

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO

18 de noviembre de 2022

Salón de Actos de la Estación
Tecnológica de la Carne. ITACyL
Filiberto Villalobos, 5. 37770
Guijuelo (Salamanca)



PROGRAMA DE LA JORNADA

- 12:00 PM** Apertura de la jornada.
- 12:15 PM** Evaluación de un sistema analítico para el control de la calidad de las canales de cerdo ibérico. Francisco Sanz Poveda (DOP Guijuelo) y Carlos Isaac Sánchez González (ITACyL). Proyecto INNOGUIJUELO. FEADER.
- 12:45 PM** Análisis sensorial en el marco de la certificación de producto. María José Rodríguez Bragado (DOP Guijuelo).
- 13:00 PM** Calidad de los productos DOP Guijuelo. Carlos Isaac Sánchez González y Beatriz Martínez Domínguez (ITACyL) Proyecto INNOGUIJUELO. FEADER.
- 13:30 PM** Aplicación de redes neuronales en la industria del jamón ibérico. Vidal Moreno Rodilla (USAL).
- 14:00 PM** Preguntas e intercambio de impresiones entre los asistentes.



Unión Europea
Fondo Europeo Agrícola
de Desarrollo Rural
Europa invierte en las zonas rurales



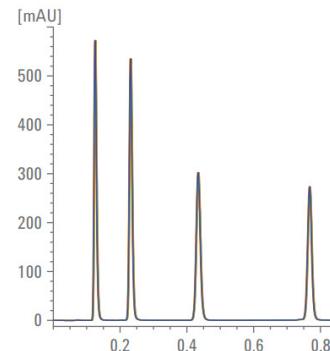
UNIVERSIDAD DE SALAMANCA
CAMPUS DE EXCELENCIA INTERNACIONAL



**INSTITUTO
TECNOLÓGICO
AGRARIO**



Evaluación de un sistema analítico para el control de la calidad de las canales de cerdo Ibérico



Proyecto INNOGUIJUELO. FEADER
Carlos Isaac Sánchez González. ITACyL
Francisco Sanz Poveda. D.O.P. Guijuelo

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



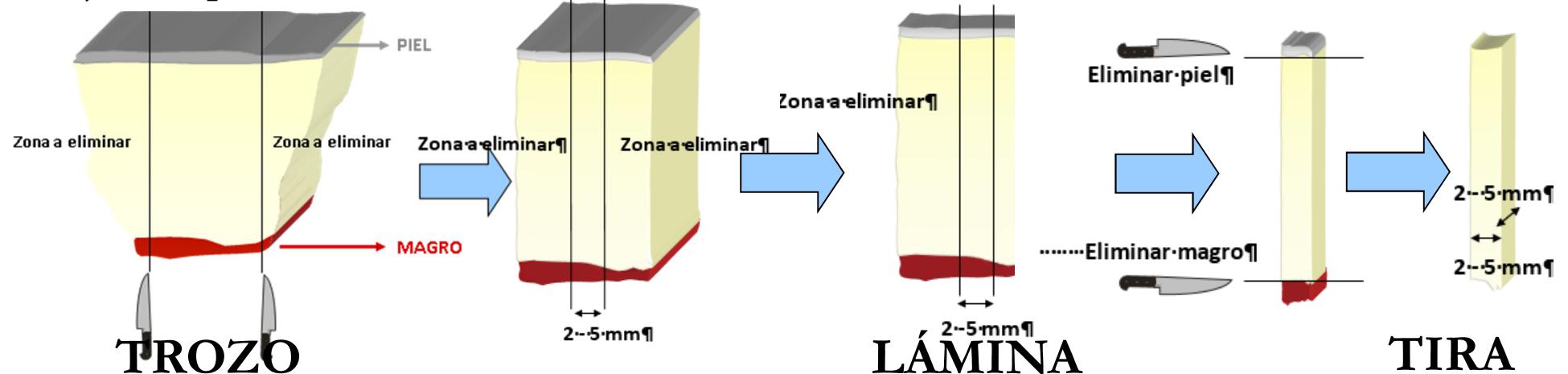
Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

TOMA y PREPARACIÓN DE MUESTRA

ORDEN PRE/3844/2004 (anexo I)



