93.2%	21%	100%
<u>SOYA INTEGRAL</u>	88%	85%	50%	80%	0%	100%

11. BIBLIOGRAFÍA

- Acero Godínez, M. G. (2007). *MANUAL DE PRÁCTICAS DE BROMATOLOGIA*. Aguascalientes: CENTRO DE CIENCIAS AGROPECUARIAS DEPARTAMENTO DE DISCIPLINAS PECUARIAS .
- AKTIVA. (2013). *Estudios Sectoriales. El entorno de alimentos balanceados para animales 2013*. AKTIVA Servicios Financieros. Obtenido de AKTIVA. Servicios Financieros: <http://www.aktiva.com.mx>
- Alltech. (2017). *ENCUESTA GLOBAL SOBRE ALIMENTO BALANCEADO DE ALLTECH 2017*. Obtenido de Alltech - Animal Nutrition, Animal Feed Supplements, Animal Health: <http://es.alltech.com>
- Bergera, G., Jarén, C., Arazuri, S., & Arana, I. (2015). *INSTRUMENTACIÓN PARA LA ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO* .
- Caravaca Rodríguez, F. (2001). *INTRODUCCIÓN A LA ALIMENTACIÓN Y RACIONAMIENTO ANIMAL*.
- Cozzolino, D. (2002). Uso de la espectroscopía de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) en el análisis de alimentos para animales. *Agrociencia*. Vol. VI N° 2, 25-32.
- FAO, & IFIF. (2014). Buenas prácticas para la industria de piensos. Implementación del Código de Prácticas sobre Buena Alimentación Animal. *Manual FAO de producción y sanidad animal. No. 9. Roma*.
- García Sánchez, A., Ramos Martos, N., & Ballesteros, E. (2005). Estudio comparativo de distintas técnicas analíticas (espectroscopía de NIR y RMN y extracción mediante Soxhlet) para la determinación del contenido graso y de humedad en aceitunas y orujo de Jaén. *Grasas y Aceites Vol. 56.*, 220-227.
- Greenfield, H., & Southgate, D. (2003). *Datos de composición de los alimentos*. Roma: FAO.
- Martínez, A. P. (2016). *La industria alimentaria animal de México 2016*. México: CONAFAB.

- Matarrese, A. M. (septiembre de 2013). *El bienestar animal según Slow Food*.
Obtenido de slowfood.it: <http://www.slowfood.com>
- Murray, I., Cozzolino, D., Scaife, J., & Paterson, R. (2000). Study of dissected lamb muscles by visible and near infrared reflectance spectroscopy for composition assessment. *Animal Science*, volume 70, 417-423.
- Páez, C. E. (2008). Espectrometría de reflectancia (SWIR), aplicada para mapeo de alteración. *Proyecto La India. Distrito minero Mulatos* .
- Palomo Martínez, G. G., & Arriaga Becerra, R. (1993). *ATLAS DE UBICACION DE PRODUCTOS AGROPECUARIOS UTILIZABLES EN LA PLANIFICACION Y DESARROLLO DE LA ACUICULTURA EN MEXICO*. México: Secretaría de pesca.
- Peguero Gutiérrez, A. (2010). *La espectroscopia NIR en la determinación de propiedades físicas y composición química de intermedios de producción y productos acabados*. Barcelona: UAB.
- Ramírez Rodríguez, E., Anaya Escalera, A. M., & Mariscal Landín, G. (2005). Predicción de la composición química del grano de sorgo mediante espectroscopía de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS). *Técnica Pecuaria en México*, vol. 43, núm. 1, 1-11.
- Ruiz, B. (26 de mayo de 2015). *Auge de los alimentos balanceados en México*. www.wattagnet.com. Obtenido de www.wattagnet.com:
<http://www.wattagnet.com/articles/22673-auge-de-los-alimentos-balanceados-en-mexico>
- SAGARPA. (24 de Enero de 2015). *Sala de prensa. Boletines. SAGARPA* .
Obtenido de [sagarpa web site](http://www.sagarpa.gob.mx):
<http://www.sagarpa.gob.mx/saladeprensa/2012/Paginas/2015B055.aspx>
- SAGARPA.GOB. (25 de septiembre de 2015). *Sala de prensa. Boletines: SAGARPA*. Obtenido de [SAGARPA Web site](http://www.sagarpa.gob.mx):
<http://www.sagarpa.gob.mx/saladeprensa/2012/Paginas/2015B625.aspx>
- Skoog, D., R. Crouch, S., & Holler, F. J. (2008). *Principios de analisis instrumental*. México: Cengage Learning Latin America.

Valenciaga, D., & Oliveira Simoes Saliba, E. d. (2006). La espectroscopia de reflectancia en el infrarojo cercano (NIRS) y sus potencialidades para la evaluación de forrajes. *Revista Cubana de Ciencia Agrícola*, vol. 40, núm. 3, 259-267 .

Zain, M. E. (2010). Impact of mycotoxins on humans and animals. *Journal of Saudi Chemical Society*, 129-130.

