

APLICACIÓN DE LA TECNOLOGIA NIRS EN LA AGROINDUSTRIA LOCAL: EL CASO DE LAS PLANTAS EXTRUSORAS DE SOJA

Ing.Agr., PhD Nestor Antonio Juan
EEA Anguil "G. Covas", La Pampa
INTA

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



CONTROL DE CALIDAD DE MATERIA PRIMA Y PRODUCTOS: COMPOSICIÓN QUÍMICA

- Técnicas convencionales de análisis son generalmente:
 - Costosas (infraestructura, instrumental, mano de obra especializada, drogas)
 - Contaminantes
 - Destructivas de la muestra
 - LENTAS (resultados en horas o días)
- Alternativa → NIRS (Near InfraRed Spectroscopy o Espectroscopía en Infrarrojo Cercano)
- Técnica instrumental para estimar composición química de materiales orgánicos

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



TECNOLOGIA NIRS EN EL MUNDO Y EN ARGENTINA

■ En Argentina

* Sector privado:

- Cámaras Arbitrales
- Fábricas balanceados
- Malterías
- Laboratorios agroanálisis
- Molinos harineros
- Aceiteras
- Ingenios azucareros
- Frigoríficos
- Acopiadores
- Fábricas lácteos

* Sector público:

- INTA
- Universidades
- SENASA
- MinAgro

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



TECNOLOGIA DE ANALISIS NIRS

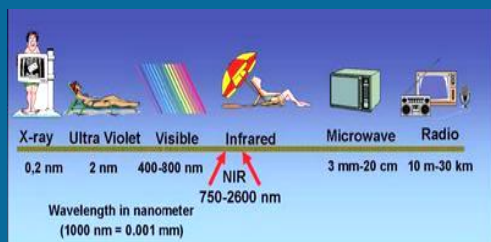
- * Se basa en propiedades de la materia orgánica que compone los alimentos para interactuar con la energía del espectro electromagnético
- * Espectro electromagnético: diferentes formas de energía presentes en el universo

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



ESPECTRO ELECTROMAGNETICO

Formas de energía presentes en nuestro universo



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PRINCIPIOS DE FUNCIONAMIENTO DE LA TECNOLOGIA NIRS

- * Cada molécula orgánica (proteína, grasa, fibra, almidón, etc) tiene una estructura química particular y distintiva
 - * El patrón de absorción de radiación infrarroja también es único para cada tipo de molécula y depende de los enlaces entre sus átomos
 - * Enlaces absorben energía y vibran (se estiran, encogen, rotan, tuercen)
 - * Enlaces ppales: H-C H-N H-O H-S (H: el más liviano y las > vibraciones)
- También: C-O C-C C-Cl

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PRINCIPIOS DE FUNCIONAMIENTO DE LA TECNOLOGIA NIRS (cont)

* Cuando una muestra es iluminada con radiación infrarroja la **proporción de energía que absorbe en cada longitud de onda está relacionada a la composición química de esa muestra**

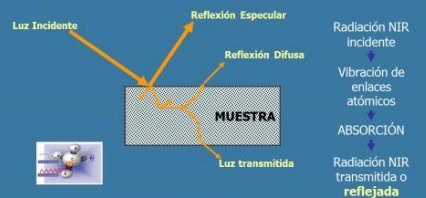
* Para una molécula en particular, la **altura de los picos de absorción de energía es proporcional a la concentración de ese componente en la muestra** (Ley de Lambert-Beer)

* La absorción de energía por una muestra puede ser medida, y es representada gráficamente como el **espectro NIRS** de esa muestra, que es la combinación de los espectros de sus componentes ("huella digital")

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



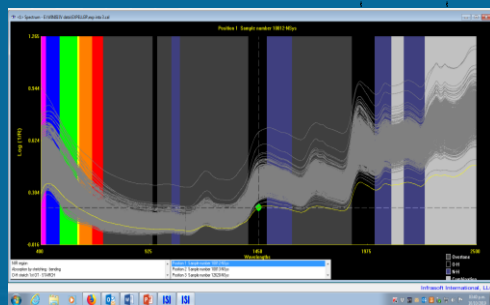
NIRS: De qué se trata?