Tejido adiposo subcutáneo



TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

MÉTODOS DE ANÁLISIS

ORDEN PRE/3844/2004 (anexo II)

Picado/trituración y homogeneización de tiras



Obtención de lípidos totales en microondas



TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

MÉTODOS DE ANÁLISIS

GC-FID
y
FAMES GC-C-IRMS
 $\delta^{13}\text{C}_{\text{oleico}} (\text{‰})$

HPLC-FLD
 γ -Tocoferol

Preparación de los ésteres metílicos

ORDEN PRE/3844/2004, de 18 de noviembre, por la que se establecen los métodos oficiales de toma de muestras en canales de cerdos ibéricos y el método de análisis para la determinación de la composición de ácidos grasos de los lípidos totales del tejido adiposo subcutáneo de cerdos ibéricos

Pesar ~ 0,1 g de grasa fundida en un tubo de vidrio de 15 ml



Adicionar 4 ml de hexano y disolver la grasa en vortex



Extracción

Simplified sample preparation and rapid detection by RP-HPLC/FLD of tocopherols and tocotrienols in margarines: Preliminary screening of plants fats - potential quality markers. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 2015, 117, 1589-1597. Paweł Górnas and Aleksander Siger.

Pesar grasa fundida en un tubo de plástico de 50 ml

Adicionar isopropanol y disolver la grasa en vortex



TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

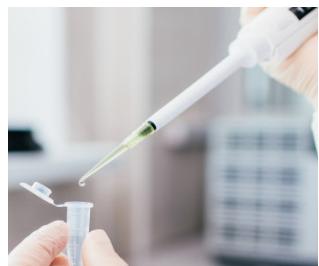
MÉTODOS DE ANÁLISIS

ORDEN PRE/3844/2004 (anexo II)

GC-FID
y
FAMES

GC-C-IRMS
 $\delta^{13}\text{C}_{\text{oleico}} (\text{‰})$

HPLC-FLD
 γ -Tocoferol



Adicionar 200 ul de KOH 2M
agitarse en vortex y
dejar en reposo 30 min

Centrifugar 30 s a 2000 rpm



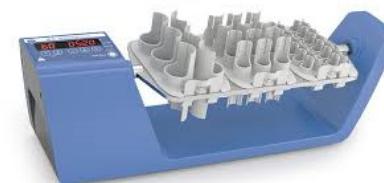
Tomar 1 ml de la fase superior y
llevar a un vial cromatográfico



Calentar el tubo



Agitación orbital



Filtrar por 0,2 um a un
vial cromatográfico



TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

TÉCNICAS INSTRUMENTALES

GC-FID



GC-C-IRMS



HPLC-FLD



DETERMINACIÓN

Perfil de ácidos grasos
C16:0, C18:0, C18:1, C18:2 (%)

Relación isotópica $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$
 $\delta^{13}\text{C}_{\text{oleico}} (\text{\textperthousand})$

Isómeros vitamina E
 γ -Tocoferol (mg/kg)

