



Un Libro Blanco elaborado por FOSS

## **Actualizado: Comparativa entre el método de calibración global ANN NIR de FOSS y los métodos de referencia: Estudio global de ocho años**

Autor: Tomas Nilsson, FOSS

# **Actualizado: Comparativa entre el método de calibración global ANN NIR de FOSS y los métodos de referencia: Estudio global de ocho años**

Autor: Tomas Nilsson, FOSS

## **Introducción**

En 2012, FOSS publicó un libro blanco en el que describía los resultados de un estudio de test de anillo de cinco años llevado a cabo en colaboración con las redes de cereales europeas y que demostraba la excepcional precisión y estabilidad de la calibración ANN del Analizador de cereales Infratec 1241 de FOSS para el trigo y la cebada. En el artículo, se examinaban los datos recogidos durante 25 años que reflejaban variaciones estacionales y geográficas para después pasar a analizar el impacto que ello tenía en las calibraciones que han adquirido una posición exclusiva como plataforma para las operaciones avanzadas en el análisis de cereales. La calibración NIR es actualmente un estándar a escala mundial que se utiliza para medir la proteína y la humedad en el grano entero del trigo y la cebada y su rendimiento es posiblemente superior al de los métodos de referencia.

FOSS continuó con este ensayo de anillo durante los años posteriores a este primer artículo, pero amplió su investigación para incluir una serie de participantes tradicionales del cada vez más grande sector de los cereales. A los participantes habituales de Europa, se les unieron otros nuevos procedentes de Australia, Canadá, Suráfrica y España, con lo que se mejoró el valor de este importante trabajo. En la actualización del Libro Blanco original se incluyen estos nuevos datos.

## **El objetivo del test de anillo**

FOSS ha llevado a cabo estudios anuales en colaboración con la Red de Cereal Europea (EGN, por sus siglas en inglés) durante más de 15 años. El objetivo inicial era armonizar las distintas redes de cereales a nivel local y regional que operaban en toda Europa, investigar las diferencias existentes entre laboratorios de referencia de primera línea, realizar los ajustes de calibración que fuesen necesarios e informar a los miembros de todo ello. El estudio interlaboratorio se reforzó en 2006 al introducir una mejora en el flujo de información para los miembros y con la realización de una validación estandarizada anual de la calibración ANN de conformidad con la norma EN ISO 12099. Para realizar la validación, se utilizan muestras de la cosecha actual en distintos países y se aplican los métodos de referencia considerados como válidos en todos ellos. En el transcurso de los últimos ocho años de ensayos de anillo, han sido más de 50 las organizaciones (procedentes de 20 países) que han participado con éxito en esta validación. Se han elaborado informes a partir de los resultados, que se han presentado en las reuniones de la red de cereales que se celebran con periodicidad anual en marzo bajo el auspicio de FOSS y en las que participan más de 50 delegados que representan a algunos de los cerealistas de mayor relieve del mundo y sus proveedores de servicios de laboratorio de cereales de calidad.

El test de anillo se compone de aproximadamente diez muestras de trigo y diez de cebada con distinto origen. Las muestras recogidas a través de distintas redes se limpian, homogeneizan, dividen y envían a los participantes para su análisis. Los resultados del análisis local con Infratec y su método de referencia de determinación de la proteína y la humedad se envían a FOSS para su evaluación. Cada año participan entre diez y 20 redes en el ensayo de anillo, lo que proporciona un pilar fiable para los resultados.

**Tabla 1: Empresas representadas en el test de anillo de 2014**

Australia	Alemania
Austria	Holanda
Canadá	Polonia
Dinamarca	Portugal
Finlandia	Suráfrica
Francia	España
Lituania	Suecia
Reino Unido	

Para mejorar aún más el test de anillo, en la edición de 2014 se añadieron semillas de colza/canola. Como para este producto sólo se han recogido datos durante tres años, hemos optado por no incluir esos datos en este informe.

### Resultados

En la Tabla 2 se resumen los resultados obtenidos en el test de anillo de la Red de Cereal Mundial (WGN, por sus siglas en inglés) de 2014. En concreto, resulta interesante subrayar que la reproducibilidad del método ANN de FOSS es mejor que el método de referencia en el caso de la proteína y casi la misma en el caso de la humedad.

**Tabla 2: Resultados del test de anillo de la WGN de 2014.**

WGN 2014 all samples (2013 harvest of Wheat and Barley)	Ref. methods	local models	FOSS ANN
<b>Protein, range</b>	<b>8.2 % - 15.2 %</b>		
Mean (%)	11.44	11.56	11.49
deviation from mean		0.12	0.05
SD reproducibility	0.18	0.17	0.11
RSD reproducibility	1.6	1.5	1.0
<b>Moisture, range</b>	<b>11.5 % - 13.6 %</b>		
Mean (%)	12.76	12.84	12.75
deviation from mean		0.08	-0.01
SD reproducibility	0.22	0.15	0.06
RSD reproducibility	1.8	1.2	0.5

Si se observa la Tabla 2, se puede apreciar que los modelos de predicción ANN ajustados localmente presentan una desviación de los métodos de referencia mayor que la del modelo de predicción ANN a escala mundial, tanto para la predicción de los valores medios como para la reproducibilidad. Al parecer, algunos de los métodos de referencia nacional se han alejado de la media de referencia, lo cual nos ha obligado a ajustar los modelos de predicción en consonancia.