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Espectros de muestra de expeller de soja con instrumento NIRS de barrido continuo (4200 long. de onda, rango 400-2500 nm, cada 0,5 nm)



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Tabla de asignación de bandas en la región NIR para productos agrarios (Williams, 2001)

		Proteína	Celulosa (desechada)	Almidón	Almidón (desechado)	Grasa	Agua
Longitud de onda ^a (nm)	Fuente	1692 1734 1930 1978 2054 2172 2274 2466	1364 1428 mf 2054 h 2076 2104 2270 2332 mf 2480 mf	1432 1928 ^b 2094 2282 2318	1432 2282 2322 2446	1724 1762 2306 2346	1410 1460 1906
	Medio	908 ^b 1018 ^b 1186 1428 1498 2202 h 2308 2346	758 ^b 982 ^a 1216 1488 1588 1702 1828 1918 ^b	914 ^b 986 1200 1584 1700 1780 2370 2474	610 ^b 754 ^a 914 ^a 980 ^b 1204 1360 1700 2044 2094 2478 2770	758 ^b 928 1042 ^c 1162 1390 1410 1896 1932 2008 2120 2384	718 ^b 758 964 ^c

^a h= hombro; mf= muy fuerte; md= muy débil.
^b Estas bandas son tercetos y cuartos sobretonos y son absorbente relativamente fuertes
^c Probablemente agua

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



QUIMIOMETRIA

* Es la aplicación de métodos estadísticos y matemáticos a los problemas químicos con el objetivo de extraer la máxima y más útil información de los mismos.

* Según la ICS (*Internacional Chemometrics Society*): es la "ciencia que permite relacionar las medidas realizadas en un sistema químico o proceso con el estado del mismo mediante la aplicación de métodos matemáticos o estadísticos".

* Es la aplicación de técnicas matemáticas y estadísticas para extraer información química y física de datos complejos

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



ANALISIS POR NIRS

VENTAJAS

* **RAPIDO** (milisegundos a pocos minutos/muestra)

* Varios parámetros (humedad, proteína, fibra, grasa, etc) determinados simultáneamente en una amplia gama de productos

* No destruye la muestra

* No utiliza reactivos químicos contaminantes

* Puede implementarse en laboratorio, en campo (portátiles), o en línea de producción (at-line, on-line, in-line)

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



ANÁLISIS POR NIRS

REQUERIMIENTOS y LIMITACIONES

- * Equipamiento específico de alto costo
- * Colecciones de muestras representativas de cada producto, con datos de análisis por laboratorio convencional (de referencia)
- * Desarrollo previo de modelos matemáticos (calibraciones) que relacionan la absorción NIRS de las muestras con su composición química
- * Influenciada por factores no-químicos (temperatura, humedad, tamaño de partícula, etc.)
- * ¿Difícil determinar componentes en concentraciones < 1%?

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



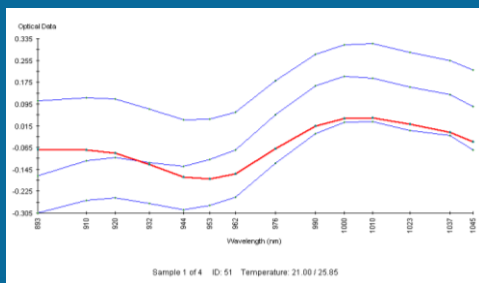
TIPOS DE EQUIPOS NIRS SEGÚN ILUMINACIÓN DE LA MUESTRA Y DETECCIÓN DE LA SEÑAL



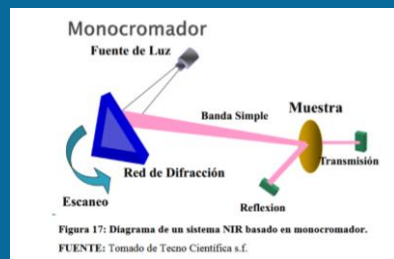
Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Espectros de muestras de grano de trigo con instrumento NIRS de filtros (14 long. de onda fijas, rango 893-1050 nm)



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Arreglo de Diodos o CCD

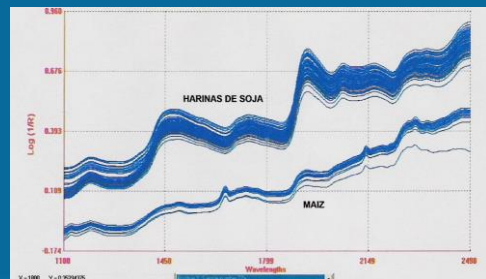
- Sin partes móviles
 - High Resolution
 - Análisis a tiempo real
 - Detección simultánea (Espectro completo)
-

Figura 19: Diagrama de un sistema NIR con arreglo de diodos.
FUENTE: Tomado de Camela 2014

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Espectros tomados con instrumento NIRS de barrido continuo (Rango 1100-2500 nm, cada 2 nm -> 700 puntos definen cada espectro)



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



TIPOS DE INSTRUMENTOS NIRS

Por su lugar de montaje:

- * Instalación fija
 - Laboratorio
 - Cerca de la línea de producción (at line)
 - En la línea de producción (on line)
- * Portátiles

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS de laboratorio FOSS NIRSystems 5000



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS de laboratorio FOSS DS-2500



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS de laboratorio FOSS DS-2500



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS de laboratorio Perten DA-7250