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

PERFIL DE ÁCIDOS GRASOS. Método instrumental

GC-FID

Columna: Omegawax
30 m x 032 mm, 0,25 um film

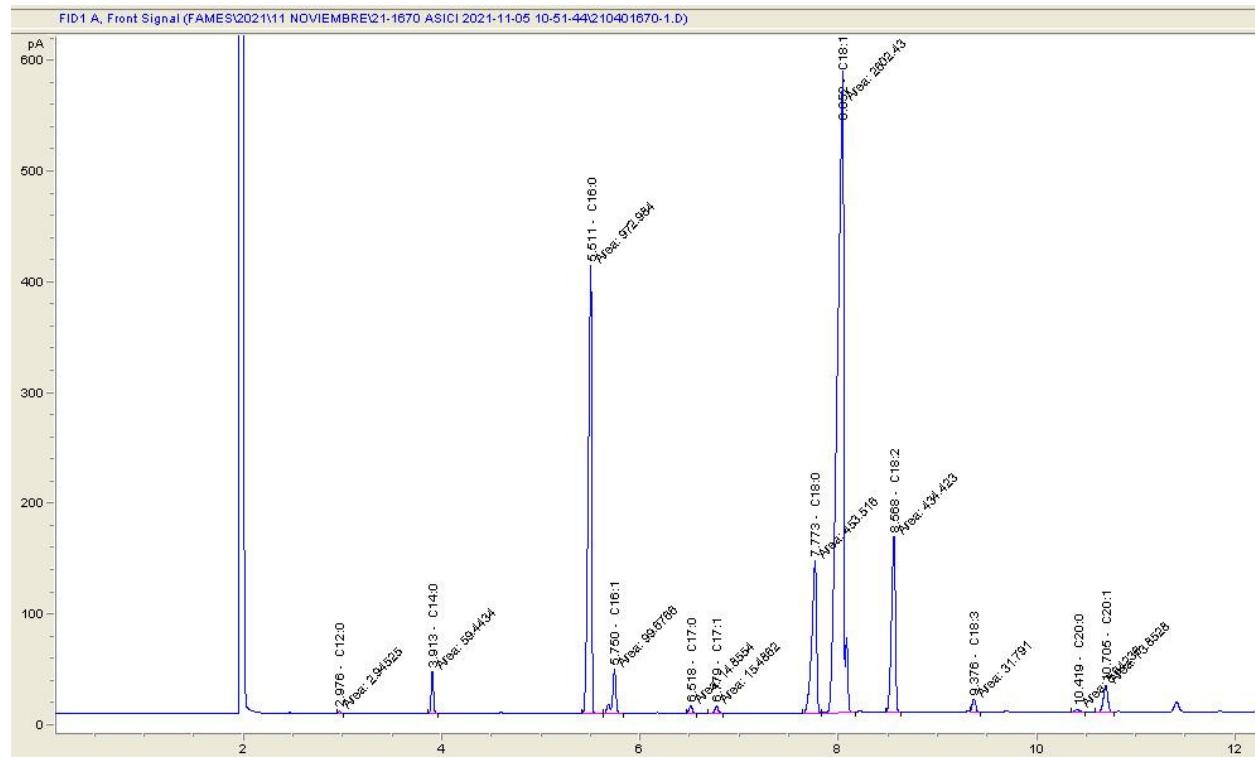
Gas portador: Helio 11 psi

Inyección: 0,2 ul, Split 50:1

Inyector: 260 °C

Horno:
T^a inicial 190 °C, 2min
Rampa 5 °C/min
T^a final 230 °C, 3 min

Detector: 260 °C
40 ml H₂ / 400 ml Aire



12 de ácidos grasos

C12:0, C14:0, **C16:0**, C16:1, C17:0, C17:1, **C18:0**, **C18:1**, **C18:2**, C18:3, C20:0, C20:1

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

RELACIÓN ISOTÓPICA. Método instrumental

GC-C-IRMS



Relación isotópica $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ $\delta^{13}\text{C}_{\text{oleico}} (\text{‰})$

