

Capítulo 5

Procedimientos analíticos de laboratorio recomendados para DDGS

Introducción

Los análisis de laboratorio de los ingredientes para alimentos balanceados son una práctica común en esta industria para poder verificar que el ingrediente cumpla con las especificaciones garantizadas, determine la composición de nutrientes para su uso en la formulación de alimentos y se determine la presencia y concentración de posibles contaminantes. Por lo tanto, es esencial la precisión en la medición de varios compuestos químicos de los ingredientes para alimentos balanceados, tales como los DDGS.

Los procedimientos analíticos se pueden categorizar con base en el nivel de validación de un método de laboratorio específico (Thiex, 2012). Una validación sencilla de laboratorio aplica para un laboratorio, técnico y equipo específicos, mientras que una validación multilaboratorio implica la validación de un procedimiento en 2 a 7 laboratorios para brindar información de cuán bien se reproducen los resultados de un método fuera del laboratorio original. Se da la existencia de un protocolo completamente armonizado de un estudio de colaboración cuando al menos 8 laboratorios proporcionan datos aceptables mediante la utilización del mismo procedimiento. Thiex (2012) publicó un excelente resumen de los procedimientos analíticos recomendados para los DDGS, de los cuales en este capítulo se resumen los puntos clave.

Procedimientos recomendados para cumplir con las Normas de Comercialización de DDGS (AFIA, 2007)

Humedad **NFTA 2.2.2.5** Materia seca de laboratorio (105° C/3 hr)

Proteína cruda **AOAC 990.03** Proteína (Cruda) en alimentos para animales
AOAC 2001.11 Proteína (Cruda) en alimentos para animales y catalizador de cobre de alimentos para mascotas

Grasa cruda **AOAC 945.16** Aceite en adjuntos de cereales (Éter de petróleo)

Fibra cruda **AOAC 978.10** Fibra (Cruda) en alimentos para animales y alimentos para mascotas (Crisoles F.G.)

Procedimientos recomendados para el análisis de nutrientes de DDGS para la formulación de dietas

Fibra ácido detergente – **AOAC 973.18** Fibra, Ácidodetergente y lignina, H₂SO₄ en alimentos para animales e **ISO, 2008** son equivalentes

Lignina ácidodetergente – **AOAC 973.18** Fibra, Ácidodetergente y lignina, H₂SO₄ en alimentos para animales e **ISO 13906:2008** son equivalentes

Fibra neutrodetergente tratada con amilasa – **AOAC 2002.04** Fibra neutrodetergente tratada con amilasa en alimentos balanceados e **ISO 16472:2006** son equivalentes

Ceniza – **AOAC 942.05** e **ISO 5984:2002** son equivalentes

Nota: si las cenizas contienen carbón no oxidado, la muestra debe volverse a procesar para cenizas

Minerales traza - La solubilización implica ya sea las cenizas secas después de disolverlas en ácido, o cenizas húmedas con varios ácidos, en función de los elementos a medirse. La detección incluye técnicas gravimétricas, espectrofotometría visible, espectrofotometría de absorción atómica de flama o de horno de grafito (**AOAC 968.08; ISO 6869:2000**), o detección espectroscópica de masa atómica (ICP-MS; **ISO 27085:2009**).

Azufre – **AOAC 923.01** Azufre en plantas e **ISO 27085:2009** son comparables

Fósforo – **AOAC 965.17** Fósforo en alimentos para animales, Método fotométrico, **ISO 6491:1998**

Determinación del contenido de fósforo total – Método espectrofotométrico e **ISO 27085:2009** que se puede utilizar

Selenio – **AOAC 996.16** Selenio en alimentos balanceados y premezclas, Método fluorométrico **AOAC 996.17** Selenio en alimentos balanceados y premezclas, Método de absorción atómica de generación continua de hidruro es aceptable

Cloruro – **AOAC 969.10** Método potenciométrico, **AOAC 943.01** Método Volhard e **ISO 6495:1999**

Cromo – No hay métodos oficiales. No se han validado métodos

Flúor – Técnica de microdifusión (Mineral Tolerances of Animals, 2005). No se han validado métodos.

Yodo – Técnica ICP-MS (Mineral Tolerances of Animals, 2005). No se han validado métodos.

Aminoácidos – **AOAC 994.12** para todos los aminoácidos, excepto tirosina y triptófano, **ISO 13903:2005**

Triptófano – **AOAC 988.15**

Almidón – No hay método oficial. AOAC 920.40 ya no es válido debido a la producción discontinuada de la enzima que se requiere para el ensayo, **AOAC 996.11** es el que más comúnmente se usa pero presenta defectos.

Procedimientos recomendados para la medición de posibles contaminantes en DDGS (Caupert et al., 2012)

Micotoxinas

Véase el **Capítulo 10** para los equipos de pruebas rápidas recomendados y los aprobados por GIPSA de micotoxinas.