Instituto Nacio
Tecnología Agropecuaria



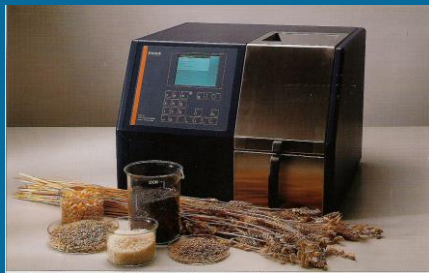
Equipo NIRS de laboratorio Perten DA-7250



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS de laboratorio Infratec 1241



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



NIREx

Tecnología NIR para Control de Calidad y Procesos



- Análisis de todo tipo de sólidos y semisólidos
- Rápido
- Bajo mantenimiento
- PC integr.
- Pantalla 1
- Robusto
- 3 años de

Tecnocientífica





Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria

Equipo NIRS `on-line` InLab-512 (Tecnocientífica S.A.)



Instituto
Tecnológico



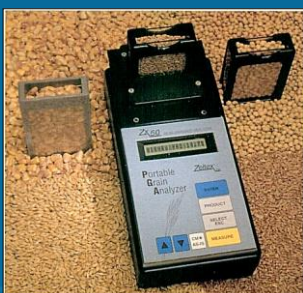
Equipo NIRS `on-line` InLab-512 (Tecnocientífica S.A.)



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS portátil Zeltex ZX-50



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS portátil INSTA Pro



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Equipo NIRS portátil Cropscan 2000-G



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PHAZIR Portable NIR Analyzer



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



SCIO Pocket-size NIR

Pocket-size NIR spectrometer transforms feed analysis

Chr. Hansen joins forces with Consumer Physics to use and distribute SCIO – a revolutionary feed analysis solution based on the smallest available pocket-size NIR spectrometer. The solution will be rolled out first in the U.S. – with the intention to roll out globally over time – to Chr. Hansen's key account managers and distributors, first and then to Chr. Hansen's customers.

This device offers instant feed and forage analysis with a click of a button, enabling nutritionists and consultants to troubleshoot variations and adjust rations during farm visits. It allows real-time testing, and it is more accurate and simpler to use than the cumbersome on-farm alternatives.

With this device, nutritionists can instantly fine-tune formulation and proactively detect inconsistencies in a matter of seconds.

Empowering farmers, this feed analysis device is an innovative response to the dairy industry's need to constantly strive for a more productive and efficient operation. It allows farmers to:

- Track dry matter on a daily basis and optimize TMR rations
- Control dry matter during the harvest season of corn, alfalfa and other forages
- Evaluate the farm nutritionist and feed consultants to monitor trends remotely to avoid unexpected milk yield drop due to feed inconsistencies



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



SCIO Pocket-size NIR



SCIO Cloud

Stores the material database, chemometric models and algorithms that process your scan

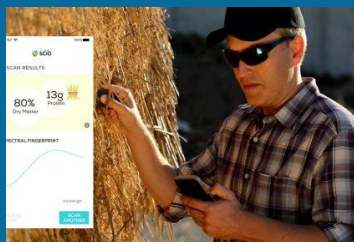
SCIO Mobile App

- Get scan data
- Send data to the cloud
- Display Results

SCIO
Scan materials accurately



SCIO Pocket-size NIR



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Desarrollo de calibraciones NIRS

- * Modelos matemáticos ("calibraciones") para cada constituyente químico → relaciona espectros con composición
- * Banco de muestras de cada producto (alta variabilidad pero con distribución homogénea, NO distribución normal)
- * Lectura de espectros NIRS
- * Elección de muestras representativas según espectros, antecedentes, origen, etc
- * Análisis por laboratorio convencional de muestras elegidas → referencia

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Desarrollo de calibraciones NIRS (cont)

* Probar y elegir:

- Tratamiento matemático (derivadas, suavizado, corrección por compactación y tamaño / forma de partículas, etc)
- Segmento/s del espectro usar (eliminar zonas con "ruido" electrónico)

- Método de regresión: múltiple, múltiple stepwise, componentes principales, cuadrados mínimos parciales, ANN, etc

* Validación interna de cada calibración (valid. cruzada)

* Validación externa de cada calibración sobre muestras desconocidas

* Si resultados aceptables → Uso de NIRS para análisis de rutina

* Futuro: inclusión en los modelos de nuevas muestras no representadas

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Parámetros estadísticos para comparar / evaluar / elegir calibraciones NIRS

SEC = EEC: error estándar de calibración

$$RMSEC = \sqrt{\frac{\sum(\hat{y} - y)^2}{(N - A - 1)}}$$

SEP = EEP: error estándar de predicción (validación externa)

ECV = EEVC: error estándar de validación cruzada (validación interna)

$$RMSEP = \sqrt{\frac{\sum(\hat{y} - y)^2}{N}}$$

$\hat{y}$: valor predicho por NIRS

y: valor verdadero (o de referencia)