Índice isotópico = $\delta^{13}\text{C}_{\text{oleico}} \times (-10)$

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

TOCOFEROLES. Método instrumental

HPLC-FLD

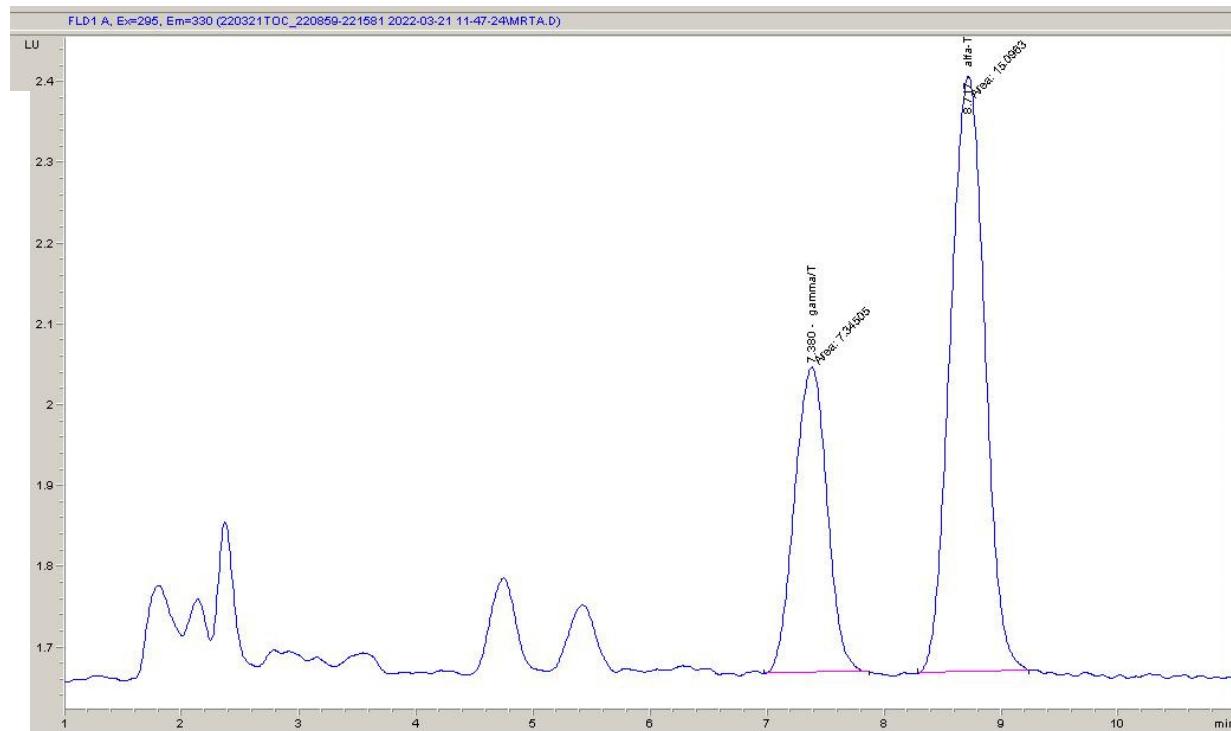
Columna: C18
4.6 mm DI x 150 L mm, 5 um

Fase móvil: 1 ml
Agua/Metanol: 2/98%
Isocrática

Inyección: 25 ul

Horno: 40°C

Detector: Fluorescencia
Excitación 295 nm
Emisión 330 nm



Isómeros vitamina E: α y γ -Tocoferol (mg/kg)

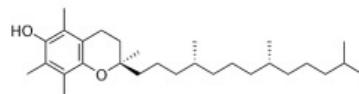
TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



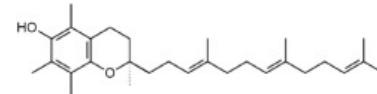
Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

