



## Nuevas tecnologías para la trazabilidad de ingredientes de origen animal y de piensos compuestos para su incorporación en programas de calidad y seguridad alimentaria

Referencia: CAL02-018-C2-1. Organismo financiador: Instituto Nacional de Investigación y Tecnología Agraria y Alimentaria (INIA). Importe: 130.238,40 €. Duración: 2003–2005.

### Equipo investigador

Begoña de la Roza Delgado  
Adela Martínez Fernández  
Ana Soldado Cabezuelo  
Fernando Vicente Mainar  
Pablo Presa Martínez  
Montserrat Pérez Rodríguez  
Ana Garrido Varo  
Augusto Gómez Cabrera  
Emiliano de Pedro Sanz  
José E. Guerrero Ginel  
M<sup>a</sup> Dolores Pérez Marín

### Organismo

SERIDA  
SERIDA  
SERIDA  
SERIDA  
Univ. Vigo  
Univ. Vigo  
Univ. Córdoba  
Univ. Córdoba  
Univ. Córdoba  
Univ. Córdoba  
Univ. Córdoba

rencia. Asimismo, se creó una base de imágenes micrográficas, y se implantó para su consulta en un "link" directo en la web del SERIDA: [www.serida.org/redalan](http://www.serida.org/redalan).

### Reacción en cadena de la Polimerasa (PCR)

Se consolidó como técnica complementaria, puesto que posee un potencial real y fiable para la detección de especies, siempre y cuando el material genético de partida se encuentre en condiciones para replicar.

### Entidades colaboradoras

SAPROGAL, RENDE SUR, Hijos de Canuto Vila, Sistemas Genómicos, ARTRABA, S.A. y Laboratorio Arbitral Agroalimentario (MAPA)

### Resumen y resultados

La investigación se centró en el desarrollo y contraste de distintas y novedosas metodologías de análisis para el control de calidad y trazabilidad de ingredientes de origen animal utilizados en la fabricación de piensos compuestos. Teniendo su aplicación inmediata tanto a nivel de industria (control de calidad de la producción en el caso de alimentos para mascotas) como para la detección, a nivel de laboratorio, de contaminación con harinas animales de piensos compuestos destinados a la alimentación de animales de abasto prohibidas según la legislación vigente.

### Microscopía clásica

Se estableció un procedimiento normalizado de trabajo que recoge de manera sistematizada el protocolo a seguir para la determinación de proteínas animales en piensos compuestos mediante la técnica oficial de refe-

### Espectroscopia en el Infrarrojo Cercano

Las metodologías analíticas desarrolladas basadas en la espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano resultaron ser las menos contaminantes, más útiles y rápidas para la detección de ingredientes de origen animal en piensos (macro-NIR, micro-NIR).

En el campo de la tecnología macro-NIR, se desarrollaron y evaluaron diferentes modelos quimiométricos, tanto con el equipo NIR-Transformada de Fourier (FT-NIR) como con el equipo NIR-red dispersiva (NIR).

La tabla 1, muestra los estadísticos de las mejores ecuaciones obtenidas para la clasificación y cuantificación de piensos contaminados con harinas animales, sin y con corrección del efecto "scatter" (MSC: corrección multiplicativa de la dispersión y SNVD: normalización de la absorbancia y corrección de la tendencia).

Empleando la tecnología de micro-NIR se construyó una biblioteca de espectros con partículas de origen vegetal (N= 1556) y de origen animal (N= 2229), sobre las que se desarrollaron y evaluaron diferentes modelos discriminantes de clasificación. Los estadísticos corres-



**Tabla 1.**—Estadísticos de calibración para la detección y cuantificación de harina de carne total en piensos compuestos analizados en forma intacta

Equipo NIR	EQA	Pretratamiento/ Tratamiento	Var %	SEP
FT-NIR	Cn	1ª derivada	99,1	1,015
FT-NIR	Cl	MSC+1ª derivada	92,3	0,273
Foss NIRS	Cn	SNVD+2ª derivada	98,0	0,566
Foss NIRS	Cl	SNVD+1ª derivada	92,0	0,217

EQA: Ecuación; Cn: Cuantitativa; Cl: Cualitativa; Var%: Varianza; SEP: Error estándar de predicción.