N: nro de muestras en el conjunto de calibración, validación externa o validación cruzada

A: nro de términos en el modelo de regression (dimensión del modelo)

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Parámetros estadísticos para comparar / evaluar / elegir calibraciones NIRS (cont)

- R^2 cal: coeficiente de determinación de la calibración
- R^2 pred: coeficiente de determinación de la validación externa
- Pendiente (ideal: 1) y desvío de pendiente (ideal: 0)
- Relat. Pred. Deviation ó RPD= desvío estándar de la media / EEC ó EEP
- Figura de Mérito: (valor máximo – valor mínimo) / EEC
- GH y NH: distancias de Mahalanobis (PCA) al centro del conjunto de calibración y a la muestra vecina más próxima

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Según Shenk & Westerhaus, 1996:

- si $R^2 \geq 0.9$ excelente precisión
- si $R^2 = 0.70-0.90$ buena precisión
- si $R^2 = 0.50-0.70$ buena separación entre valores bajos, medios y altos
- si $R^2 = 0.30-0.50$ correcta separación entre valores bajos y altos
- si $R^2 = 0.05-0.30$ ¡ es mejor que no analizar !

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PROYECTO 1

RELEVAMIENTO DE LA CALIDAD DEL POROTO PROCESADO
Y EL EXPELLER PRODUCIDO EN PLANTAS DE EXTRUSION-
PRENSADO DE SOJA EN LA REGION PAMPEANA

2012-2013-2014

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria

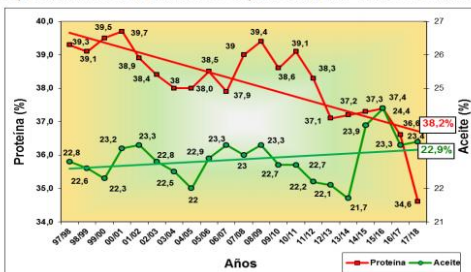


Proceso de extrusión/prensado

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Gráfico 2. Evolución de la proteína y el aceite de soja en 21 años de muestreo en acopios y cooperativas de la zona Núcleo-Sojera. Campañas 1997/98 a 2017/18.



Ministerio de Agroindustria
Presidencia de la Nación



METODOLOGIA

- 5 Provincias: Córdoba, Sta. Fé, Bs.As., Entre Ríos, La Pampa
- 62 plantas de extrusión-prensado
- Muestreos: 2 mts/día (1 poroto y 1 expeller), 10 días distintos
- Alrededor de 550 muestras de poroto y 630 de expeller
- Datos adicionales: % humedad del poroto y temperatura del extrusor
- Desarrollo de calibraciones NIRS locales para análisis de poroto entero y expeller molido
- Uso de tecnología NIRS en rutina

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



EXTRUSADO / PRENSADO DE SOJA: CONTROL DE CALIDAD DE MATERIA PRIMA Y PRODUCTOS FINALES

- Composición química: Parámetros y técnicas de laboratorio para estimarlos:

Poroto y expeller:

- Humedad (secado en estufa)
- Proteína bruta (Kjeldahl, Dumas)
- Materia grasa (Butt, Soxhlet)
- Actividad Ureásica (diferencial pH, rojo fenol)
- Cenizas (calcinado)
- Proteína soluble en KOH (Kjeldahl)
- Fibras, Digestibilidad (Van Soest)

Aceite crudo desgomado:

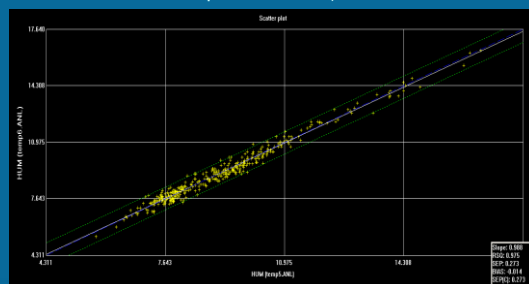
- Acidez
- Humedad
- Índice de peróxidos
- Densidad
- Fósforo

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % HUMEDAD EN POROTO DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 97,5
Desvío promedio lab-NIRS= 0,27

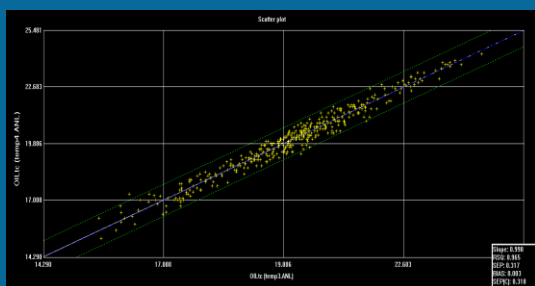


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % MATERIA GRASA EN POROTO DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 96,5
Desvío promedio lab-NIRS= 0,318