ISÓMEROS VITAMINA E

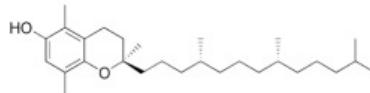
α -Tocopherol



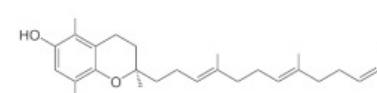
α -Tocotrienol



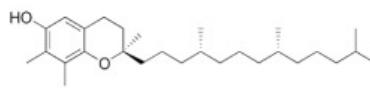
β -Tocopherol



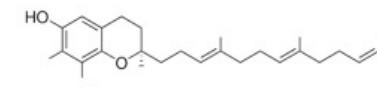
β -Tocotrienol



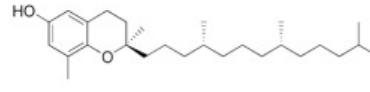
γ -Tocopherol



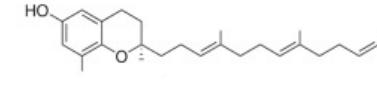
γ -Tocotrienol



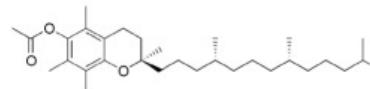
δ -Tocopherol



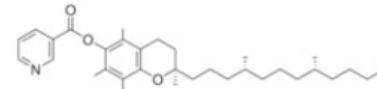
δ -Tocotrienol



Vitamin E Acetate



Tocopherol Nicotinate



LC/UV Conditions

Column: Kinetex 2.6 μ m F5

Dimensions: 150 x 4.6 mm

Part No.: 00F-4723-E0

Mobile Phase: A: Water
B: Methanol

Gradient:	Time (min)	% B
	0	85
	1	85
	15	100
	17	100
	18	85
	23	85

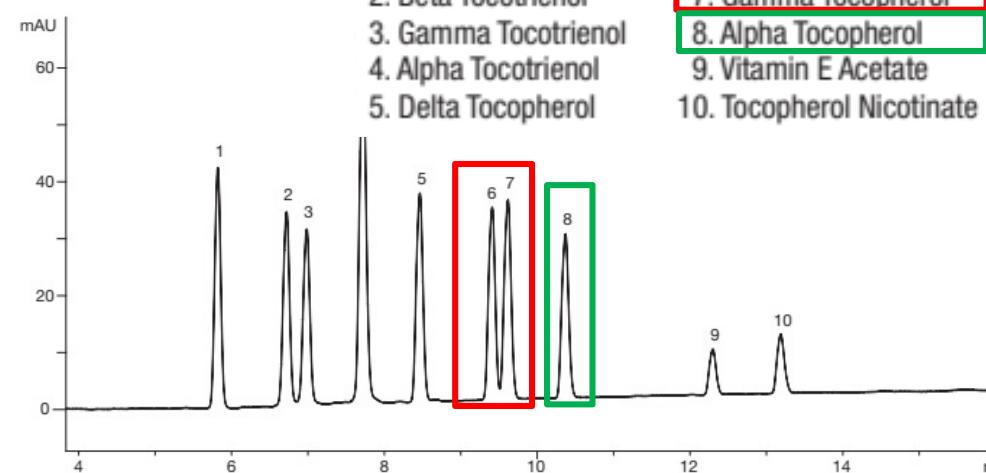
Flow Rate: 1.2 mL/min

Temperature: 42°C

Detection: UV @ 290 nm

1. Delta Tocotrienol
2. Beta Tocotrienol
3. Gamma Tocotrienol
4. Alpha Tocotrienol
5. Delta Tocopherol

6. Beta Tocopherol
7. Gamma Tocopherol
8. Alpha Tocopherol
9. Vitamin E Acetate
10. Tocopherol Nicotinate



TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

PATRONES Y CALIBRACIÓN: α y γ -tocoferol

INTERVALO DE TRABAJO

α -tocoferol	γ -tocoferol
1-15 mg/kg	0.2-10 mg/kg

Alfa-tocoferol con pureza >99%

Supelco 47783, 100 mg

Gamma-tocoferol con pureza >95%

Supelco 47785, 25 mg.

Beta-tocoferol, con pureza >99%

Supelco 46401-U, 50 mg/ml en hexano

UNE-EN 12822:2014

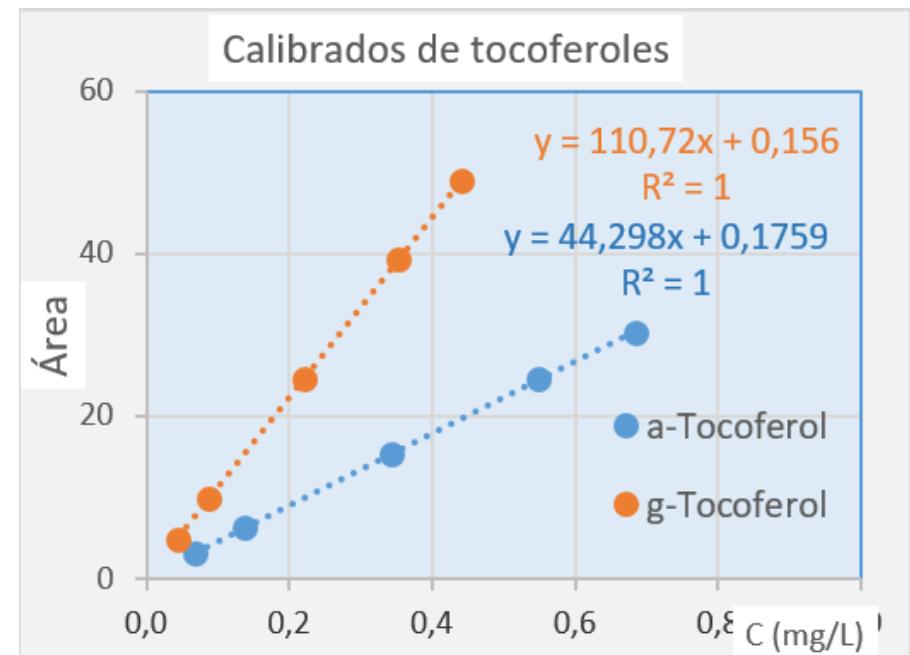
Productos alimenticios

Determinación de vitamina E mediante cromatografía líquida de alta resolución. Medición de los tocoferoles alfa-, beta-, gamma- y delta