**Tabla 2.**—Estadísticos de calibración del modelo de discriminación seleccionado para la detección de presencia de harinas de carne en piensos compuestos

Parámetro	ETC	R <sup>2</sup>	ETVC	r <sup>2</sup>
Material vegetal / Origen animal	0,109	0,95	0,116	0,94

ETC: Error estándar de calibración; ETVC: Error estándar de validación cruzada; R<sup>2</sup> y r<sup>2</sup>: Coeficientes de determinación del colectivo de calibración y de validación cruzada, respectivamente.

pondientes al modelo de discriminación seleccionado se recogen en la tabla 2.

La evaluación de todas las metodologías y modelos quimiométricos desarrollados se realizó utilizando un colectivo de validación externa de 18 muestras de piensos compuestos, representativos de lo que serían productos fabricados y comercializados bajo la prohibición de uso de harina de carne. De éstos, 10 eran piensos destinados a distintos animales de producción y no poseían harina de carne en su formulación, mientras que los ocho restantes correspondían a piensos de animales de compañía y sí contenían dicho ingrediente. Los resultados del análisis de microscopía clásica, PCR y de las predicciones NIRS, obtenidas para cada una de estas muestras frente a los valores de referencia de las mismas, se presentan en la tabla 3.

La tabla 4 muestra la comparación de los resultados de validación obtenidos en el equipo NIR dispersivo, así como la predicción en el FT-NIR SERIDA y FT-NIR UCO (Universidad de Córdoba) con el modelo desarrollado por el SERIDA y transferido sin clonación previa; se verifica fehacientemente la posibilidad de transferencia de ecuaciones de calibración

entre equipos FT-NIR sin necesidad de aplicar algoritmo de clonación, tanto para el análisis cuantitativo como cualitativo.

**Tabla 3.**—Presencia/ausencia (+/-) de componentes de origen animal obtenidos por las distintas metodologías desarrolladas vs valores de referencia (Ref), correspondientes al colectivo de validación (N=18). (M:Microscopía)

Ref. SERIDA	Ref	FT-NIR	Foss NIRS 6500	M clásica	PCR	M NIR
327403	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(+)
327503	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
327603	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
327703	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
327803	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
327903	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
328003	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
328203	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
328303	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
328503	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
328803	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
329203	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
329403	1	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)
329503	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
329703	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
329803	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
329903	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
330003	-1	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)

\* Se ha adicionado grasa animal.

**Tabla 4.** Cuantificación del % de harina de carne en piensos compuestos, según modelos desarrollados con datos dispersivos (NIR), FT-NIR-SERIDA y FT-NIR-UCO con ecuaciones desarrolladas en el SERIDA. (\*Espectros tomados en FT-NIR de UCO y predichos con la ecuación del SERIDA). UCO = Universidad de Córdoba.

Ref. SERIDA	Ref	Foss NIRS 6500	FT-NIR SERIDA	FT-NIR* UCO
327403	0	-0.296	-0.658	-1,23
327503	0	0.386	-0.714	-1,85
327603	0	3.924	1.998	0,49
327703	0	-0.068	-0.022	-1,76
327803	32,1	24.16	33.19	29,50
327903	26,7	22.90	28.14	26,65
328003	27,4	21.90	27.24	27,26
328203	33,4	25.06	34.98	30,21
328303	27,7	23.32	27.87	28,16
328503	34,95	23.14	35.59	34,93
328803	0	-0.653	-2.485	-1,53
329203	29,4	21.29	29.30	25,64
329403	27,8	20.17	26.35	23,46
329503	0	3.806	1.304	-0,99
329703	0	-0.082	-0.247	-0,54
329803	0	-0.448	-0.687	0,36
329903	0	-0.543	-1.456	-0,70
330003	0	1.034	0.952	0,48