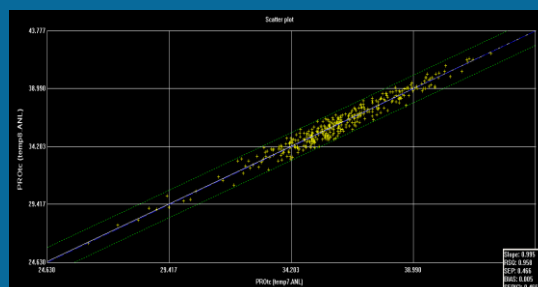


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % PROTEÍNA EN POROTO DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 95,8
Desvío promedio lab-NIRS= 0,47

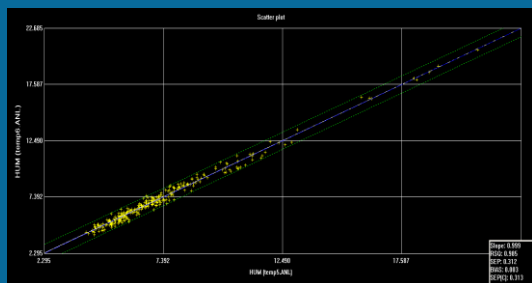


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % HUMEDAD EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 98,5
Desvío promedio lab-NIRS= 0,31

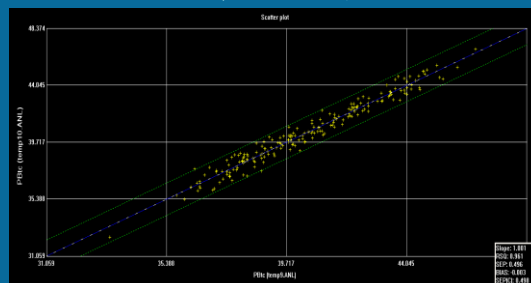


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % PROTEÍNA EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 96,1
Desvío promedio lab-NIRS= 0,498

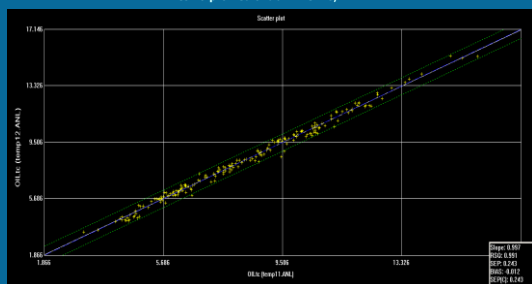


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % MATERIA GRASA EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 99,1
Desvío promedio lab-NIRS= 0,24

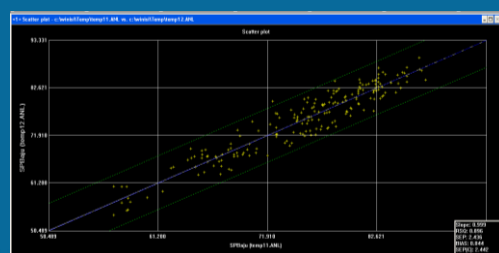


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % PB SOLUBLE EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 0,89
Desvío promedio lab-NIRS= 2,43

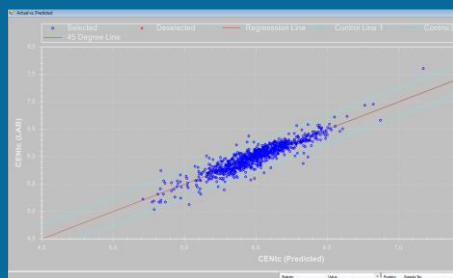


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PREDICCIÓN DE % CENIZAS EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 0,84
Desvío promedio lab-NIRS= 0,10