En algunos casos, el modelo de predicción ANN adoptado a escala local no ha sido la misma versión, o incluso se ha desarrollado exclusivamente sobre un tipo de cereal. Los resultados del modelo de predicción ANN a escala mundial indican sin lugar a dudas que la robustez y precisión se obtienen al no especializarse en un tipo de cereal específico o ajustándose para encajar dentro del método de referencia nacional. En este sentido, la esencia del test de anillo consiste en mantener los

métodos de referencia alineados e indicar si los modelos de predicción ANN a escala local necesitan realmente ajustarse o si, por el contrario, el que hay que ajustar es el método de referencia.

La calibración ANN de FOSS se basa en una gran base de datos que cubre una amplia gama de valores de proteína y humedad, así como amplias variaciones en otros aspectos como, por ejemplo, año de la cosecha, condiciones estacionales, geografía, tipo de cereal, variedad e instrumento y temperatura de la muestra. La inclusión de todas estas variables hace que la calibración ANN sea extremadamente robusta. En la Tabla 3 se describe el conjunto de calibración utilizado para WB003034.

**Tabla 3: Número de muestras (N) incluidas y rangos cubiertos en WB003034.**

Parámetro	N	Mín.	Máx.
Humedad	10.572	6,2 %	30,0 %
Proteína (d.m.)	30.092	6,7 %	23,7 %

La calibración se ha validado de conformidad con las normas ISO 12099 y EN15948:2012 utilizando conjuntos de ensayos independientes de muestras de trigo y cebada, procedentes de distintas partes del mundo que representaban distintas clases, variedades y condiciones de cultivo. Se utilizaron más de 50 conjuntos de validación independientes procedentes de 14 países para obtener la calibración ANN óptima. El objetivo era ser lo más fuerte posible en cuanto a la precisión general, repetibilidad y transferibilidad entre instrumentos, así como tener capacidad para manejar las variaciones de temperatura del cereal sin por ello mostrar ninguna debilidad significativa en ninguna de estas áreas. En la Tabla 4 se resume el rendimiento general.

**Tabla 4: Rendimiento de la validación de WB003034 frente un conjunto total del ensayo.**

Parámetro	Tipo de cereal	N	Precisión	Mín.	Máx.	RSQ
Humedad	Todos	4.600	0,24	7,8 %	29,9 %	0,99
Proteína (d.m.)	Todos	11.822	0,27	6,9 %	24,0 %	0,99
Humedad	Cebada	2.251	0,22	8,6 %	27,9 %	0,99
Proteína (d.m.)	Cebada	3.963	0,30	7,3 %	17,7 %	0,97
Humedad	Trigo	2.349	0,25	7,8 %	29,9 %	0,99
Proteína (d.m.)	Trigo	7.857	0,27	6,8 %	24,0 %	0,99

N: Número de muestras en el conjunto de datos de validación independiente.  
 Precisión: Precisión global expresada como SEP como constituyente % w/w.  
 Mín: Valor mínimo del conjunto de validación.  
 Máx: Valor máximo del conjunto de validación.  
 RSQ: Coeficiente de correlación lineal entre los resultados ANN previstos y los resultados químicos del análisis de referencia.

Es preciso tener en cuenta que los valores de precisión y correlación indicados en la Tabla 4 varían en función de la precisión de los valores de referencia. Las predicciones realizadas con este modelo no han sufrido ninguna corrección de sesgo.

En total, los conjuntos de ensayos independientes empleados estuvieron compuestos por 4.600 muestras para la humedad y 11.822 para la proteína. Cuando se utilizan conjuntos de datos tan grandes, resulta inevitable que haya una influencia de la reproducibilidad entre laboratorios debido a la variación incontrolada entre los distintos laboratorios de referencia implicados. Por lo general, los conjuntos de ensayos independientes más pequeños e individuales establecidos a partir de un único laboratorio suelen ser más representativos que la media del conjunto de ensayos total. En el ejemplo que se indica en la Tabla 5, todos los ensayos de referencia se llevaron a cabo empleando un único laboratorio.

**Tabla 5: Rendimiento de la validación de WB003034 frente un conjunto de ensayo individual (trigo, cosecha de 2007, un país y un laboratorio de referencia).**

Parámetro	N	Precisión	Mín.	Máx.	RSQ
Humedad	75	0,14	1,12 %	23,70 %	0,999
Proteína (d.m.)	67	0,16	9,70 %	16,30 %	0,991

### Discusión

La robustez de la calibración ANN se manifiesta por su estabilidad a largo plazo. En la Figura 1, se ilustra la estabilidad de la predicción de la proteína durante los últimos ocho años. El gráfico de estabilidad para la predicción de la humedad se muestra en la Figura 2.