Métodos instrumentales recomendados para analizar micotoxinas

Aflatoxinas – AOAC 994.08

Deoxinivalenol – MacDonald et al. (2005a)

Fumonisinás – AOAC 2001.04 y Rottinghaus et al. (1992)

T-2 – Romer Labs (2010)

Zearalenona – AOAC 994.01 y McDonald et al. (2005b)

Aflatoxinas, deoxnivalenol, fumonisinás, T-2 y zearalenona - (Sulyok et al., 2007)

Residuos de antibióticos

El CVM de la FDA ha utilizado cromatografía líquida y el procedimiento de espectrometría de masa en tándem con analizador de trampa de iones (Heller, 2009) para determinar 13 antibióticos en granos de destilería entre los que se incluye:

Ampicilina	Monensina
Bacitracina A	Oxitetraciclina
Cloranfenicol	Penicilina G
Clortetraciclina	Estreptomycin
Claritromicina	Tilosina
Eritromicina	Virginiamicina M1

La eficiencia de extracción de este procedimiento va del 65% al 97%, con límites de cuantificación de 0.1 a 1.0 µg/g. La precisión va del 88 a 111%, con coeficientes de variación del 4 al 30%. El único método aprobado por la FDA para detectar residuos de virginiamicina es un procedimiento de bioensayo Phibro (QA@Phibro.com), que se recomienda en comparación con el método LC-MS de Heller (2009) que sólo mide una de las dos subunidades de virginiamicina.

Bibliografía

- AFIA. 2007. Evaluation of Analytical Methods for Analysis of Distillers Grain with Solubles: AFIA Sub Working Group Final Report. American Feed Industry Association. A disposición en línea en: www.afia.org/Afia/Files/BAMN-%20BSE-%20DDGS-%20Biosecurity%20Awareness/DDGS%20FINAL%20Report%20and%20Recommendations-2-07.pdf. Consultado el 30 de mayo de 2012.
- AOAC. 2005. Official Methods of Analysis of AOAC International (OMA). AOAC International, Gaithersburg, MD.
- Caupert, J., Y. Zhang, P. Imerman, J.L. Richard, and G.C. Shurson. 2012. Mycotoxin Occurrence in DDGS. In: Distillers Grain Production, Properties, and Utilization, ed. K. Liu and K.A. Rosentrater, CRC Press, Boca Raton, FL, p. 219-234.

- Heller, D.N. 2009. Analysis of Antibiotics in Distillers Grains Using Liquid Chromatography and Ion Trap Tandem Mass Spectroscopy, ed. C.V.M Food and Drug Administration, Office of Research. Department of Health and Human Services. Rockville, MD.
- ISO. 1998. ISO 6491:1998, Animal Feeding Stuffs – Determination of Phosphorus Content – Spectrometric Method. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 1999. ISO 6495:1999, Animal Feeding Stuffs – Determination of Water-Soluble Chloride Content. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 2000. ISO 6491:1998, Animal Feeding Stuffs – Determination of the Contents of Calcium, Copper, Iron, Magnesium, Manganese, Potassium, Sodium, and Zinc – Method Using Atomic Absorption Spectrometry. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 2005. ISO 13903:2005, Animal Feeding Stuffs – Determination of Amino Acid Content. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 2006. ISO 16472:2006, Animal Feeding Stuffs – Determination of Amylase-Treated Detergent Fiber Content (aNDF). International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 2008. ISO 13906:2008, Animal Feeding Stuffs – Determination of Acid Detergent Fiber (ADF) and Acid Detergent Lignin (ADL) Content. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO. 2009. ISO 27085:2009, Animal Feeding Stuffs – Determination of Calcium, Sodium, Phosphorus, Magnesium, Potassium, Iron, Zinc, Copper, Manganese, Cobalt, Molybdenum, Arsenic, Lead, and Cadmium by ICP-AES. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- MacDonald, S.J., D. Chan, P. Brereton, A. Damant, and R. Wood. 2005a. Determination of deoxynivalenol in cereals and cereal products by immunoaffinity column cleanup with liquid chromatography: Interlaboratory study. *J. of AOAC International* 88:1197-1204.
- MacDonald, S.J., S. Anderson, P. Brereton, R. Wood, and A. Damant. 2005b. Determination of zearalenone in barley, maize and wheat flour, polenta, and maize-based baby food by immunoaffinity column cleanup with liquid chromatography: Interlaboratory study. *J. of AOAC International* 88:1733-1740.
- Mineral Tolerances of Animals. 2005. National Academy Press, Washington, DC.
- Romer Labs, Inc. 2010. T-2 Toxin. Romer Labs, Inc., Union, MO. A disposición en línea en: www.romerlabs.com/downloads/Mycotoxins/T2-Toxin.pdf.
- Rottinghaus, G.E., C.E. Coatney, and C.H. Minor. 1992. A rapid, sensitive, thin layer chromatography procedure for the detection of fumonisin B₁ and B₂. *J. Vet Diag. Invest.* 4:326-329.
- Sulyok, M., R. Krska, and R. Schuhmacher. 2007. A liquid chromatography/tandem mass spectrometric multi-mycotoxin method for quantification of 87 analytes and its application to semi-quantitative screening of moldy food samples. *Analytical and Bioanalytical Chem.* 389:1505-1523.
- Thiex, N. 2012. Analytical Methodology for Quality Standards and Other Attributes of DDGS In: Distillers Grain Production, Properties, and Utilization, ed. K. Liu and K.A. Rosentrater, CRC Press, Boca Raton, FL, p. 193-217.