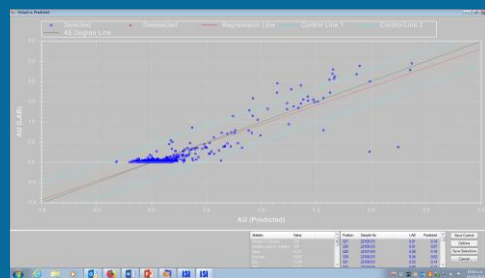


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



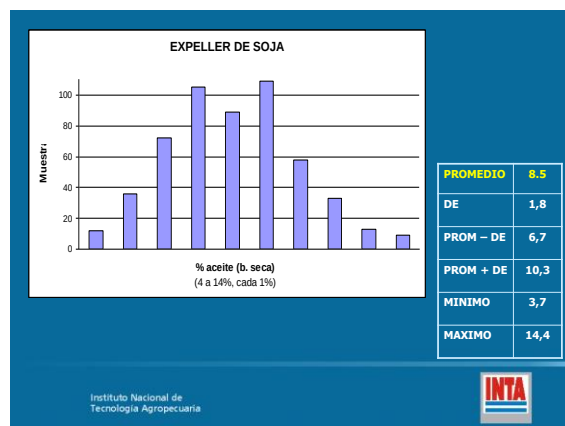
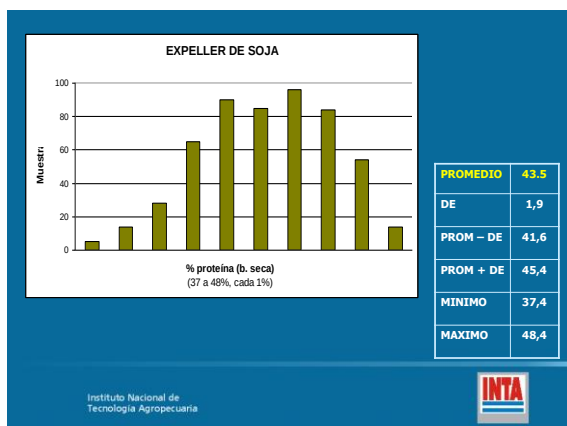
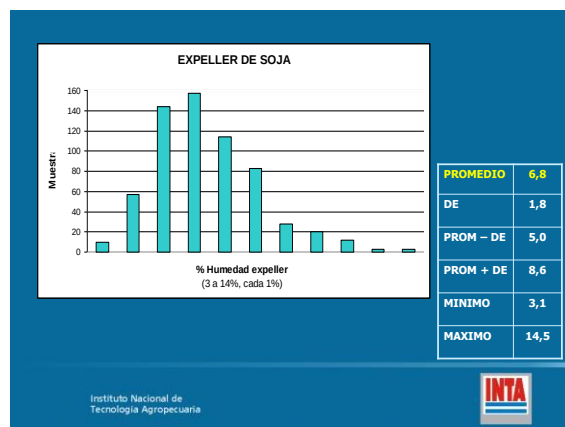
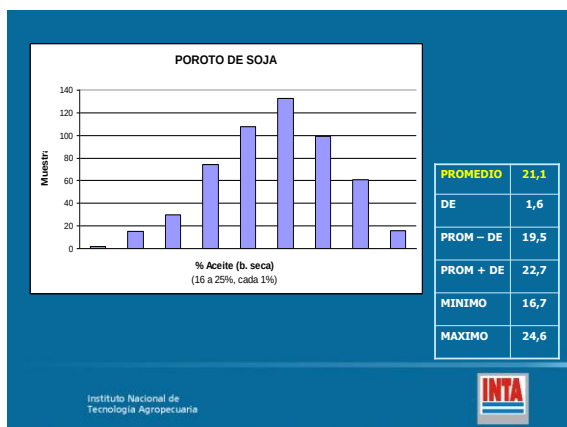
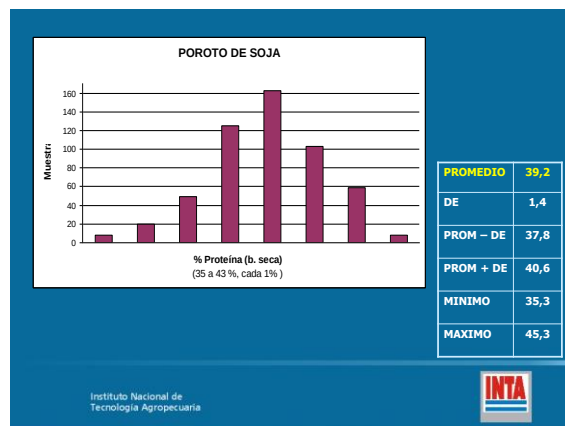
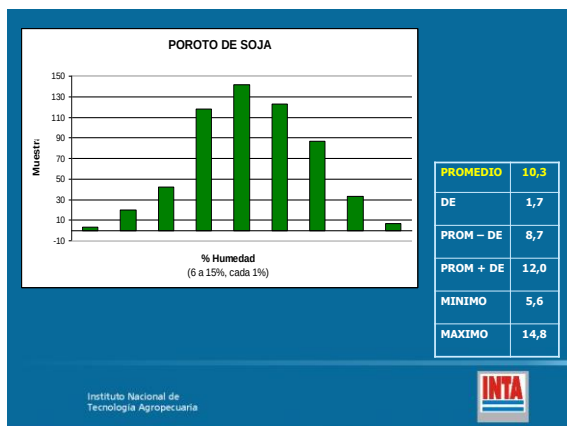
PREDICCIÓN DE ACTIV. UREASICA EN **EXPILLOS** DE SOJA