4.10.5. Ensayos de concentración y pureza

Medición absorbancia por espectrofotometría UV

PATRONES		P-1	P-2	P-3	P-4	P-5
Volumen inj.	ul	1	2	5	8	10
γ -Tocoferol	mg/l	0,010	0,10	0,20	0,30	0,50
α -Tocoferol	mg/l	0,050	0,15	0,35	0,50	0,75

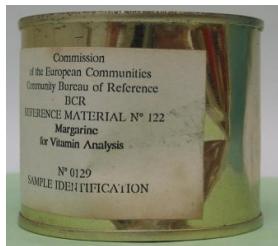


TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS



CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

CERTIFICATE OF ANALYSIS

CRM 122 MARGARINE

Vitamin	Mass fraction		
	Certified Value ⁽¹⁾ expressed in mg/kg	Uncertainty ⁽²⁾ expressed in mg/kg	p ⁽³⁾
D ₃ (cholecalciferol)	0.125	0.007	12
E (α-tocopherol)	241	12	9

INFORMATIVO

Vitamin	CRM 122 (Margarine)
Information value (range) mg/kg	
A (all-trans-retinol)	7.3 (6.2-8.3)
13-cis-retinol	0.36 (0.3-0.5)
Vitamin E isomers:	
β-tocopherol	10.3 (7-13)
γ-tocopherol	119.4 (76-167)
δ-tocopherol	29.8 (7-54)

MATERIALES DE REFERENCIA INTERNOS

GRASA DE CERDO IBÉRICO

MRT-1

α-tocoferol = 6,8 mg/kg

γ-tocoferol = 1,3 mg/kg

MRT-2

α-tocoferol = 7,4 mg/kg

γ-tocoferol = 2,3 mg/kg

TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DE LOS PRODUCTOS DOP GUIJUELO



Evaluación de un sistema analítico para el control de calidad de las canales de cerdo Ibérico

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

CONTROL INTERNO

Exactitud

BCR-122 a-tocoferol = 241 mg/kg
MRT-1 g-tocoferol = 1,3 mg/kg



INTERLABORATORIOS

LVU (Laborvergleichsuntersuchungen)

Analytik von Speiseöl 2018 (aceite)

Parámetros	Resultado laboratorio	Valor asignado	Z-score	Exactitud (%)
COLUMNNA FASE NORMAL Prevail Silica, 5 um, 250 x 4.6 mm de Alltech				
Tocoferoles totales mg/100g	45.9	46.50	-0.1	1,3
α-tocoferol.....%	96.6	96.6	0.0	0,0
β-tocoferol.....%	2.6	2.68	-0.3	3,0
γ-tocoferol.....%	0.84	0.96	-0.1	12,5

COLUMNNA FASE REVERSA C18, 5 um, 150 x 4.6 mm de Agilent				
Parámetros	Resultado laboratorio	Valor asignado	Z-score	Exactitud (%)
Tocoferoles totales mg/100g	47.15	46.50	0,2	-1,4
α-tocoferol.....%	95.4	96.6	0,3	1,2

Los resultados de tocoferoles totales vienen en mg/100g de muestra y los isómeros en porcentaje relativo de la suma de todos los isómeros.

Los isómeros beta y gamma no se pueden separar en fase reversa. La suma total de ambos = 4.6%.

ESTACIÓN TECNOLÓGICA DE LA CARNE



ESTACIÓN TECNOLÓGICA DE LA CARNE

Avda. Filiberto Villalobos, 5
37770-Guijuelo (Salamanca)
Telf.: 923-580688
Fax: 923-580353
www.itacyl.es
E-mail: sangoncl@itacyl.es