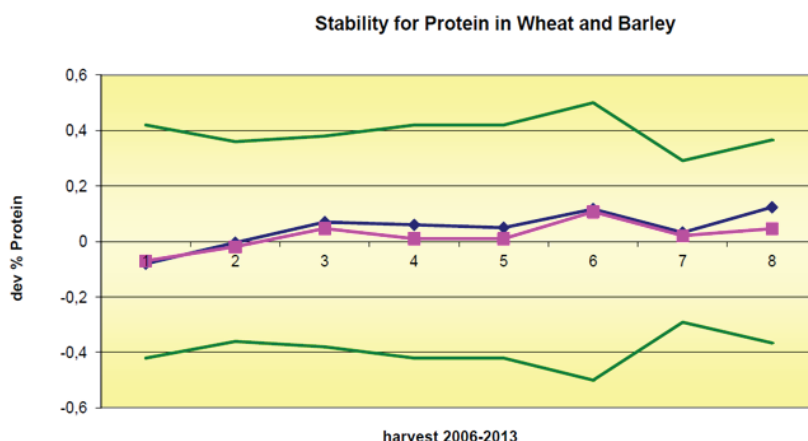


Figura 1: Desviaciones medias de los resultados de la predicción de la proteína de la mejor estimación del valor real durante los últimos cinco años. Rosa = ANN global y azul oscuro = ANN local.

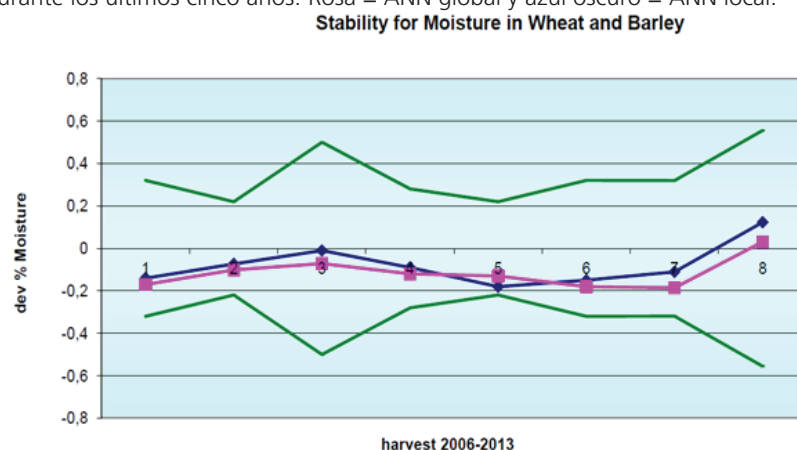


Figura 2: Desviaciones medias de los resultados de la predicción de la humedad de la mejor estimación del valor real durante los últimos cinco años. Rosa = ANN global y azul oscuro = ANN local.

La clave para la estabilidad superior es doble: la base de datos sumamente grande que abarca prácticamente todas las variaciones posibles y la tecnología de ANN que recoge todas las variaciones de forma óptima.

Tal y como hemos mencionado en la sección anterior, los modelos de predicción ajustados a escala local presentan una tendencia a desviarse más de los valores de referencia si los comparamos con la calibración ANN a escala mundial. Esto se ve tanto para la proteína como para la humedad en las Figuras 1 y 2, respectivamente. Los ajustes a los modelos de predicción sólo deben aplicarse cuando el laboratorio de referencia está alineado con respecto a otros laboratorios autorizados.

## **Conclusión**

El alto rendimiento del modelo de predicción ANN se demuestra aún más por los resultados de este estudio actualizado en el que se incluyen datos mundiales, frente a los del informe original. Al igual que ocurrió en el estudio original, esto resulta especialmente claro en el estudio interlaboratorio de 2014 para la determinación de proteína y humedad en granos enteros, en el que se utilizaron doce muestras de trigo y diez de cebada de la cosecha de 2013. Se utilizó el modelo ANN WB003034 de FOSS para la determinación simultánea de la proteína y la humedad en el trigo y en la cebada. Los resultados que se incluyen en la Tabla 2 muestran claramente que la calibración ANN de FOSS puede ser utilizada sin pérdida de precisión ni rendimiento.

El modelo de predicción ANN WB003034 de FOSS está aprobado como un estándar europeo para la predicción simultánea de contenido en proteína y humedad en el grano entero de trigo y cebada. Esto se describe con más detalle en la norma EN 15948:2012.

La solución dedicada de FOSS, el analizador de grano Infratec, combinado con el modelo de predicción ANN WB003034 sigue siendo la mejor opción para la predicción del contenido en proteína y humedad en el grano entero de trigo y cebada. La estabilidad del modelo también es muy prometedora como plataforma para el análisis eficaz de cereales en el futuro.

## **Referencias**

1. EN ISO 12099:2010, *Alimentos para animales, cereales y productos de cereales molidos - Directrices para la aplicación de la espectrometría de infrarrojo cercano (ISO 12099:2010)*.
2. EN 15948:2012, *Cereales – Determinación de la humedad y de las proteínas – Método que emplea la tecnología de espectroscopia de infrarrojo cercano en granos enteros (pendiente de publicación)*.