R^2 laboratorio-NIRS= 0,81
Desvío promedio lab-NIRS= 0,17

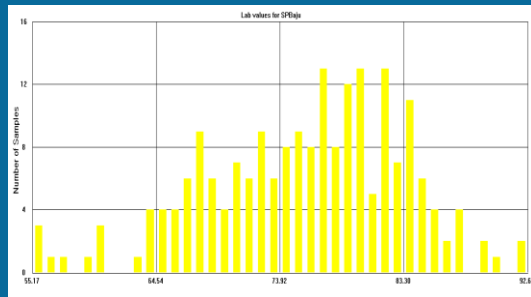


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria





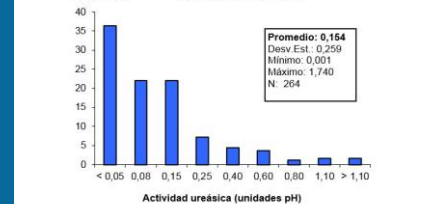
EXPELLER DE SOJA % Proteína Soluble en KOH



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



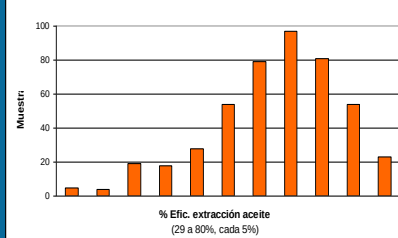
EXPELLER DE SOJA



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



EXPELLER DE SOJA



PROMEDIO	59,5
DE	10,4
PROM - DE	49,1
PROM + DE	70,0
MINIMO	28,6
MAXIMO	80,3

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



COMPOSICION DE EXPELLER EN UNA PLANTA DE ALTA VARIABILIDAD

Día	% Proteína	% Aceite	% Efic.Extr.
1	42.2	5.2	73.1
2	39.0	9.3	45.8
3	42.8	5.5	69.2
4	42.5	5.7	69.1
5	40.1	8.1	58.3
6	46.7	6.4	69.2
7	47.8	5.1	75.2
8	47.4	5.0	75.6
9	40.5	8.6	55.4
10	40.1	8.6	56.3
Promedio	42.9	6.7	64.7
DE	3.3	1.7	10.1

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



COMPOSICION DE EXPELLER EN UNA PLANTA DE BAJA VARIABILIDAD

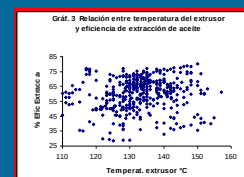
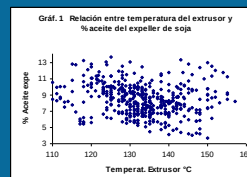
Día	% Proteína	% Aceite	% Efic.Extr.
1	47.6	3.7	80.3
2	47.4	4.2	77.5
3	46.2	4.7	75.7
4	48.4	4.3	78.7
5	47.0	4.1	76.6
6	46.9	4.2	78.4
7	46.1	4.3	77.3
8	45.3	4.7	75.4
9	46.0	4.8	73.9
10	46.1	4.1	78.3
Promedio	46.7	4.3	77.2
DE	0.91	0.34	1.86

Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



EFFECTO DE LA TEMPERATURA DEL EXTRUSOR

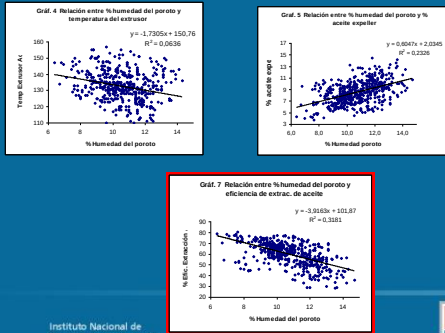
59 PLANTAS DE EXTRUSION / PRENSADO



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



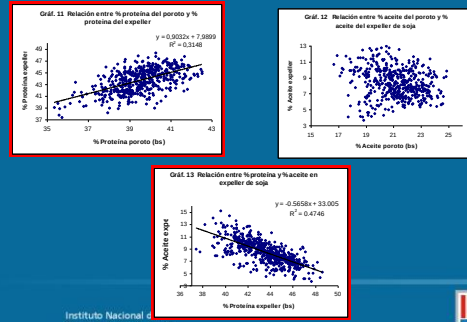
EFFECTO DE LA HUMEDAD DEL POROTO 59 PLANTAS DE EXTRUSION / PRENSADO



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



RELACIONES ENTRE COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL POROTO Y DEL EXPELLER, Y EXTRACCIÓN DE ACEITE 59 PLANTAS DE EXTRUSION / PRENSADO



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



PROYECTO 2 - Convenio INTA-CABIOCOR 2017/18

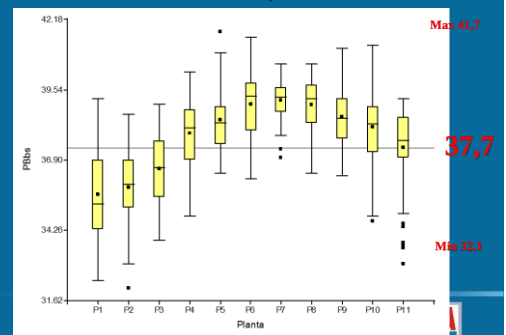
Control de calidad de materia prima y producto en plantas extrusoras de soja

- 11 plantas en Córdoba, 16 rondas de muestreo (cada 3 semanas), 4 m. soja y 4 m. expeller por ronda
- Total: 704 m. soja y 704 m. expeller
- Parámetros analizados en soja: MG, PB, Humedad
- Parámetros analizados en expeller: MG, PB, Humedad, Proteína Soluble, Cenizas, Actividad Ureásica

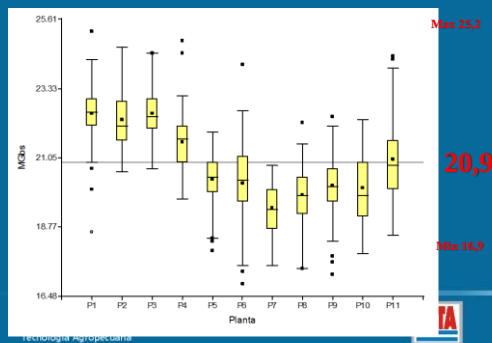
Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria



Proteína Bruta bs_poroto



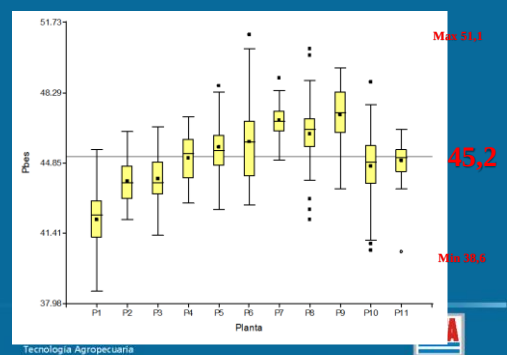
Materia Grasa bs_poroto



Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria

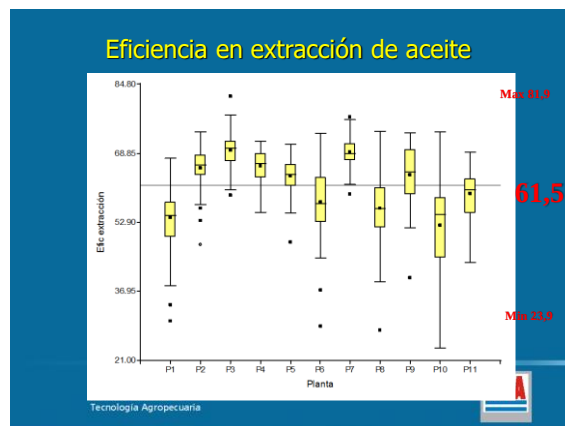
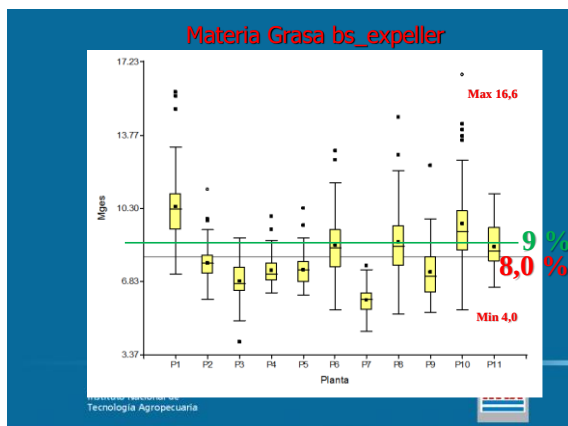


Proteína Bruta bs_expeller

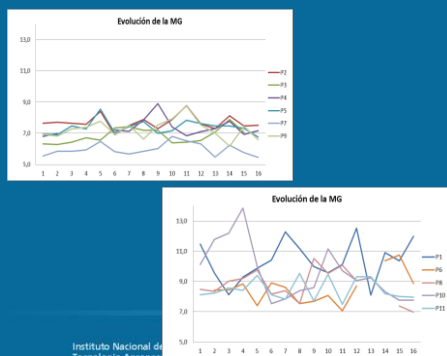


Instituto Nacional de
Tecnología Agropecuaria





Evolución del %MG en expeller de 11 plantas en 16 muestreos (48 semanas)
a) Plantas más estables b) Plantas menos estables



CONCLUSIONES

- Los mercados demandan productos agroalimentarios de alta calidad e inocuidad
- La agroindustria, en especial PyMES, deberá contar con estándares definidos de calidad que cumplan los requerimientos de los clientes
- El primer paso consiste en **MEDIR** objetivamente la calidad de materias primas, productos y subproductos
- La tecnología NIRS, por su simplicidad y rapidez, puede ser la herramienta adecuada para este objetivo
- Se necesitan equipos simples, robustos, de fácil operación, y a precios acordes a la escala PYME

GRACIAS POR SU ATENCION